



UNIDAD IZTAPALAPA

DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD

POSGRADO EN BIOTECNOLOGÍA

**ADOPTANDO LA ECONOMÍA CIRCULAR MEDIANTE LA PRODUCCIÓN DE UN
COMPÓSITO DE QUITOSANO, ÁCIDO CÍTRICO Y POLICAPROLACTONA PARA LA
ADSORCIÓN DE MERCURIO.**

TESIS

PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN BIOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

I.A. ALAN CRISTOPHER DELGADO UGALDE

2223804002

cristopherdelgado1@gmail.com

DIRECTORA DE TESIS:

DRA. CONCEPCIÓN KEIKO SHIRAI MATSUMOTO

ASESORES:

DRA. DIANA ALONSO SEGURA

DR. JUAN MARCOS ESPARZA SCHULZ

JURADO

Presidente: Dr. Alberto Castillo Morales

Secretario: Dr. Miquel Gimeno Seco

Vocal: Dr. Sergio Huerta Ochoa

Vocal: M. EN C. Judith López Jardinez

Iztapalapa, Ciudad de México, 13 de diciembre de 2024.

“La Maestría en Biotecnología de la Universidad autónoma Metropolitana está incluida en el Programa Nacional de Posgrados de Calidad (PNPC) del CONAHCYT, con la referencia 001466”

Esta tesis se realizó en el Laboratorio de Biopolímeros (PACTO, laboratorio 10) y Planta Piloto de Procesamiento de Desperdicios Orgánicos (PP10) del Departamento de Biotecnología, División de Ciencias Biológicas y de la Salud de la Universidad Autónoma Metropolitana unidad Iztapalapa, bajo la dirección de la Dra. Concepción Keiko Shirai Matsumoto.

El H. Jurado designado por la División de Ciencias Biológicas y de la Salud de la Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa aprobó la comunicación de resultados que presentó:

Ing. en alim. Alan Christopher Delgado Ugalde

13 de diciembre de 2024

Comité tutorial:

Directora de tesis

Dra. Concepción Keiko Shirai Matsumoto

Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, Departamento de Biotecnología, Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Procesamiento de Desperdicios Orgánicos.

Asesores:

Dra. Diana Alonso Segura

Docente, Técnico Académico B, en la Academia de Química y Biotecnología de la UTC, Qro.

DR. Juan marcos Esparza Schulz

Profesor Titular C en la UAM-Iztapalapa. División de Ciencias básicas e ingeniería. Departamento de química.

H. Jurado

Presidente:

Dr. Alberto Castillo Morales
Departamento de Matemáticas, UAM

Secretario:

Dr. Miguel Gimeno Saco
Facultad de Química, UNAM

Vocal:

Dra. Diana Alonso Segura
Universidad Tecnológica de Coahuila

Vocal:

M. en C. Judith López Jardines
Planta de Producción de Composta, Laboratorio y Vivero "Dr. Héctor Uriel Mayagüilla Domínguez"

"Dedicado a mi madre y familia por su apoyo incondicional e inspiración siempre constante"

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la Dra. Keiko Shirai Matsumoto por permitirme ser parte de este grupo de trabajo, así como su apoyo y consejos para la realización de este. Pero, sobre todo, por darme la oportunidad de forjar una mejor versión de mí mismo.

A la Dra. Diana Alonso Segura y el Dr. Juan Marcos Esparza Schulz por su asesoramiento y disposición de participar en las revisiones del presente trabajo.

A la Dra. Gretchen Terri Lapidus Lavine por las clases de procesamiento acuoso de materiales y atento asesoramiento impartido para las interpretaciones de los análisis de adsorción atómica y diagramas de especiación en el software “Medusa”.

Al Dr. Humberto Vázquez Torres por permitirme disponer de su laboratorio para la realización de algunos espectros de infrarrojo de los polímeros estudiados en esta tesis.

A la maestra Judith López Jardinez, por otorgar facilidades y asesoramiento para poder llevar a cabo pruebas en las pilas de composta ubicado en la Planta de Producción de Composta Laboratorio y Viveros del Instituto Politécnico Nacional, unidad Zacatenco. Así mismo, a la Lic. En Biología a Viviana Frías y el personal de la planta por el apoyo en monitorear, airear y humedecer la pila de composta.

Al Dr. Alberto Castillo Morales por el asesoramiento al análisis estadístico de los Isotermas y cinéticas de adsorción empleados en el presente trabajo.

A la profesora Mariana Ramírez Gilly de la Universidad Autónoma Metropolitana, Alimentos y Biotecnología de la facultad de Química por el apoyo técnico en la realización de las pruebas de punción del compósito.

A la Dra. Ma. Cristina Acosta García y a la profesora Patricia Castillo Ocampo por su ayuda en la preparación de las muestras y obtención de micrografías SEM de los compósitos analizados en este trabajo.

Agradecemos al Dr. Atilano Gutiérrez Castillo del Laboratorio Central de Resonancia Magnética Nuclear de la Universidad Autónoma Metropolitana unidad Iztapalapa por su apoyo técnico en el análisis de los polímeros estudiados en la tesis.

A mis amigos y compañeros del Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Desperdicios Orgánicos por siempre brindarme su apoyo y consejos desinteresadamente.

A todos gracias.

ÍNDICE

RESUMEN	7
1. INTRODUCCIÓN	8
2. MARCO TEÓRICO.....	9
2.1 Quitosano	9
2.2 Poli-epsilon-caprolactona.....	11
2.3 Compósito.....	12
2.4 Ácido Cítrico	12
2.5 Quitosano-Co-Cítrico	12
2.6 Descripción cualitativa de un sólido poroso.	13
2.7 Cronología de un proceso de formación de CO ₂ para la formación de cavidades en un material polimérico (Monie et al., 2021).	14
2.8 Cinéticas de adsorción.....	14
2.9 Isotermas de adsorción.....	15
2.10 Compostabilidad de polímeros sintéticos.....	15
2.11 Conceptos teóricos generales de la Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA).	16
2.12 Resistencia mecánica de los materiales.	17
2.13 Economía circular	17
3. ANTECEDENTES	18
3.1 Materiales adsorbentes de iones de metales pesados.	19
3.2 Germinación y ecotoxicidad.....	20
4. JUSTIFICACIÓN	20
5. HIPÓTESIS	21
6. OBJETIVOS	22
7. METODOLOGÍA.....	22
7.1 Obtención de Q (desacetilación de quitina)	22
7.2 Caracterización del Q.	22
7.2.1 Determinación de solubles.	22
7.2.2 Proteína cruda.....	22
7.2.3 Determinación de humedad.	23
7.3 Determinación del peso molecular mediante viscosidad intrínseca.....	23
7.4 Grado de acetilación y porcentaje de ácido cítrico injertado en el quitosano por ¹ H RMN	23

7.5 Preparación Q-co-cítrico (QCC).....	23
7.6 Purificación de QCC con lavados de acetona y etanol con soxhlet.	24
7.7 Fracción molar de ácido cítrico de QCC	25
7.8 Proceso de extrusión de la matriz de QCC con PCL en presencia del agente porogénico.	25
7.9 Neutralización del compuesto.	25
7.10 Caracterización del material extruido de QCC y PCL (QCCP).	26
7.10.1 Caracterización de los lavados	26
7.10.2 Porosidad.	26
7.10.3 Propiedades mecánicas:	26
7.10.4 Caracterización química FTIR.	26
7.10.5 Capacidad de hinchamiento del compuesto (S%) y erosión del material (E%)	27
7.11 Experimentos de adsorción (batch)	27
7.12 Cinéticas de adsorción.....	28
7.13 Efecto del pH en la adsorción de iones metálicos.	29
7.14 Isotermas de adsorción.....	29
7.15 Desorción del compuesto contaminado.	30
7.16 Estudios de compostabilidad	30
8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	32
8.1 Caracterización de quitosano.	32
8.2 Análisis de espectrofotometría de ATR FTIR de Q y QCC.	33
8.3 Resonancia magnética nuclear de protón.....	35
8.4 Extrusión de QCC y PCL	36
8.5 Neutralización de materiales.....	37
8.6 Pruebas de Hinchamiento y Erosión.....	38
8.7 Pruebas de Adsorción de Hg y Zn con todos los materiales.....	40
8.8 Caracterización del compuesto seleccionado	42
8.9 Propiedades mecánicas.....	43
8.10 Tamaño de poro	44
8.11 Efecto del pH en la adsorción de Hg con QCCP.	44
8.12 Cinética de adsorción.	45
8.13 Isotermas de adsorción.....	47

8.14 Efecto de la dosis de adsorbente en la adsorción de Hg.	50
8.15 Mecanismo de adsorción de Hg en el compuesto QCCP.	52
8.16 Desorción del material QCCP.	54
8.17 Compostabilidad	57
8.17.1 Análisis bromatológico de Po1 y Po2.	59
8.17.2 Análisis de la reducción de bandas en los grupos funcionales de QCCP por FTIR.	62
8.18 Análisis SEM de los compósitos	63
8.19 Pruebas de ecotoxicidad.....	64
9. CONCLUSIONES.....	68
10. BIBLIOGRAFÍA	69
11. Anexos	75
Anexo 1. Terminología de la norma D6400-04	75
Anexo 2. Análisis ANOVA y TUKEY e intervalos de confianza.....	76
Anexo 3. Cinética de adsorción para QCCP y MCP.	82
Anexo 4. Concentración de adsorbato.....	85
Anexo 5. Dosis de adsorbente y desorción.....	87
Anexo 6. Porosidad del material	90
Anexo 7. Pruebas Mecánicas	95
Anexo 8. Pruebas de compostabilidad.	96
A 8.1 Microplásticos encontrados en la pila de composta.....	104
Anexo 9. Cálculos.....	107
Anexo 10. Precipitaciones por neutralización	109
Anexo 11. Punto de carga Cero.....	110

RESUMEN

Actualmente, la sociedad mexicana requiere que los productos estén dirigidos a la economía circular, derivándose en un modelo de producción y consumo en el cual es deseable maximizar el uso de recursos y minimizar la generación de residuos. Por lo que en este proyecto se empleó quitosano extraído en el grupo de trabajo a partir de residuos del camarón mediante proceso biológico-químico que posteriormente fue funcionalizado con ácido cítrico. La mezcla de reacción de injerto, quitosano y el derivado fue empleado en un proceso de extrusión. El compósito obtenido presentó un tamaño promedio de poro de $121.28 \pm 23.26 \mu\text{m}$ con módulo de Young de $1.19 \times 10^6 \text{ N/m}^2$. Los experimentos de adsorción mostraron que el Hg fue adsorbido por los sitios activos del compósito por quimisorción, con una q_{max} de 24.88 mg Hg/g QCC, llegando al equilibrio a las 3 h y que el material se pudo reusar hasta tres veces en ciclos de adsorción y desorción. Posteriormente, se dispuso en plantas de compostaje para descomponerse al 100%. Una vez terminada las pruebas de compostabilidad, se hicieron pruebas de ecotoxicidad con el adsorbente sin contaminar y contaminadas con Hg. En estas pruebas se determinaron, los índices de germinación que indicaron un ligero efecto tóxico del Hg, mientras que la composta en contacto con el material sin contaminar incluso presentó un efecto benéfico para el crecimiento de lechuga italiana (*Lactuca sativa*).

ABSTRACT

Currently, Mexican society requires products to focus on the circular economy. From the above, a production and consumption model is derived in which it is desirable to maximize resource use and minimize waste generation. This project utilized shrimp waste to obtain chitin and chitosan; the latter was functionalized with citric acid. The bulk mixture of chitosan, citric acid, and chitosan-co-citric acid was used to manufacture an adsorbent compound with an average pore size of 121.28 ± 23.26

µm. The adsorption experiments showed that the active sites of the composite adsorbed Hg by chemisorption, with a q_{max} of 24.88 mg Hg/g QCC, reaching equilibrium after 3 hours and the material could be reused up to three times in adsorption and desorption cycles. Subsequently, it was placed in composting plants to decompose 100%. Once the compostability tests were completed, ecotoxicity tests were carried out with the uncontaminated adsorbent and contaminated with Hg. In these tests, germination indices were determined that indicated a slight toxic effect of Hg, while the compost in contact with the uncontaminated material even presented a beneficial effect for the growth of Italian lettuce (*Lactuca sativa*).

1. INTRODUCCIÓN

El tratamiento de aguas residuales representa uno de los principales procesos de reciclaje de agua que compensa la escasez de ésta en muchas zonas del mundo. Los metales pesados son los contaminantes más importantes en las aguas residuales, ya que su presencia genera graves problemas ambientales y humanos, incluso a bajas concentraciones (Al-Zoubi *et al.*, 2015). Los metales pesados como el mercurio pueden formar complejos con la materia orgánica y bioacumularse. En el ser humano puede causar problemas tales como; trastornos neurológicos y del comportamiento, con síntomas como temblores, insomnio, pérdida de memoria, efectos neuromusculares, cefalea o disfunciones cognitivas y motoras. También puede afectar al sistema digestivo, la piel, los pulmones, riñones y ojos (OPS/OMS, 2024).

El mercurio proviene principalmente de las actividades humanas como emisiones de combustión de carbón de centrales eléctricas, calefacciones, procesos industriales, incineración de residuos, de la extracción de mineral de mercurio, oro y otros metales. El mercurio su mineral más común es el cinabrio (HgS). El mercurio en el medio acuático existe esencialmente en tres formas: mercurio elemental; Hg^0 ; mercurio inorgánico; como ión divalente Hg^{2+} , que puede aparecer hidratado o acomplexado con cloruro, sulfuro, hidróxido o con materia orgánica disuelta y mercurio orgánico principalmente como metil-mercurio que es la especie más nociva para la salud humana. El mercurio y otros metales traza están generalmente enlazados a los grupos ácidos de la materia orgánica; siendo los más abundantes los ácidos carboxílicos y los fenoles (De Diego *et al.*, 2012).

Todas estas razones motivan a los investigadores a desarrollar diferentes formas de tratar aguas residuales para eliminar los metales pesados, como biolixiviación, biodegradación, precipitación química, intercambio iónico, filtración por membrana, electroquímica y adsorción (Crini *et al.*, 2019). En la actualidad, el modelo de producción y gestión de recursos, bienes y servicios buscan el consumo a corto plazo, lo cual se ha demostrado que es un modelo insostenible, ya que los recursos son finitos. La economía circular (EC) es un sistema que busca maximizar el aprovechamiento de recursos y minimizar la generación de residuos, algunas de

sus estrategias clave son la reutilización, la reparación, la actualización y la reelaboración de recursos y sus componentes (Del Consumidor, 2024)

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Quitosano

El quitosano (Q) es el material base con el que se está trabajando, ya que debido a sus propiedades quelantes del grupo amina lo hace un candidato perfecto para procesos de adsorción de metales pesados. El Q es un biopolímero catiónico en medio ácido debido a la presencia de grupos funcionales amina, constituido por monómeros de *N*-acetil- β -*D*-glucosamina y β -*D*-glucosamina enlazados a través de enlaces β (1 $\rightarrow$ 4). Se obtiene por desacetilación de la quitina (Solier *et al.*, 2001; Rabea *et al.*, 2003).

Los grupos funcionales reactivos se encuentran en el grupo amina y los hidroxilos de los carbonos 3 y 6 del Q (Figura 1). Aunque se ha reportado que los grupos hidroxilo esencialmente contribuyen a estabilizar la unión de los iones metálicos que están formando complejos con los grupos amina (Desbrières & Guibal, 2017); la modificación química o enzimática de éstos, así como la regeneración de la reacción, incrementa la biofuncionalidad de los productos de la molécula (Hirano, 1999; Torres *et al.*, 2012).

Los grupos reactivos se pueden unir a iones metálicos a través de varios mecanismos tales como:

- Complejación en nitrógeno (par de electrones libres);
- Formación de complejos ternarios (uno de esos casos es la unión del par de iones Sr(II)/carbonato en quitosano);
- Intercambio iónico/ atracción electrostática.

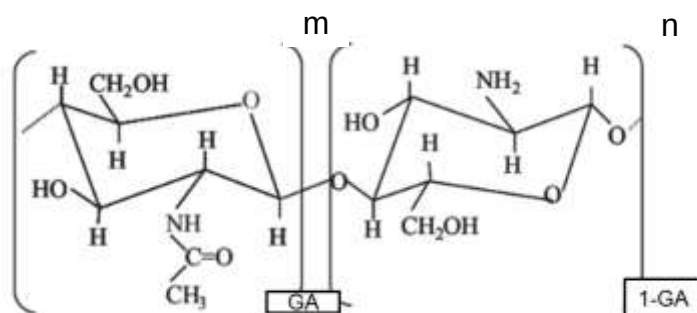


Figura 1. Estructura general del Q (GA: grado de acetilación; 1-GA grado de desacetilación).

El Q es soluble en soluciones acuosas o alcohólicas de ácidos orgánicos e inorgánicos $\text{pH} < 6$. Es muy estable y poco sensible a la humedad, se descompone a temperaturas mayores a 185°C (Rabea *et al.*, 2003). Su pureza, grado de desacetilación, peso molecular, viscosidad y estructura polimórfica varían de acuerdo con su proceso de producción (Goosen, 1997). El grado de desacetilación es muy importante en el presente estudio, ya que se considera que el polímero se le denomina Q cuando es soluble en soluciones ácidas, lo cual corresponde a un grado de desacetilación superior al 60% (Guibal, 2004). El proceso químico para la obtención de quitina, a partir de los desechos de crustáceos, consiste en dos pasos: desproteización en medio alcalino (NaOH) y desmineralización en medio ácido (HCl), con un lavado que neutralice el pH (Cira *et al.*, 2002).

Las propiedades ácido-base del grupo amino del Q también permiten la unión de protones, esta protonación induce una competencia por la unión de cationes metálicos y la formación de complejos ternarios. Estos complejos son activos en soluciones casi neutras. Por otro lado, esta protonación hace posible la unión de iones metálicos en soluciones ácidas a través de atracción electrostática o intercambio iónico. En otras palabras, el grupo amina es susceptible de ser ionizado, en función del pH (en un rango de 6.0 – 6.7). Existen dos modelos para dilucidar el mecanismo de coordinación implícita en ambos complejos. El primero se llama “modelo colgante” que considera que el ion metálico está unido a un grupo amina de una manera “colgante” y el segundo se llama “modelo puente” se supone que el ion metálico está unido a varios átomos de nitrógeno de la misma cadena o de diferentes cadenas (Desbrières & Guibal, 2017). A continuación, se presentan dos propuestas con mecanismos de adsorción con modelos quitosano-cobre (Figura 2):

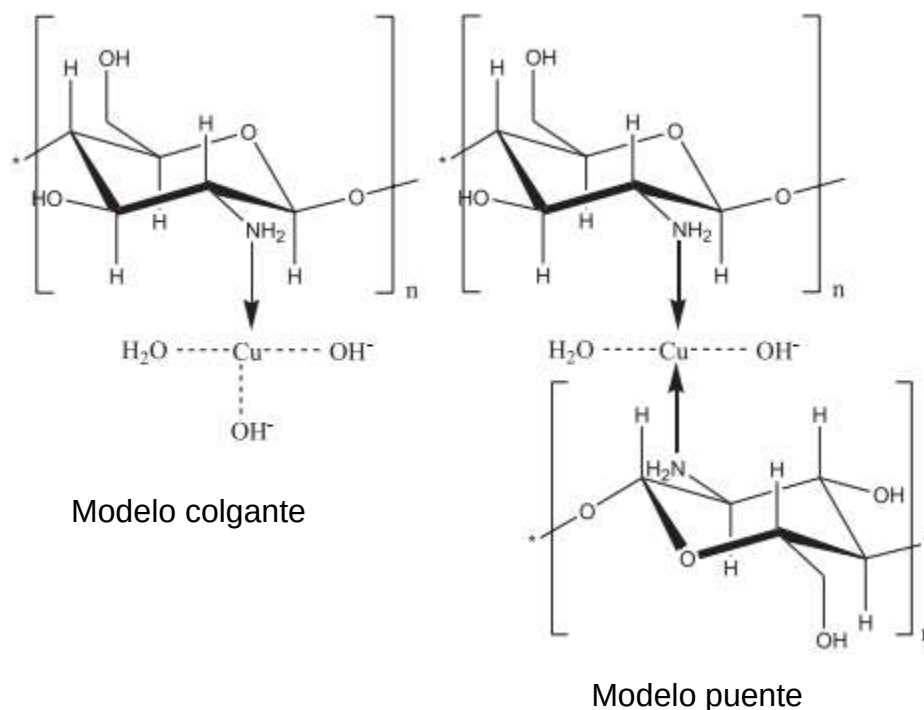


Figura 2. Estructura de complejos cobre-quitosano (Desbrières & Guibal, 2017).

2.2 Poli-epsilon-caprolactona.

La poli-epsilon-caprolactona (PCL) (Figura 3) es un polímero semi cristalino, su punto de fusión es 59-64°C y es excelente para hacer mezclas con otros polímeros para mejorar la resistencia al agrietamiento por tensión. El peso molecular promedio de PCL generalmente varía de 3,000 a 80,000 g/mol. La PCL se puede preparar por polimerización de apertura de anillo de ϵ -caprolactona usando una variedad de catalizadores aniónicos, catiónicos y de coordinación o vía libre polimerización por apertura de anillo radical de 2-metileno-1-3-dioxepano, también se emplea el uso de catalizadores como octanoato de estaño (Woodruff & Hutmacher, 2010).

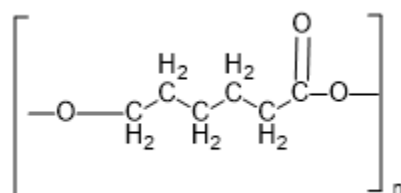


Figura 3. Estructura general de la policaprolactona.

2.3 Compósito

Un compósito o material compuesto son aquellos materiales que se forman por la unión de dos o más materiales para conseguir la combinación de propiedades que no es posible obtener en los materiales originales. Estos compuestos pueden seleccionarse para lograr combinaciones poco usuales de rigidez, resistencia, peso, rendimiento a alta temperatura, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad (Shackelford, 2007).

2.4 Ácido Cítrico

El ácido cítrico (AC) es un ácido orgánico (Figura 4) que tiene tres grupos carboxilo (ácido tricarboxílico) estos grupos se ionizan ligeramente cuando se disuelven en agua, la reacción general de ácido cítrico en presencia de agua se muestra en la ecuación 1:

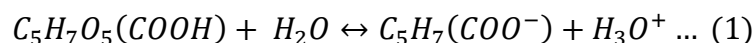
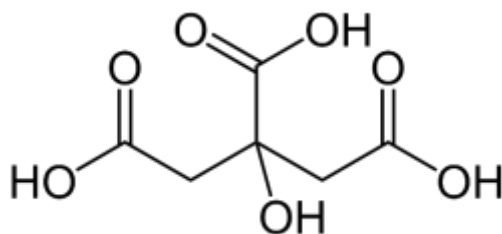


Figura 4. Estructura general de ácido cítrico.

2.5 Quitosano-Co-Cítrico

El quitosano-co-cítrico (QCC) es Q funcionalizado con ácido cítrico el cual contiene más grupos hidroxilo en su estructura molecular (Figura 5).

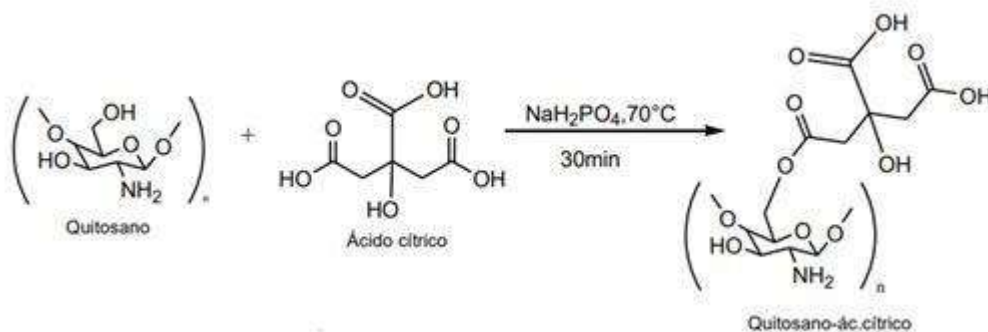


Figura 5. Esquema de reacción simplificado para obtener QCC (Corona, 2013).

Esta reacción de esterificación se lleva a cabo debido a la capacidad nucleofílica del oxígeno del grupo hidroxilo que se encuentra unido al metilo del carbono 6 del Q, que puede atacar a los carbonos carboxílicos del ácido cítrico y formar un enlace éster con el ácido cítrico en el carbono uno; se puede utilizar como catalizador al monofosfato de sodio (NaH_2PO_4) debido a que éste forma momentáneamente el citrato de sodio, base que favorece la formación del producto por desprotonación del O-H nucleofílico. Alonso y colaboradores, (2009), reportan que la mejor opción para formar el Q funcionalizado con ácido cítrico es con catalizador de NaH_2PO_4 , ya que usando otros ácidos hay una competencia por los grupos alcohol de los polisacáridos lo que podría disminuir el Q funcionalizado al final.

2.6 Descripción cualitativa de un sólido poroso.

La clasificación de los poros de un material es muy importante para caracterizar un material, los poros abiertos, es decir, si viéramos el material diseccionado desde una sección transversal (Figura 6), serían aquellos que tienen un canal continuo de comunicación con la superficie externa del cuerpo (b), (c), (d), (e) y (f), dichos poros son sitios activos en un proceso de flujo de fluidos y adsorción de solutos contenidos en un flujo líquido o gases. Por el contrario, un poro cerrado es aquel que está aislado de sus vecinos y es inactivo (a)

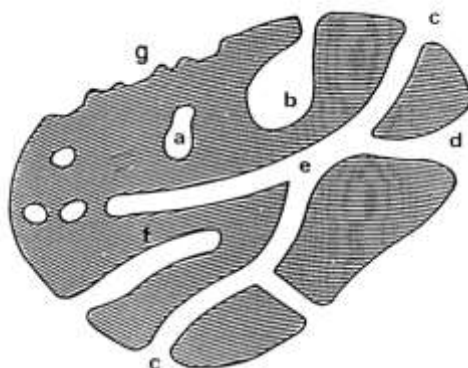


Figura 6. Sección transversal esquemática de un sólido poroso (a) es un poro de clasificación cerrada. Mientras que los poros de clasificación abierta son (b), (c), (d), (e) y (f) (Rouquerol *et al*, 1994).

Las siguientes distinciones y definiciones para los poros fueron adoptadas en documentos de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC, por sus siglas en inglés).

Microporoso: tienen poros con un ancho menor de 2 nm

Mesoporoso: tienen poros con un ancho de entre 2 a 50 nm

Macroporoso: tienen poros con un ancho mayor a 50 nm.

- Sólido poroso: Es un sólido que tiene cavidades, canales o intersticios, que son más profundos que anchos.
- Tamaño de poro (ancho del poro): Es la distancia entre dos paredes opuestas del poro (diámetro de poros cilíndricos, ancho de poros en forma de hendidura).

La porosidad es uno de los factores que influyen en la interacción física y química de sólidos con gases y líquidos (Rouquerol *et al.*, 1994).

2.7 Cronología de un proceso de formación de CO₂ para la formación de cavidades en un material polimérico (Monie *et al.*, 2021).

- Formación de la mezcla: Los polímeros se combinan con el agente de expansión a temperatura y presión adecuadas donde la viscosidad hace que el agente de expansión sea estable en el proceso de mezclado.
- Proceso de soplado: Este paso da lugar al proceso de descomposición y/o vaporización del agente de soplado (generalmente CO₂) provocando el fenómeno de nucleación, que es cuando se alcanza un límite de la solubilidad del gas generado en el polímero.
- Estabilización: Consiste en el endurecimiento de la fase polimérica-vitrificación en caso de un termoplástico y gelificación en caso de un polímero termoendurecible, los cuales dependen de condiciones específicas de temperatura y presión.

2.8 Cinéticas de adsorción.

La tecnología de adsorción se ha aplicado ampliamente al tratamiento de aguas residuales debido a su bajo costo y alta eficiencia.

La cinética describe la tasa de adsorción concentración del adsorbato y el tiempo en el que se alcanza el equilibrio (Murillo *et al.*, 2011).

Los modelos cinéticos de adsorción se han utilizado para evaluar el rendimiento del adsorbente e investigar los mecanismos de transferencia de masa por adsorción.

La cinética de transferencia de masa incluye tres pasos (Wang & Guo, 2020):

1. Difusión externa: En este paso el adsorbato se transfiere a través de una película líquida alrededor del adsorbente. La diferencia de concentraciones entre la solución a granel y la superficie del adsorbente son la fuerza impulsora de la difusión externa.
2. Difusión interna: En este paso se describe la difusión del adsorbato en los poros del adsorbente.

3. Adsorción: Por último, se describe cómo interactúa el adsorbato en los sitios activos del adsorbente.

2.9 Isotermas de adsorción.

Los mecanismos de adsorción incluyen principalmente adsorción química correspondiente a la formación de enlaces entre sustancias químicas, la adsorción física está relacionada con la fuerza de Van Der Waals y de intercambio iónico. Los isotermas proveen información acerca de la máxima capacidad de adsorción y de cual es significativa en la actuación de los adsorbentes. Los modelos químicos, físicos y de intercambio iónico son modelos teóricos con deducción rigurosa y significados físicos específicos. Las isotermas químicas describen un proceso de adsorción en monocapa, las isotermas físicas representan la adsorción en un proceso de adsorción en multicapa, mientras que la de intercambio iónico se debe al intercambio de iones entre el adsorbente y el adsorbato como puede verse en la Figura 7 (Wang & Guo, 2020).

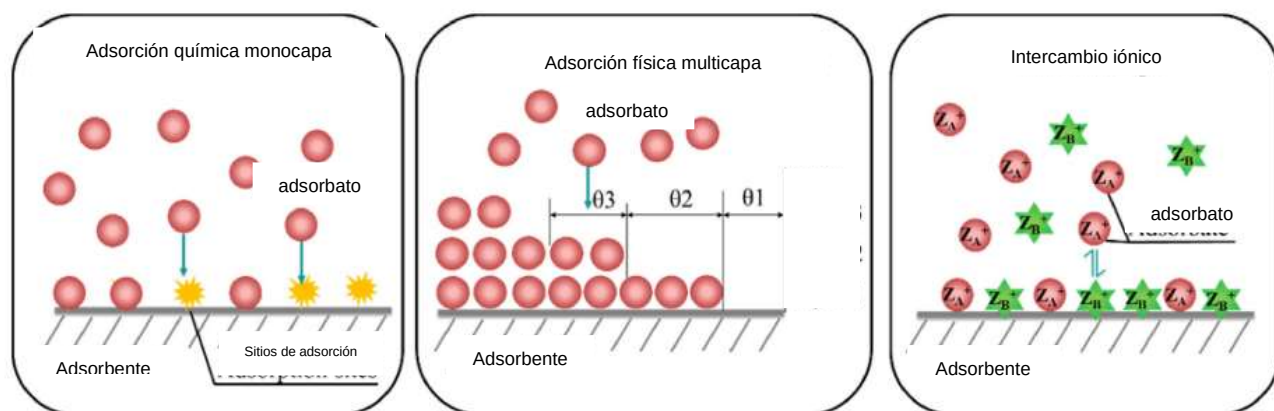


Figura 7. Posible mecanismo de adsorción. Tomada de Wang & Guo, 2020.

El Modelo de Freundlich es usado para representar un fenómeno de adsorción no lineal. En múltiples investigaciones el modelo de Freundlich ha sido usado para describir una adsorción multicapa en superficies heterogéneas. El modelo de ajuste de Langmuir para isotermas es más común que se use en sistemas gas-sólido y pueden representarse de manera lineal o no lineal. Los supuestos básicos de la isoterma de Langmuir son: (1) adsorción monocapa; (2) la distribución de sitios de adsorción es homogéneo; (3) la energía de adsorción es constante; y (4) la interacción entre las moléculas de adsorbato es insignificante (Wang & Guo, 2020).

2.10 Compostabilidad de polímeros sintéticos.

Los materiales a base de PCL y Q son biodegradables, está ampliamente documentado que los materiales por separado son biodegradables, por ejemplo,

Naba y colaboradores en el 2020, encontraron que la PCL se degradó un 80% aproximadamente, en proceso de compostaje controlado. La PCL puede ser biodegradada por microorganismos y hongos, los cuales se encuentran al aire libre, en el suelo (Woodruff & Werner, 2010).

Por otro lado, Altun y colaboradores (2020), investigaron la biodegradabilidad de películas de Q en reactores para un proceso de compostaje controlado y analizaron la diversidad microbiana, el estudio mostró que los grupos taxonómicos dominantes a nivel filo durante la degradación de Q bajo condiciones termófilas controladas fueron Ascomycetos y proteobacterias. Además, los datos de emisión de CO₂ mostraron una tasa de degradación en 30 días para el Q en reactores inoculados con microorganismos capaces de producir quitosanasas y, los espectros FTIR-ATR del Q degradado fueron presentados como evidencia del proceso.

La norma mexicana NMX-AA-180-SCFI-2018, establece los métodos y procedimientos para el tratamiento aerobio de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos y de manejo especial, así como de su información comercial y de sus parámetros de calidad de los productos finales. Aunado a la ley de economía circular de la CDMX (publicada en 2023), la cual menciona que se deben impulsar este modelo de consumo, adoptándolo y generando servicio y producción ambientalmente sostenible y responsable socialmente. Lo cual está relacionado con el presente trabajo, ya que, se rediseña un modelo de “uso y tiro” a un modelo que busca usar un residuo y transformarlo en un producto de valor agregado el cual es reciclable, reusable y una vez cumplida su vida útil se puede desechar en plantas de compostaje.

2.11 Conceptos teóricos generales de la Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA).

La configuración más estable de un átomo, que además es de la menor energía, se define como “estado fundamental” si se aplica energía con una determinada longitud de onda (λ) a un átomo en estado fundamental esta energía será absorbida por el átomo y un electrón será promovido a un orbital de mayor energía, alcanzando el átomo una configuración menos estable (estado excitado). Este proceso es llamado como absorción atómica. Para realizar medidas con esta técnica el analito debe ser transformado en átomos gaseosos aplicando calor. Estos átomos en forma gaseosa adsorben la radiación electromagnética a una longitud de onda que es específica para cada elemento, produciendo una señal que se puede cuantificar por medio de la ley de Lambert-Beer (Beatty & Kerber, 1993).

Proceso de absorción atómica

La determinación de interés en las mediciones de absorción atómica es la cantidad de luz en la longitud de onda resonante que se absorbe cuando la luz pasa a través de la nube de átomos. A medida que aumenta el número de átomos en el camino de la luz, la cantidad de luz absorbida aumenta de forma predecible. Al medir la

cantidad de luz absorbida se puede realizar una determinación cuantitativa de la cantidad de analito presente (Beaty & Kerber, 1993).

2.12 Resistencia mecánica de los materiales.

Las propiedades mecánicas de un polímero implican su comportamiento bajo tensión y son necesarias para saber cómo poder utilizar el polímero.

Las deformaciones elásticas se relacionan con los esfuerzos asociados a través de magnitudes denominadas módulos elásticos. En la región lineal de la curva esfuerzo-deformación para la tracción o la compresión, su pendiente es el coeficiente entre el esfuerzo y la deformación y se denomina módulo de Young del material (Kane & Sternheim, 1989).

Los materiales rígidos, como los metales, tienen un módulo de Young elevado. Los materiales fabricados a base de Q presentan una resistencia a la compresión variable dependiendo de la mezcla con algún otro material este puede verse afectado negativa o positivamente según sea el caso. Lai y colaboradores en 2003 determinaron que en esponjas de Q tiene buena resistencia a la compresión. Por otro lado, Gourdazi y colaboradores en 2022 observaron que al recubrir fibras de lufa (*Luffa aegyptiaca*) a mayor concentración de Q el material se vuelve más denso, llegando a tener una resistencia a la compresión del mismo orden de magnitud que la arena.

Para el presente trabajo es importante saber ¿qué tan rígido es el material?, ¿cuánto puede ser deformado antes de que se rompa?, ya que su propósito final es que sea ocupado para empacar filtros y estos estarán sometidos a caudales de agua constantemente actuando sobre el material fuerzas de compresión.

2.13 Economía circular

El Parlamento Europeo y la PROFECO, 2024, definen economía circular como un modelo de producción y consumo sustentable, el cual implica reutilizar, reparar, renovar y reciclar materiales y productos existentes, todas las veces que sea posible (figura 8). De esta manera se pretende extender el ciclo de vida de los productos. En la práctica, esto se traduce en mantener la generación de residuos al mínimo, tratando de reciclar o darles un segundo propósito, creando así un valor adicional y un modelo sustentable a comparación de su predecesor, el modelo de economía lineal (usar y tirar).

La ley de economía circular de la CDMX (publicada en 2023), establece que se deben de incentivar los modelos de producción circulares en vez de los lineales tanto a nivel cultural como a nivel industrial, este último a través de promover acciones de producción sostenible de rediseño, reducción, reúso, reparación, restauración, remanufactura, readaptación, reciclaje y recuperación, entre otros. También fomentar modelos de negocio sostenibles en los que se minimicen los posibles impactos al ambiente facilitando que la población pueda lograr la satisfacción de sus

necesidades sin que sea indispensable la compra, venta o posesión de un bien y por supuesto fomentar la revalorización de productos y materiales para evitar que se conviertan en residuos, y reducir el consumo de agua, energía y recursos naturales.

Actualmente los residuos del camarón son considerados desecho, se sigue un modelo lineal, es decir, consumo y se tira el desperdicio (colas, cabezas, exoesqueleto), los cuales son ricos en quitina la cual es el precursor para obtener Q, el cual es la principal materia prima de este trabajo, el cual posteriormente se le injertó AC y se rehusó tres veces y una vez cumplida su vida útil se dispuso en una planta de compostaje para su degradación, cuyos componentes ayudan al crecimiento de plantas.



Figura 8. Modelo de economía circular propuesto por el parlamento Europeo.

3. ANTECEDENTES

La porosidad de los materiales es muy importante en procesos de transporte de fluidos, los materiales que presentan poros y tienen un canal de comunicación continuo con la superficie externa (los cuales se pueden observar en la figura 6 como son los c, e, d y f) son activos en procesos de flujo de fluidos (Rouquerol *et al*, 1994), (Rouquerol *et al.*, 2013).

Yeon y col. en el 2002, fabricaron matrices porosas de PCL y Q para hacer un biomaterial de regeneración ósea. En ese trabajo se usó bicarbonato de sodio (NaHCO_3) como agente porogénico produciendo espuma al reaccionar con ácido

láctico liberando CO₂. Concluyeron que el material de Q y PCL podía controlar la tasa de liberación de un potente mediador de regeneración ósea. Afirmaron que debido al tamaño de poro obtenido (entre 100-200 µm) son candidatos atractivos para la ingeniería de tejidos y sustitutos óseos (Yeon *et al*, 2002).

Liu en el 2009, sintetizó una resina porosa a base de Q con grupos bifuncionales injertados para mejorar la capacidad de adsorción de diferentes iones metálicos. La resina que obtuvo tiene un tamaño de poro por debajo de 100 nm y una superficie específica de 90.6 m²/g, llegaron a la conclusión de que la estructura altamente microporosa es beneficiosa como material adsorbente.

3.1 Materiales adsorbentes de iones de metales pesados.

Muchos investigadores han utilizado el Q para diseñar materiales de adsorción de metales pesados debido a la naturaleza química de este polímero. Kurita (1991) y Roberts (1992) centran sus trabajos en los derivados de Q adaptados para la sorción de iones metálicos. En sus trabajos estos autores hablan sobre la modificación química del Q, la cual puede justificarse por dos motivos: (a) evitar la disolución del polímero cuando la sorción de metales se realiza en soluciones ácidas (o cuando la desorción del metal ocurre en medios ácidos), o (b) mejorar las propiedades de sorción de metales (aumento de capacidades de sorción o mejora de la selectividad de sorción) además de hablar de la capacidad quelante del grupo amina en el Q.

Años más tarde, Guibal en el 2004, discute varios ejemplos para demostrar la versatilidad del Q. Esta versatilidad permite que el biopolímero se utilice bajo diferentes presentaciones (desde soluble en agua, hasta forma sólida como geles, fibras) para procesos de sorción y ultrafiltración. El mismo autor nos menciona que el material se puede utilizar para la descontaminación de efluentes, para la recuperación de metales valiosos, pero también para el desarrollo de nuevos materiales o procesos que involucran Q cargado con metal, sin embargo, el Q se pierde en proceso de adsorción debido a que es soluble en soluciones ácidas.

En el año 2010 Yang y col. modificaron aserrín de pino (*Pinus densiflora*) con ácido cítrico y determinaron que el grupo hidroxilo del aserrín (celulosa) reaccionaba con el grupo carboxilo del ácido cítrico por esterificación y se formaron sitios de adsorción para iones metálicos. Los estudios demuestran que los grupos carboxilo del aserrín modificado pueden adsorber Cu (II), Ni (II), Pb (II), Cd (II), Zn (II). Con una máxima adsorción de iones a un pH de 4.5.

La versatilidad del Q fue aprovechada por Velasco y col. quienes en 2020 formulan un compósito a base de Q y PCL (MCP) que no se solubiliza a pH ácido sin pérdida de Q para su uso en un proceso en continuo empacado en columnas que removió con éxito los iones de cobre en soluciones acuosas. Poco después Martínez y col. en el 2022 retoman el compósito de Velasco y col. en el 2020, determinando que

absorbe Zn, Cu, Fe y Al, el compósito mostró un tamaño promedio de los poros de $4,68 \pm 3,27 \mu\text{m}$ y una porosidad superficial de $5,10 \pm 1,12\%$. El material de MCP mostró que el tiempo de equilibrio de adsorción es de 100 min y los isotermas de adsorción mostraron que el Fe se ajustaba al modelo de Langmuir (monocapa) mientras que el Zn y Cu se ajustan a los modelos de Freundlich (multicapa). En ese mismo año, en el laboratorio de biopolímeros del departamento de biotecnología de la UAMI, Delgado y col. en 2022 estudiaron la compostabilidad de Q extruido con PCL enzimático (MCPE) y PCL químico (MCPQ) los cuales tuvieron un alto porcentaje de compostabilidad, 100 y 97.73%, respectivamente. Lo cual según la norma ASTM 6400-04, los denomina una mezcla de polímeros compostable, ya que, se degradó más del 90% en menos de seis meses.

3.2 Germinación y ecotoxicidad.

El monitoreo en la calidad de la composta es de suma importancia desde el punto de vista eco toxicológico, ya que, la calidad está relacionada con su aplicación, como por ejemplo en la agricultura, mantenimiento o creación de áreas verdes, etc. Rodríguez y colaboradores en 2014, emplearon varias técnicas eco toxicológicas que emplean organismos de prueba como lo fueron lechugas de variedad *Lactuca Sativa* para la germinación de las semillas y la prueba de elongación radical los cuales son de los indicadores más simples de biomonitoreo ambiental. Estos indicadores junto con la longitud del brote son parámetros que pueden mostrar cambios en la calidad ambiental, ya que, los resultados de estas pruebas se basan en la sensibilidad de las plantas al ser expuestas en agua, suelo o sedimento contaminado, como lo fue en este caso con agua proveniente del río Chalma y en el cual se encontró que en dos de las tres partes analizadas del río tenían una zona con fitotoxicidad moderada que inhibe los procesos de germinación como de crecimiento de radícula de *Lactuca Sativa* y la otra con fitotoxicidad baja.

La norma NMX-AA-180-SCFI-2018 describe la fitotoxicidad como la presencia de sustancias que influyen negativamente al desarrollo y crecimiento vegetal. Además, clasifica la calidad de la composta, uno de los criterios es la fitotoxicidad, en donde el índice de germinación (IG) de la composta terminada debe de ser mayor o igual al 80%. Asimismo, el IG cuenta con intervalos, los cuales son 80% a 85%, 85% a 90% y mayor al 90%, será denominada composta tipo III, II y I, respectivamente.

4. JUSTIFICACIÓN

México es un país con una gran longitud costera y cuenta con una amplia variedad de recursos marinos y por ende gran variedad de productos pesqueros. Entre ellos se encuentra el camarón, con base a datos obtenidos del anuario estadístico de acuacultura y pesca de la SAGARPA de 2021, se produjeron 249 mil 958 toneladas de este crustáceo. De no ser aprovechados los desechos del camarón para la producción de otros bienes, éstos representan una potencial fuente de

contaminación tanto en altamar como en tierra (Cira *et al.*, 2002). El parlamento europeo o la ley de economía circular de la CDMX, establece que todos los procesos industriales se deben de repensar para aprovechar todos los recursos disponibles al máximo, ya sea, reutilizando, reciclando, reusando, reparando y evitar que se conviertan en residuos y reducir el consumo de agua, energía y recursos naturales.

La liberación de iones de metales pesados al ambiente a partir de procesos industriales, a través de sus aguas residuales, es un problema de contaminación mundial que afecta a todas las formas de vida en la tierra. Presentan una seria amenaza a las plantas, animales e incluso a los humanos debido a su persistencia, bioacumulación, propiedad no biodegradable y su toxicidad incluso a bajas concentraciones.

En este estudio se busca que el adsorbente de QCC con PCL presente las siguientes características: i) una porosidad adecuada, con base a la bibliografía consultada los microporos es el tamaño de poro adecuado para favorecer el proceso de adsorción; ii) que el material tenga una versatilidad química con diferentes grupos funcionales que interactúen con los iones metálicos en intervalos amplios de pH y en mezclas complejas con diferente especiación de iones metálicos; iii) que el material adsorbente tenga varios ciclos de reúso y iv) que sea biodegradable procurando tener un menor impacto ambiental.

La propuesta es sintetizar un derivado funcionalizado del Q y el uso de un agente porogénico para mejorar la porosidad del material.

Se ha reportado un buen desempeño de un material de Q con PCL en la adsorción de Zn, Fe y Cu, dichos metales fueron desorbidos y fue posible su reúso hasta seis ciclos (Martínez *et al.*, 2022).

El hecho de que el material sea diseñado para ser biodegradable es de suma importancia para el ambiente, ya que, una vez cumplida con su vida útil, el material podría disponerse en plantas de compostaje (una vez haya pasado por varios procesos de desorción). Además, la materia prima que se usa para obtener el Q se mantiene más tiempo en ciclos productivos y puede aprovecharse de forma recurrente, procurando con ello generar mucho menos residuos.

5. HIPÓTESIS

El injerto de grupos funcionales en el Q mejorará la adsorción de metales pesados y se podrá extrudir empleando un poliéster termoplástico lo que facilitará la adsorción-desorción, potencial reúso y compostabilidad.

6. OBJETIVOS

Objetivo General:

Desarrollar un material biodegradable no ecotóxico de Q injertado con ácido cítrico (QCC) y mezclado con PCL que sea capaz de adsorber mercurio.

Objetivos específicos:

- Preparar y caracterizar el Q injertado con ácido cítrico (QCC).
- Establecer condiciones de extrusión del compuesto QCC-PCL (QCCP).
- Caracterizar QCCP en cuanto a sus propiedades mecánicas, punto de carga cero, morfología y distribución de Q.
- Evaluar el efecto de pH, dosis de adsorbente, concentración de adsorbato en la adsorción de metales pesados en aguas modelo mediante el uso de QCCP.
- Determinar las condiciones de desorción y los ciclos de reúso del material.
- Determinar la compostabilidad y ecotoxicidad de QCCP.

7. METODOLOGÍA

7.1 Obtención de Q (desacetilación de quitina)

El Q se obtuvo a través de una desacetilación termoquímica de la quitina cruda, la cual a su vez se obtuvo por medio de una fermentación láctica de desechos de camarón (*Litopenaeus vanameii*). La desacetilación se realizó por el método heterogéneo en un reactor de columna, con NaOH al 50% y 110°C durante 3.5 h; el sólido obtenido se lavó con agua corriente hasta la neutralidad y se secó a 35°C durante 24 h. (Corona *et al.*, 2013)

7.2 Caracterización del Q.

7.2.1 Determinación de solubles.

Se disolvió 1.55 g de muestra en 100 mL de una solución de ácido cítrico al 2.88% durante 4 días, con agitación constante a temperatura ambiente. Se determinó por gravimetría la cantidad de solubles en dicha solución (Shrinivas & Stevens, 2005).

7.2.2 Proteína cruda.

Este método determinó el nitrógeno total (ecuación 1), por el método de Kjeldahl, en forma de amonio, de las muestras sin diferenciar si proviene de proteínas o de otra fuente de nitrógeno. En las condiciones en que se realiza la prueba no determina el contenido de nitrógeno en forma de nitratos o nitritos.

$$\text{Nitrógeno total} = \text{Nitrógeno no proteico} + \text{Nitrógeno proteína} \dots (1)$$

$$\text{Proteína residual (\%)} = (\text{Nitrogeno total} - \text{nitrogeno de quitina}) * 6.25 \dots (2)$$

Nota: el número “6.25” es un factor de conversión que se utiliza para calcular el contenido de proteínas en una muestra.

7.2.3 Determinación de humedad.

Este método determinó el peso de agua contenida en la muestra por gravimetría. Se tomaron 2 g de Q, cada muestra se pesó en un crisol previamente a peso constante y después se llevó a una estufa a 100°C durante 24 h, lo cual se realizó por triplicado. Una vez enfriado el crisol en un desecador se pesaron las muestras.

7.3 Determinación del peso molecular mediante viscosidad intrínseca

Se calculó la viscosidad intrínseca (M_v) del Q en una solución de ácido cítrico al 2.88% (p/v) con ayuda de un viscosímetro Ostwald. Los parámetros se determinaron mediante la ecuación (3), las constantes para a y k son correspondientes al disolvente empleado (Shrinivas & Stevens, 2005; Mao et al, 2007).

$$[\eta] = kM^a \dots (3)$$

Donde:

$[\eta]$ = es el peso molecular;

$k = (1.38 \times 10^{-5}) \text{ L/g}$;

$a = 0.85$, constante del disolvente empleado.

7.4 Grado de acetilación y porcentaje de ácido cítrico injertado en el quitosano por ^1H RMN

Las muestras de Q y QCC se disolvieron en una solución de DCl/D₂O al 20% (v/p) mediante agitación magnética durante 12 h, los espectros RMN¹H se realizaron en un espectro Bruker AC a 200Mhz para a 24.85°C El grado de acetilación se calculó de acuerdo con Hirai, y colaboradores (1991) y Pacheco y colaboradores (2008), por la desaparición de la señal del protón metil del residuo de (1-4)-2-acetoamido-2-desoxi-beta-D-glucano con la referencia de los protones H-2 al H-6 de la estructura completa y el porcentaje de injerto de AC en el Q se calculó de acuerdo a Itzel Corona y colaboradores, 2011.

7.5 Preparación Q-co-cítrico (QCC)

Se preparó una solución del Q obtenido previamente al 1.15% (p/v) con agua destilada y AC al 2.88 % (p/v). Dejándolo en agitación durante 4 días. Una vez que la mezcla estuvo bien homogenizada se realizó una reacción de entrecruzamiento, mediante la elevación de la temperatura a 70°C y la adición de NaH₂PO₄ al 0.07 %

(p/v) como catalizador (tabla 1) y se dejó en agitación durante 30 min (Corona *et al*, 2013).

Según Corona y colaboradores, 2013 (tabla 1), usando un 0.07% (p/v) y 2.3% (p/v) de catalizador obtenemos un 20% y 65% de fracción molar de ácido cítrico incorporado al Q. Con base en lo anterior se usaron 3 niveles de catalizador para determinar la mejor combinación, los cuales son 0%, 0.07% y 2.3% de monofosfato de sodio. Al finalizar la reacción de funcionalización nos quedaron 80% y 30% (figura 9), respectivamente de ácido cítrico. Lo cual dejó suficiente AC para la posterior reacción de porogénesis con el bicarbonato de sodio y lo cual pudo generar CO₂. Para determinar cuánto bicarbonato de sodio se requirió para la reacción de porogénesis la estequiometria de la reacción es 3:1 respecto a este ácido para neutralizar la molécula de AC (Chang, 2020).

Tabla 1. Fracción molar de ácido cítrico incorporado al Q a diferentes concentraciones de catalizador (Corona *et al.*, 2013).

Concentración de catalizador NaH_2PO_4 (%)	Citrato fracción molar (%)
0.07	20
2.3	65.1

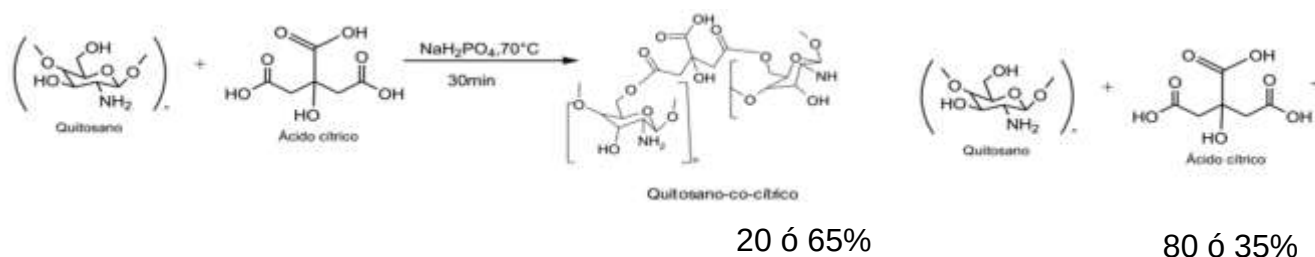


Figura 9. Esquema de reacción para la obtención de QCC usando Q al 1.55% (p/v) con AC al 2.88% (p/v) y una concentración de NaH₂PO₄ al 0.066% (Corona *et al.*, 2013).

7.6 Purificación de QCC con lavados de acetona y etanol con soxhlet.

Los polímeros de QCC con el 0.07% (p/v) y 2.3% (p/v) de catalizador se lavaron durante 7 h con acetona y etanol cada uno, respectivamente, para retirar el exceso de AC de acuerdo con el método descrito por Corona y colaboradores en 2013.

7.7 Fracción molar de ácido cítrico de QCC

Se determinó la cantidad de AC incorporado al Q mediante resonancia magnética nuclear de protón de hidrogeno (^1H RMN) de los materiales obtenidos con las diferentes proporciones de catalizador y purificados por el método de purificación por acetona y etanol. El manejo de las muestras para el análisis de ^1H RMN se llevó a cabo como se describe en el proceso de obtención de grado de acetilación.

La fracción molar incorporada de AC al Q se calculó con la siguiente ecuación 4 (Corona et al., 2013):

$$(\%)FM = \frac{\frac{1}{4} \text{área integrada de los protones del OH del ácido cítrico}}{\frac{1}{6} \sum_{i=2}^6 \text{área integrada de los protones } H_i \text{ del quitosano} + \frac{1}{4} \text{área integrada del OH del ácido cítrico}} \times 100 \dots$$

(4)

7.8 Proceso de extrusión de la matriz de QCC con PCL en presencia del agente porogénico.

El QCC se mezcló con PCL de origen químico con un peso molecular 60 kDa de ZIBO JIASHITAI CHEMICAL TECHNOLOGY CO., LIMETED, en una relación 2:1, respectivamente, junto con NaHCO_3 en tres niveles 0%, 0.05% y 1.3% (p/p) en baño maría a 70°C hasta que la homogeneización de los materiales junto con una solución buffer de acetatos 1 ml/g de QCC (0.2M de ácido acético y de acetato de sodio 0.2% p/v) para poder integrar bien los componentes.

El proceso de los materiales extrudidos se hizo en un extrusor modelo “LE-075 lab-scale” con un rotor a una temperatura de 70°C y la cabeza del rotor a una temperatura de 75°C para obtener pellets cilíndricos de 2 mm de diámetro y 6 mm de largo, se dejó reposar 5 min y posteriormente se sometieron a un proceso de neutralización con NaOH 0.1N en agua desionizada y se dejaron secar a temperatura ambiente por 15 min. La última etapa del experimento fue un proceso de secado a una temperatura de 45°C por 12 h.

7.9 Neutralización del compuesto.

Se pesaron 3 g del compuesto base seca y se neutralizaron con 7 lavados de 30 min con NaOH 0.1 N con un volumen de 16 mL cada uno, comenzando en pH 13 hasta un pH de 6 o hasta alcanzar la neutralidad, en el caso del lavado 7, se guardó el agua de lavado junto con el precipitado. Se determinó mediante gravimetría, el Q que se disolvió durante el proceso de neutralización. El agua de lavado (pH 7) fue centrifugada a 10,000 rpm por 5 min. El pellet fue secado y analizado por espectrofotometría de FTIR.

7.10 Caracterización del material extruido de QCC y PCL (QCCP).

7.10.1 Caracterización de los lavados

Los lavados que se obtuvieron del punto 7.10, se centrifugaron a 10,000 rpm por 5 min a 4°C obteniéndose un pellet del precipitado y se decantó. El agua de lavado se tituló para conocer la cantidad de AC y el pellet que se formó de cada lavado se pesó y se caracterizó por FTIR.

7.10.2 Porosidad.

El tamaño de poro se determinó a través de las secciones transversales del polímero obtenido en la extrusión por microscopía electrónica de barrido, SEM, y microscopia de energía dispersiva, EDS, los resultados obtenidos se analizaron con el programa ImageJ para determinar el tamaño promedio de poro.

7.10.3 Propiedades mecánicas:

Acondicionamiento del material

Se prepararon botones de 8 cm de diámetro hecho con el material QCCP (anexo 7), aproximadamente del tamaño de una caja de Petri. Posteriormente se acondicionaron conforme a lo establecido en el ASTM D618-00 (ASTM D618, 2003), la cual requirió que el material estuviera a una humedad relativa de 50 ± 5 % y una temperatura de 23 ± 2 °C. Con la ayuda de una solución de $Mg(NO_3)_2$, manteniendo el material en ese estado hasta su análisis.

Las pruebas mecánicas fueron evaluadas por fuerza de fractura a la punción, para ello se utilizó una máquina SINTECH 1/S (MTS, USA), con una celda de carga de 100 Newtons. Se sometió el material QCC1P2 a una fuerza de compresión por medio de una superficie punzante la cual era dirigida perpendicularmente hacia el material con una velocidad de 60 mm/min. Al mismo tiempo se iba registrando por medio de una computadora la fuerza que se genera hasta llegar a 2 cm de longitud. Las determinaciones se realizaron a temperatura ambiente y se analizaron dos muestras.

7.10.4 Caracterización química FTIR.

Los grupos funcionales de los materiales se analizaron por espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) (se analizó el compósito hecho con 0.07% y 2.3% de catalizador, compósito QCCP compostado y plásticos desconocidos encontrados en la composta) en un equipo Spectrum 100 (Perkin Elmer, Boston, MA, EE. UU.) se molieron de dos a tres pellets del compósito muy finamente, se dejó secar durante 24 a 48 h, posteriormente, en una estufa de vacío a 55°C por 4 h, se analizaron las muestras por escaneo desde 4000 cm^{-1} a 650 cm^{-1} .

7.10.5 Capacidad de hinchamiento del compuesto (S%) y erosión del material (E%)

La capacidad de hinchamiento (S%) y el porcentaje de erosión (E%) del compuesto se determinó por triplicado colocando 10 mL de agua desionizada en cada frasco ajustando el pH a 6 (batch). Los compósitos se secaron con un papel filtro Whatman para eliminar el agua superficial y se pesaron cada hora durante 6 h, y hasta un total de 24 h (M_s). Todas las mediciones se realizaron por triplicado. La ecuación (5) se utilizó para calcular la cantidad de agua retenida en los compósitos.

$$S\% = \frac{M_s - M_0}{M_0} \times 100 \dots (5)$$

Donde:

S%: es el porcentaje de hinchamiento en un tiempo t;

M_s : es el peso de la muestra húmeda en un tiempo t y;

M_0 : es el peso de la muestra seca.

y se pesaron a las 24 h para determinar la pérdida de masa usando la ecuación (6):

$$E\% = \frac{M_0 - M_E}{M_0} \times 100 \dots (6)$$

Donde:

M_0 : Es la masa en base seca del compuesto antes de entrar en contacto con el agua desionizada.

M_E : Es la masa en base seca después de estar en contacto con el agua desionizada.

7.11 Experimentos de adsorción (batch)

La adsorción de mercurio se llevó a cabo utilizando una solución sintética de cloruro de Mercurio ($HgCl_2$) 20 ppm, la concentración fue establecida gracias a trabajos previos analizando aguas contaminadas de un canal de aguas negras, la cual contuvo una concentración de iones de Hg por encima de los límites permisibles (0.02 ppm de Hg), según la norma oficial Mexicana NOM-001 SEMARNAT, 2021, que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación.

Asimismo, la solución de zinc (Zn de 420 ppm hecha a partir de una sal de sulfato de Zinc) se usó para comparar el compuesto de quitosano con policaprolactona mezclados en relación dos a uno (MCP) con la QCCP, ya que se ha visto (Martínez

et al, 2022) que la MCP tiene una muy buena adsorción de este ion metálico. La capacidad de adsorción (q_t) fue determinada empleando la ecuación 7.

$$q_t = \frac{(C_0 - C) * v}{m} \dots (7)$$

Donde:

C_0 : es la concentración inicial de iones de metales pesados;

C : es la concentración remanente en el efluente;

v : es el volumen de la muestra (L);

m : es la masa del compósito o del Q o QCC en el adsorbente

7.12 Cinéticas de adsorción.

El experimento se realizó con una solución sintética de Hg, ajustada a pH 6, a 25 °C usando cloruro de mercurio $HgCl_2$ con concentración de 16 ppm.

Dichas soluciones se realizaron en batch con el compósito y la determinación de los iones de metales pesados se realizó por espectroscopia de adsorción atómica como lo estipula la norma mexicana (nmx-aa-051-scfi-2016). La variable respuesta fue la capacidad de adsorción (q_t) (ecuación 7)

Los parámetros cinéticos de adsorción se estimaron ajustando los datos experimentales de q_t al modelo de pseudo primer orden (ecuación 8), el modelo de pseudo segundo orden (ecuación 9) y el modelo Elovich (ecuación 10) (Wang & Guo, 2020).

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \dots (8)$$

Donde:

- k_1 es la constante de velocidad de pseudo primer orden (min^{-1}),
- q_e es la capacidad de adsorción al equilibrio ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$),
- q_t cantidad adsorbida de adsorbato en el tiempo t ,
- t tiempo de adsorción.

$$q_t = \frac{q_e^2 k_2 t}{1 + q_e k_2 t} \dots (9)$$

Donde:

- q_e es la capacidad de adsorción en el equilibrio en el tiempo t ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$),
- k_2 es la constante de velocidad de adsorción ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$),
- t es el tiempo en minutos de adsorción.

$$q_t = \frac{1}{b} \ln(1 + abt) \dots (10)$$

Donde:

- a es la constante de adsorción inicial del modelo de Elovich;
- b es la constante de la tasa de desorción del modelo de Elovich;
- t es el tiempo en minutos de adsorción.

7.13 Efecto del pH en la adsorción de iones metálicos.

Una vez determinado el tiempo al equilibrio se evaluó el efecto del pH. Se ajustaron las aguas modelo a diferentes pH's de 3, 4, 5 y 6 con solución de NaOH de 0.1 N disuelto en agua desionizada, la variable respuesta fue la eficiencia de adsorción (ε_{ads}):

$$\varepsilon_{ads}(\%) = \left(\frac{C_{ads}}{C_0} \times 100 \right) \dots (11)$$

Donde:

C_{ads} es la concentración de metales pesados retenidos (ppm)

C_0 es la concentración de metales al inicio (ppm)

La determinación de la concentración de los metales pesados se hizo mediante espectroscopia de adsorción atómica (NMX-aa-051-scfi-2016), en un sistema en batch.

7.14 Isotermas de adsorción

Los isotermas de adsorción se hicieron variando la concentración de los iones de mercurio en la solución, es decir, partiendo de una concentración en la solución de 20 ppm de Hg y una dosis de material de 10g/L hasta llegar a una solución de 500 ppm de Hg, manteniendo la dosis de material constante en batch por 4 h, ajustado el agua a pH 6 a temperatura ambiente. También, se evaluó la dosis de adsorbente manteniendo la concentración de la solución de Hg en 20 ppm y una dosis de material adsorbente de 10 g/L pero variando el volumen de la solución, es decir, se evaluó el efecto de la dosis de adsorbente y posteriormente se ajustaron los datos experimentales obtenidos a los modelos de Freundlich (Ec.12), Langmuir modelo no lineal (Ec. 13) para ambos casos.

$$q_e = k_F C_e^{\frac{1}{n}} \dots (12)$$

Donde:

- k_F tiene unidades de $(L^{\frac{1}{n}} * mg^{\frac{1-1}{n}}) / g$
- n es una constante del modelo de Freundlich, el modelo será lineal si $n=1$

$$q_e = \frac{q_{max}k_L C_e}{(1 + k_L C_e)} \dots (13)$$

Donde:

- $k_L (L/mg)$ es la relación entre la tasa de adsorción y la tasa de desorción
- $q_{max} (mg/g)$ es la máxima capacidad de adsorción estimada por el modelo de Langmuir.

7.15 Desorción del compuesto contaminado.

Se utilizó una solución de EDTA (15g/L) con NaOH 0.5 N para llevar a cabo la desorción de Hg en el mismo compuesto que llevó a cabo un proceso de adsorción.

Para ver el efecto de la desorción variando las diferentes capacidades de adsorción (q_t) determinadas en los compósitos (0.75, 1.53, 2.78 y 5.28 mg/g, respectivamente) se sometieron los compósitos a un proceso de desorción en batch por 6 h y la variable de respuesta fue la eficiencia de desorción (fórmula 14). Mientras que para los ciclos de desorción se fijó un tiempo de 6 h con compósitos que tenían una q_t de alrededor de 1 mg/g para determinar cuántas veces se puede reusar el material.

Los compósitos desorbidos se lavaron con agua desionizada y se secaron a 45°C durante 24 h. Para los ciclos de adsorción-desorción primero se neutralizó el compuesto antes de cada experimento de adsorción.

$$\varepsilon_{des} = \left(\frac{C_{des}}{C_{ads}} \right) \times 100 \dots (14)$$

donde C_{ads} es la concentración de metales pesados retenidos en el compuesto en equilibrio y C_{des} es la concentración de metales pesados en las soluciones de desorción (Martínez, *et al.*, 2022).

7.16 Estudios de compostabilidad

- Los estudios de compostabilidad se llevaron a cabo en la planta de producción de composta, laboratorio y vivero del Instituto Politécnico nacional, Unidad Zacatenco, “Dr. Héctor Uriel Mayagoitia Domínguez”.
- El experimento constó de un mes de experimentación en donde en una pila composta de 10 m² de longitud se inocularon costales (tela Tul) con la misma composta y los pellets del material QCCP, en promedio se inocularon 2 g de material por cada costal (anexo 8.1).
- Durante ese mes de experimentación se extrajeron costales con el material QCCP sin tratar (S/T) y los tratados con la solución de Hg (C/T) en un batch de 120 min de 20 ppm de Hg, ajustando previamente la solución a pH 6, la capacidad de adsorción con la que se inoculó este material en la composta fue de 1.3045 mg/g $\pm$ 0.0400. Los pellets que se encontraron en los costales

fueron pesados y por gravimetría se determinó la pérdida de peso, el cambio de color por colorimetría y se realizaron espectros FTIR para analizar los grupos funcionales.

- Se usaron semillas de lechuga para siembra, variedad “italiana verde” (*Lactuca sativa*) (Itsco Agro, SAPI de C.V.), para evaluar el índice de germinación comparando los tratamientos (S/T) y (C/T) con un blanco de composta durante 5 días y el crecimiento, inicialmente en cajas de Petri con los diferentes tratamientos, para lo cual se esterilizó el material y la tierra extraída (tamizada finamente) de los dos pozos donde se inoculaban los pellets al final del proceso de compostaje de un mes (fase termófila) se excavó donde estaban los costales y una vez encontrados se volvió a excavar 15 cm más para poder utilizar la composta de ese sitio como se ve en el anexo 8, para el blanco de composta se usó composta proveniente de la misma pila pero lo más alejada posible de los pozos donde se inoculaban. Se hicieron 3 repeticiones por tratamiento para obtener el índice de germinación (IG) y 20 repeticiones por tratamiento para las plantas germinadas en los semilleros.
- Se determinaron los siguientes datos con las lechugas germinadas en las cajas de Petri con las siguientes fórmulas (Rodríguez *et al.*, 2014)

Germinación Relativa de Semillas (GRS)

$$GRS (\%) = \frac{\text{Número de semillas germinadas}}{\text{Número de semillas germinadas en blanco de composta}} \times 100 \dots (18)$$

Crecimiento relativo de radícula (CRR)

$$CRR = \frac{\text{Longitud promedio de la radícula en muestra problema}}{\text{Longitud promedio de la radícula en blanco de composta}} \times 100 \dots (19)$$

Índice de germinación (IG)

- $IG = \frac{GRS \times CRR}{100} \dots (20)$

Se calculó el índice de porcentaje residual germinado normalizado (IGN) y de elongación residual normalizado (IER) ecuaciones 21 y 22, respectivamente.

$$IGN = \frac{Germ_x - Germ_{testigo}}{Germ_{testigo}} \dots (21)$$

$$IER = \frac{Elong_x - Elong_{testigo}}{Elong_{testigo}} \dots (22)$$

Finalmente se realizaron unas pruebas de ecotoxicidad con la composta recuperada midiendo el tallo de las plantas tomando como referencia la figura 10, de la base de la planta al último tallo durante 5 semanas.

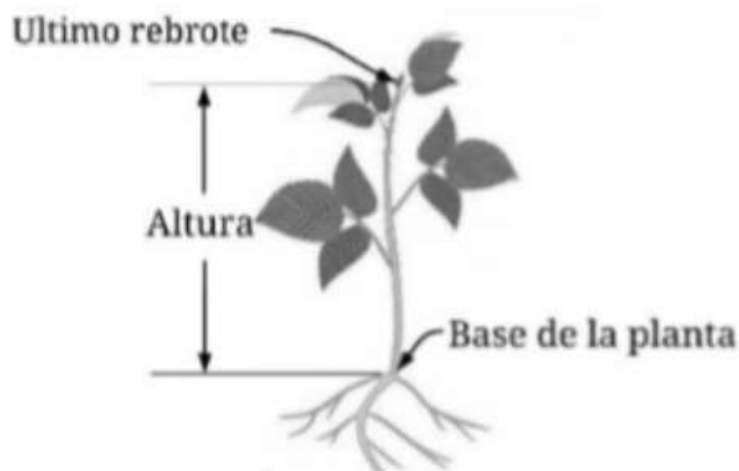


Figura 10. Referencias consideradas para la medición del tallo (Valencia-García *et al.*, 2022).

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

8.1 Caracterización de quitosano.

En la tabla 2 se muestra los resultados de proteína cruda obtenida el cual es de 0.3 % (p/v). Si lo comparamos con otros trabajos como el de Cocolletzi *et al.* (2009), con un método químico de obtención de quitina y posteriormente Q, se obtuvo un porcentaje de proteína residual de 1.63% (p/v). Pero con el método descrito por Cira *et al.* (2002) se muestra que el tratamiento que se realizó a los desechos de camarón en ese trabajo posee una alta remoción de proteínas y minerales. La solubilidad del Q en Ac fue de 99.13% Q y se obtuvo un PM de 117.47 g/mol. Para que sea considerado Q, el grado de acetilación tiene que ser menor al 50%. En este caso al tener un grado de acetilación de 14.13 % pudo disolverse con gran facilidad en el AC. La solubilidad del Q es atribuida a la presencia de grupos funcionales amina en la estructura (Leffler & Müller, 2000), los cuales son protonados en medio ácido, pH 3, y al haber una concentración del más del doble de AC contribuyó a su gran solubilidad.

Tabla 2. Caracterización del Q.

Proteína cruda (%)	0.3±0.04
Humedad (%)	95.16±0.5
Peso Molecular (kDa)	117.47±0.008
Grado de acetilación (%)	14.13±0.39
Solubilidad (%)	99.13 ± 0.32

8.2 Análisis de espectrofotometría de ATR FTIR de Q y QCC.

En el espectro de FTIR del Q (figura 11) podemos observar las bandas características a 3291 cm^{-1} que es característico del movimiento de estiramiento del grupo amino, 1650 cm^{-1} que corresponde a la vibración por el estiramiento del grupo carbonilo ($\text{C}=\text{O}-\text{NH}-\text{R}$) de la unidad acetilada de la molécula de Q y el enlace amida, 1582 cm^{-1} que corresponde a la vibración debida a la flexión del enlace ($-\text{NH}_2$) de la unidad desacetilada de la molécula de Q. Con el polímero funcionalizado QCC presenta cuatro bandas nuevas (figura 12), tres de ellas (946 , 1212 y 2979 cm^{-1}) correspondientes a las vibraciones de flexión C-O-H, vibración de tensión de C-O y O-H, respectivamente. La banda de 1979 cm^{-1} y 1929 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de alcohol ($-\text{OH}$), carboxilo ($\text{C}=\text{O}$), amida primaria ($\text{N}-\text{H}$) y alcanos ($\text{C}-\text{H}$) (Corona *et al.*, 2013). La banda que se forma a 1717 cm^{-1} corresponde a la formación del enlace éster que se forma entre el AC y el Q (Alonso *et al.*, 2009). La banda en la figura 13 aparece a los 1700 cm^{-1} y en el espectro de QCC se recorre a 1717 cm^{-1} lo cual indica que hay una confirmación del enlace éster del injerto con el ácido, ya que el número de onda se ve modificado.

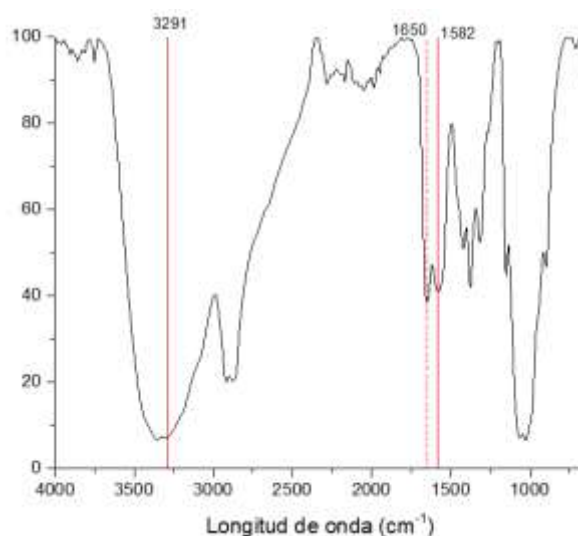


Figura 11. Espectro infrarrojo de Q obtenido por ATR-FTIR

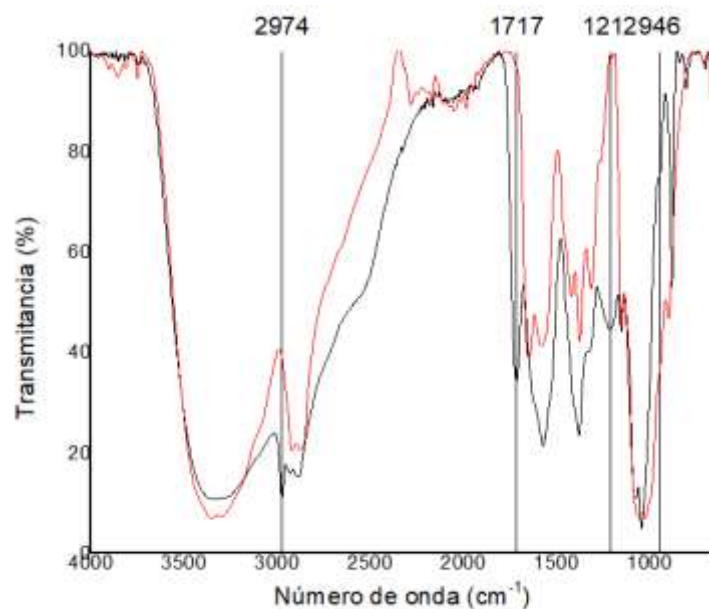


Figura 12. Espectro de infrarrojo de QCC con 0.07% p/v (negro) de catalizador NaH_2PO_4 y Q (rojo) obtenidos por ATR-FTIR.

En la figura 13, el análisis de las bandas del AC, podemos encontrar las frecuencias correspondientes a ácidos carboxílicos, como 3497 cm^{-1} que corresponde a un movimiento de estiramiento de enlaces O-H, 1700 cm^{-1} asociados a los movimientos de estiramiento del grupo carbonilo C=O, y movimientos de estiramiento de tipo C-O a los 1300 cm^{-1} . También podemos observar que a 1746 cm^{-1} hay un movimiento de estiramiento de tipo R-C(=O)-OH y a 1391 cm^{-1} correspondiente a un movimiento de torsión de grupos OH.

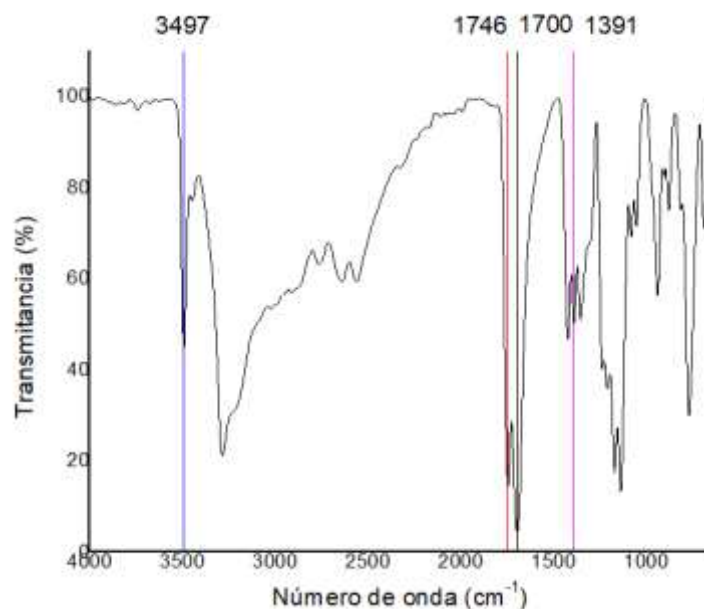


Figura 13. Espectro infrarrojo de AC obtenido mediante ATR-FTIR.

8.3 Resonancia magnética nuclear de protón

Se realizó un análisis ^1H RMH del Q (figura 14) el cual tiene un 15.1% de acetilación (Pacheco, 2007), los picos característicos del espectro de resonancia magnética nuclear de protón de Q en su forma de clorhidrato a 200MHz son:

Massif A: unidades acetiladas de protón H_2 y de los protones H_3 y H_6 entre 4 y 3.5 ppm.

Massif B: unidades desacetiladas del protón H_2 de 3.3 y 3 ppm

CH_3 grupo acetilado del biopolímero a los 2 ppm.

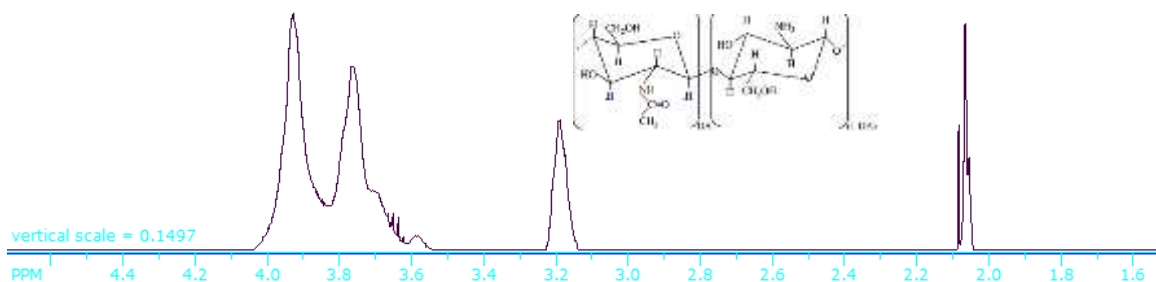


Figura 14. Espectro RMN ^1H de Q utilizado.

En el espectro ^1H RMN se observa la alteración del Massif A debido al enlace éster formando, así como los dobletes del AC en el Massif B (Figura 15). Confirmando el enlace éster que se está formando entre el Q y el AC que se mostró como evidencia en el espectro de infrarrojo (figura 13). De acuerdo con Rodríguez *et al.*, (2010) se sabe que el AC presenta dos picos característicos en el espectro a 3.01 ppm y 2.84 ppm siendo ambos dobletes, los cuales pertenecen a los metilenos de la molécula del AC injertado en Q. Teniendo un porcentaje de incorporación del AC del 75% en el Q. El espectro obtenido se muestra en la figura 15 (anexos 9).

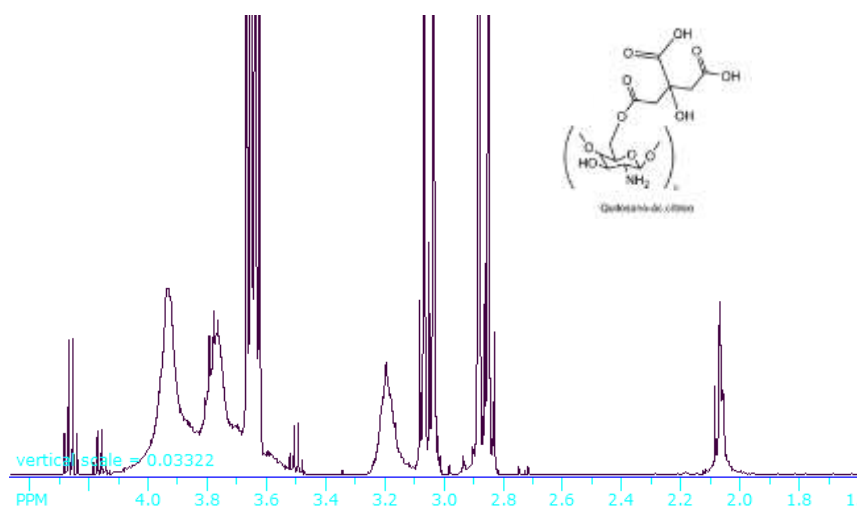


Figura 15. Espectro RMN ^1H de la película purificada de Q-co-cítrico con 0.07% p/v de catalizador.

8.4 Extrusión de QCC y PCL

En la Tabla 3 se presentan las formulaciones de los compósitos, con dos niveles de catalizador (0.066% p/v y 2.3% p/v) y dos niveles de PCL (1:1 y 2:1). Los materiales resultantes formaron filamentos largos los cuales fueron cortados en pequeños pellets para después continuar con el proceso de adsorción (anexos).

QCC1P1B1 y QCC1P2B1 fueron obtenidos a partir de la mezcla con bicarbonato de sodio en polvo (0.05% p/p). Los materiales con formulación QCC2P1B2 y QCC2P2B2 se prepararon con bicarbonato de sodio (1.3%) aumentando el pH a 8.35, lo que provocó la insolubilidad de la mezcla de reacción de Q en el extrusor por lo cual no se pudieron peletizar dichos materiales.

Tabla 3. Descripción de compósitos elaborados.

Compósito	Descripción.
QCC1P1	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 1:1.
QCC1P2	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 2:1.
QCC2P1	Q que reaccionó con 2.3% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 1:1
QCC2P2	Q que reaccionó con 2.3% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 2:1
QCC1P1B1	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 1:1 y 0.05% de $NaHCO_3$
QCC1P2B1	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 2:1 y 0.05% de $NaHCO_3$
QCC1P1B2	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 1:1 y 1.3% de $NaHCO_3$
QCC1P2B2	Q que reaccionó con 0.07% de catalizador de NaH_2PO_4 y mezclado con PCL en relación 2:1 y 1.3% de $NaHCO_3$

8.5 Neutralización de materiales.

QCCP al elaborarse con exceso de AC y después mezclarse con la PCL tuvo un pH de 3, por lo que previo a la adsorción de metales se neutralizó (pH 7). Durante este proceso se disolvió el Q que no reaccionó y que cuando el pH alcanzó el pl (6.8 a 7.4) (Velasco-Rodríguez *et al.*, 2012) se precipitó tanto Q como el citrato (Anexos 10.1), lo que representó una pérdida de masa 44% de Q del medio de reacción. La relación de quitosano residual que quedó en el polímero se determinó mediante gravimetría y titulación de los lavados obtenidos en el proceso de neutralización, por lo tanto, haciendo las operaciones necesarias, la relación final del compósito de QCC:PCL fue de 1.12:1, respectivamente (anexos 10.2).

La tinción con blanco de calcoflúor (BC) en las secciones transversales y longitudinales (figura 16), determinó la distribución de QCC y PCL en el material extruido y neutralizado. La tinción BC se une a los enlaces glicosídicos β -1,4 del Q, al incidir un haz de luz fluorescente se mostró luminiscencia (la flecha blanca en la tabla 3 marca un ejemplo de los dominios fluorescentes). Dichas imágenes nos permiten ver que hay una buena distribución del QCC en la PCL.

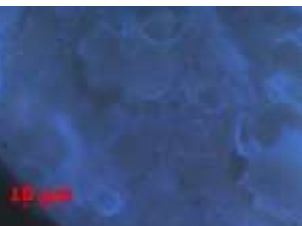
Relación QCC:PCL				Catalizador (%)
1:1		2.1		
Longitudinal	Transversal	Longitudinal	Transversal	
				0.07
				2.3

Figura 16. Tinción con blanco de calcoflúor (BC) sobre las diferentes formulaciones (QCCQP1, QCC1P2, QCC2P1, QCC2P2).

8.6 Pruebas de Hinchamiento y Erosión.

En la figura 17 se puede observar que el material que duplica el doble de su tamaño en peso de agua en 1 h es el de QCC1P2B1, mientras que el compuesto de MCP (Q con PCL 2:1) en el mismo tiempo apenas ha logrado adsorber un 50% en peso de agua, lo mismo pasa con el compuesto QCC1P2 y cuyo peso se mantiene prácticamente constante durante las 24 h restantes.

En la figura 18, se determinó que todos los materiales presentan un bajo porcentaje de erosión durante las 24 h de experimentación.

Comparando lo anterior con compósitos con Q y PCL en relación 2:1 (MCP) (Martínez *et al.*, 2022) menciona que el material no se erosiona significativamente, a menos que el pH sea menor a 4, que es donde se puede empezar a solubilizar el Q del compuesto.

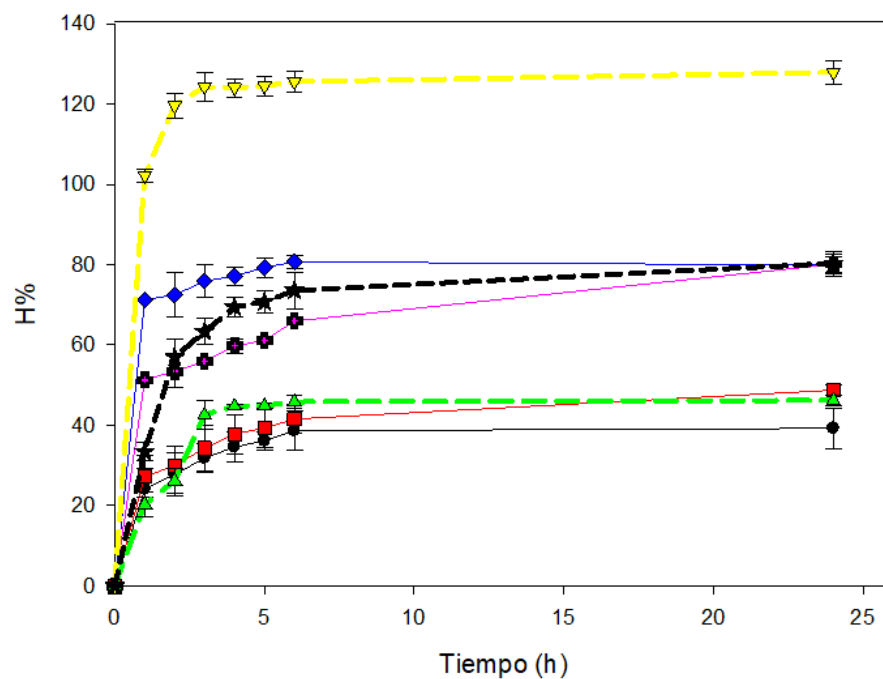


Figura 17. Porcentaje de hinchamiento de los materiales: QCC1P1(●) QCC1P2(■) QCC2P1(◆) QCC2P2(□), QCC1P1B1(▲) QCC1P1B2(▼) MCP (estrella).

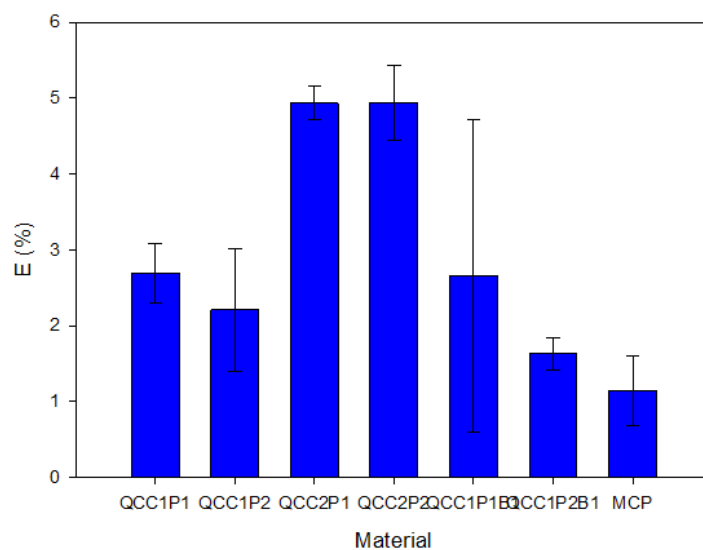


Figura 18. Porcentaje de erosión de los materiales después de 24 h hinchamiento en agua desionizada ajustada a pH 6.

8.7 Pruebas de Adsorción de Hg y Zn con todos los materiales.

Como puede observarse en la figura 19, una comparación de Tukey con un nivel de significancia del 5%, no mostraron diferencia significativa entre sí los tratamientos excepto los compósitos QCC1P1 y QCC1P2 siendo este último el que tiene mayor capacidad de adsorción de Zn. Por otro lado, el material QCC1P2 demostró ser estadísticamente diferente la mejor combinación para la adsorción de Zn, su q_t promedio es de 11.60 ± 0.0967 (mg/g compuesto) comparándolo con la q_t de la MCP que es de 2.64 ± 0.5374 (mg/g compuesto). Respecto a la capacidad de adsorción de Hg (figura 20), tenemos que las formulaciones QCC1P1 y QCC1P2 QCC2P1, QCC2P2 y MCP son estadísticamente iguales de acuerdo con una prueba de comparación de medias de Tukey con un nivel de significancia del 5%. En cambio, las formulaciones que contienen bicarbonato de sodio mostraron una menor capacidad de adsorción que el material de QCC1P2 ó MCP.

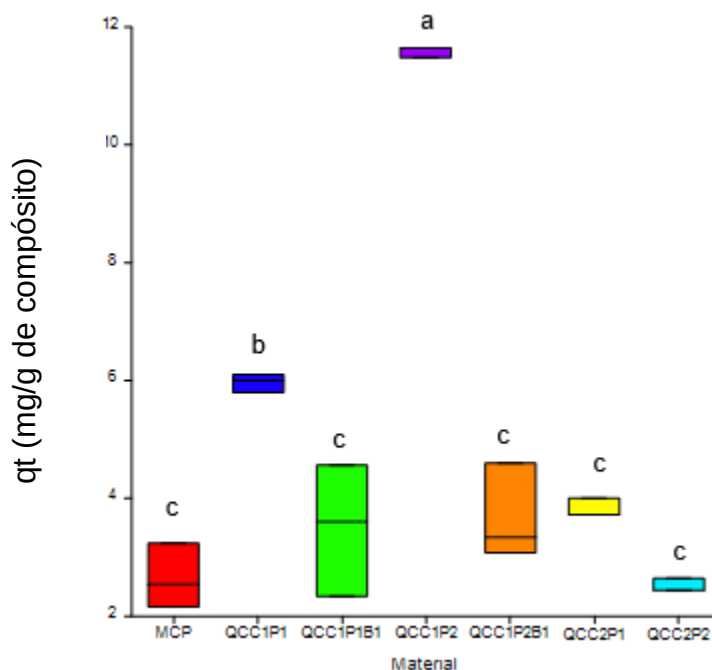


Figura 19. Capacidad de adsorción (q_t) de Zn (440 ppm) en batch con 10 g/L de material QCCP y MCP por 120 min a pH 6 y temperatura ambiente. Letras diferentes indican diferencia significativa mediante prueba de comparación múltiple de medias de Tukey ($\alpha \leq 0.05$).

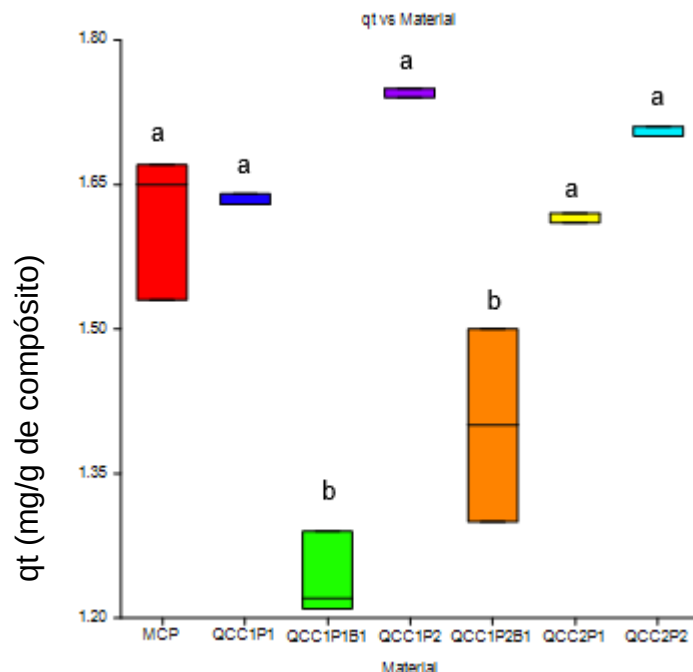


Figura 20. Capacidad de adsorción (q_t) de Hg (20 ppm) en batch con 10 g/L de material QCCP y MCP por 120 min a pH 6 y temperatura ambiente. Letras diferentes indican diferencia significativa mediante prueba de comparación múltiple de medias de Tukey ($\alpha \leq 0.05$).

Los diagramas de distribución de especies (Anexos 2.7 y 2.8) nos muestran que para pH 6 las especies que pudieran formarse tanto de Zn como de Hg son solubles a ese pH, con lo cual podemos interpretar de que hay una disminución en la concentración de metales al final del experimento debido a la adsorción del compuesto y no por precipitación de las especies en forma de cristal. Se puede observar que el Hg existe principalmente en forma HgCl_2 y conforme el pH de la solución aumenta, la solubilidad del Hg disminuye. El HNO_3 es el que vuelve soluble la sal de mercurio desde pH 6 o menor.

Con base en lo anterior se determinó que el mejor material con el cual se siguió trabajando es el QCC1P2 (QCCP). Principalmente porque es el que mejor respondió a las pruebas de adsorción en batch, como podemos ver en las figuras 19 y 20. Si bien es un material que no retuvo mucha agua (figura 17), en comparación con los materiales QCC1P1B1 o QCC1P2B1 que se hincharon alrededor de un 80% a 100% en una hora, es un material que tiene una mayor capacidad de adsorción de iones metálicos, inclusive comparándolo con el material de MCP. Cabe mencionar que QCC1P2 es un material que se erosionó muy poco (alrededor del 2%) en la prueba de hinchamiento durante 24 h.

8.8 Caracterización del compuesto seleccionado

Análisis de grupos funcionales por FTIR del material QCCP.

En la figura 21, el espectro de QCCP (negro) nos muestran las bandas que corresponden a los movimientos de enlaces presentes en ambos materiales (QCC y PCL). Algunas de las bandas que se conservaron del Q son las del grupo amino (1569 y 3300 cm^{-1}). Como podemos observar estas bandas no sufrieron ninguna modificación debido a alguna reacción con el catalizador y por lo tanto están disponibles para llevar a cabo alguna interacción con los iones de Hg. Algunas de las bandas características de la PCL como las que aparecen a 731 , 1170 y 1724 cm^{-1} , representan el movimiento de “rocking” muy característico de la PCL, el movimiento de tensión C-O-C y el movimiento de tensión del grupo carbonilo, respectivamente. La flecha que señala al recuadro rojo en la figura 19 apunta hacia el enlace éster que se forma entre el carbono 6 del Q y el carbono 1 del AC, banda que aparece a los 1724 cm^{-1} (Pavia et al., 2015).

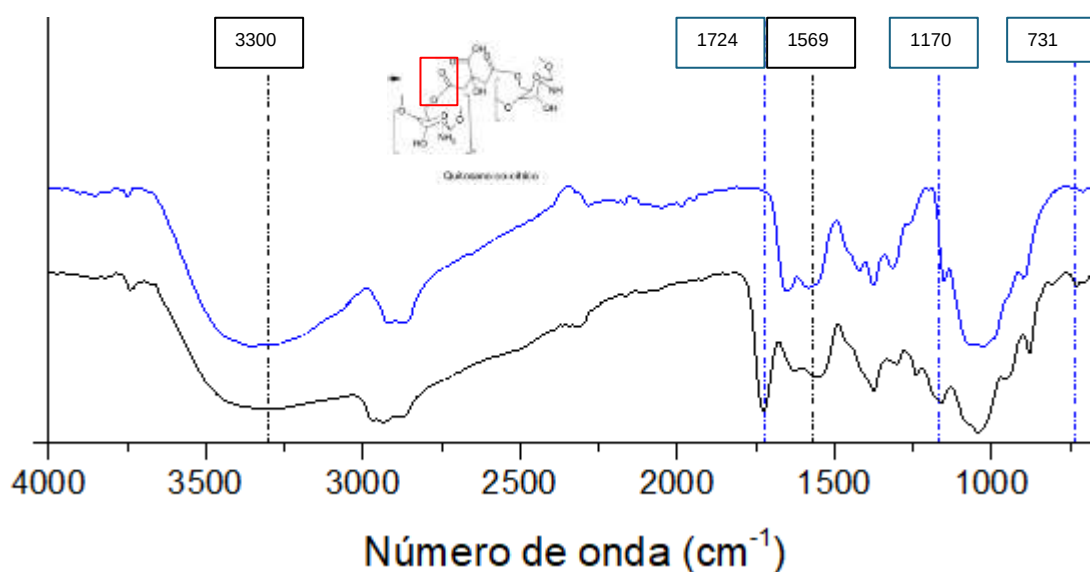


Figura 21. Espectro FTIR correspondiente al espectro del compuesto QCCP (banda negra) y el espectro de Q (banda azul).

8.9 Propiedades mecánicas

El experimento de propiedades mecánicas es de importancia para el presente trabajo, ya que, se planea que el compósito sea empacado en un filtro, ya sea para la industria o el hogar, el paso constante de agua en el filtro va a estar siendo sometido a fuerzas de compresión sobre el compósito. Por eso es por lo que se realizó el experimento de punción (Anexo 7). Se manejó a una velocidad de 60 mm/min. Como puede observarse en la figura 22, el compósito se va deformando conforme se le aplica más esfuerzo en la compresión hasta que llega cierto punto donde se quiebra el material. Para determinar el módulo de Young y por lo tanto cuantificar la resistencia del material se tomó en cuenta solo la parte lineal de resistencia a la compresión de las figuras Esfuerzo-Deformación (círculo rojo) para determinar la pendiente. Como resultado se tiene que el módulo de Young es de $E = 1194.6 \text{ kPa}$ ó $1.19 \times 10^6 \text{ N/m}^2$.

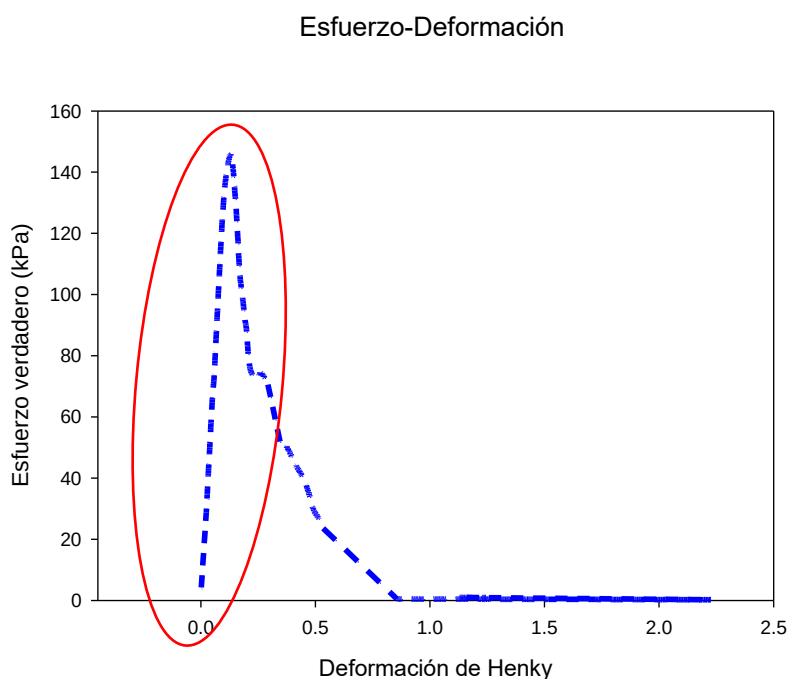


Figura 22. Esfuerzo vs deformación del material QCCP sujeto a fuerzas de punción.

Como puede observarse en la tabla 4, tenemos que el material QCCP tiene una resistencia mayor que las esponjas hechas a base de Q, pero es parecida a la arena suave y en comparación con otros materiales que se usan actualmente para empacar filtros (como arena, grava, zeolita, carbón activado) para tratar el agua tienen varios órdenes de magnitud más, de resistencia a la compresión, que el compósito QCCP.

Tabla 4. Materiales hechos a base de Q.

Material	Fuerza (N/m ²)	Bibliografía
QCCP	1.19x10 ⁶ N/m ²	Este Trabajo
Esponja (<i>fibras de Luffa</i>) recubierta de Q	1.5 X10 ⁷	(Goudarzi et al., 2022)
Arena	5x10 ⁶ - 8x10 ⁷	Structx.com
Grava	3x10 ⁷ - 3.2x10 ⁸	Structx.com
Zeolita	2.6x10 ⁸	(Shi et al., 2021)
Fibras de carbón activado	5.4x10 ⁹ 2.3x10 ¹¹	(Li & Zhang, 2017)

8.10 Tamaño de poro

En la figura 23 podemos observar los poros del compuesto QCCP, el análisis de partículas en el programa “ImageJ” (Anexos 5) determina un tamaño de poro de $121.28 \pm 23.26 \mu\text{m}$. Comparando este resultado con el material de Martínez y colaboradores en 2022, el tamaño de poro es de $4.68 \pm 3.27 \mu\text{m}$. Por lo que, los poros del compuesto QCCP son mucho más grandes. De acuerdo con este tamaño de poro, el material de este trabajo es macroporoso.

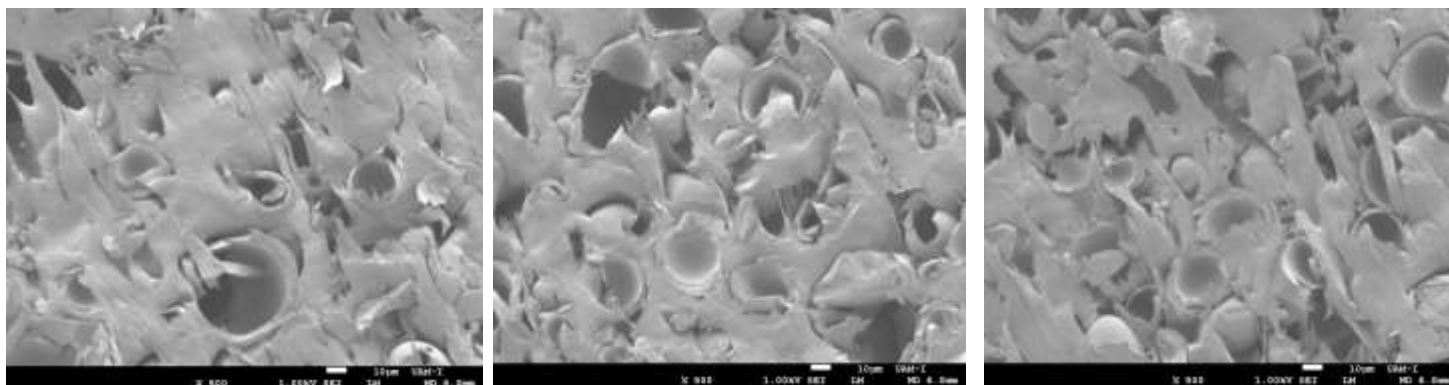


Figura 23. Micrográficas SEM, corte de sección transversal del compuesto QCCP con un aumento de 500x.

8.11 Efecto del pH en la adsorción de Hg con QCCP.

Se evaluó el efecto del pH (figura 24), una prueba Tukey-Kramer con una significancia del 5% y se observó que se logra significativamente una mayor adsorción a pH 6 a diferencia de pH 5 y 4 los cuales no mostraron diferencia significativa, mientras que a pH 3 apenas se logra apenas adsorber el 30% del metal, siendo diferente en todas las pruebas.

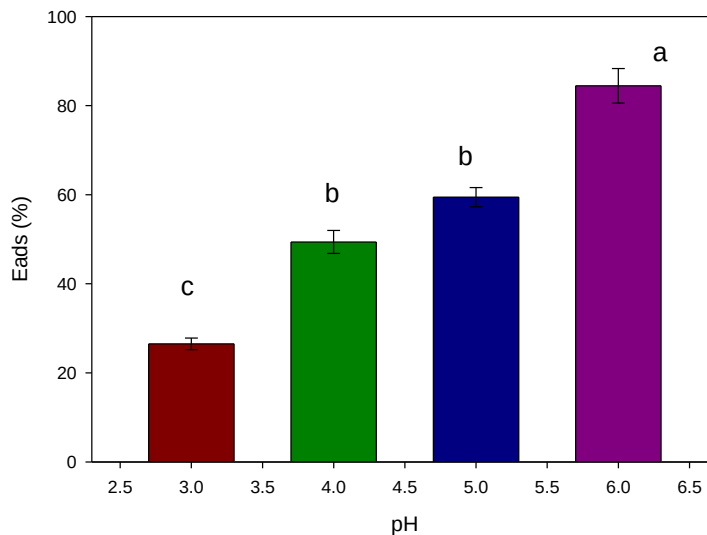


Figura 24. Efecto del pH en la eficiencia de adsorción de Hg a 16 ppm.

8.12 Cinética de adsorción.

Como podemos observar (figuras 25 y 26) el modelo PSO y PFO se ajustan a los datos experimentales, con un buen ajuste de R^2 . De acuerdo con Wang & Guo, 2020, ambos modelos se derivan del modelo cinético de Langmuir bajo ciertas condiciones. Para el modelo PFO, la primera condición es que el valor de la concentración inicial es alto, la segunda es que el estado de adsorción se encuentra en la etapa inicial, haciendo referencia a que, en los primeros minutos, cuando el tiempo (t) se acerca a cero el modelo PSO se aproximaba mucho a PFO y la tercera es que el material adsorbente tiene pocos sitios activos. Mientras que, el modelo PSO puede representar tres condiciones. La primera es que el valor de la concentración de iones de Hg inicial es bajo ($C_0 \downarrow$). La segunda es que es un modelo que representa mejor la adsorción, ya que, sugiere que se logró llegar al final del proceso de adsorción. El tercero representa que el material adsorbente es abundante en sitios activos. Tomando en cuenta lo anterior, vemos que efectivamente los modelos de PFO y PSO se parecen mucho en los primeros minutos, el modelo PSO se ajusta ligeramente mejor en el caso del compuesto QCCP y se llegó al equilibrio en aproximadamente a las 3 h, el cual fue determinado por un análisis de Tukey con un nivel de significancia del 5% como se muestra anexos (A2.4). Por lo que se sugiere que el material QCCP es un material con abundantes sitios activos que podría adsorber una concentración más alta de iones metálicos de Hg. Lo cual podría ser muy importante, ya que las aguas reales podrían tener una concentración de iones de Hg más alta o un volumen mucho mayor.

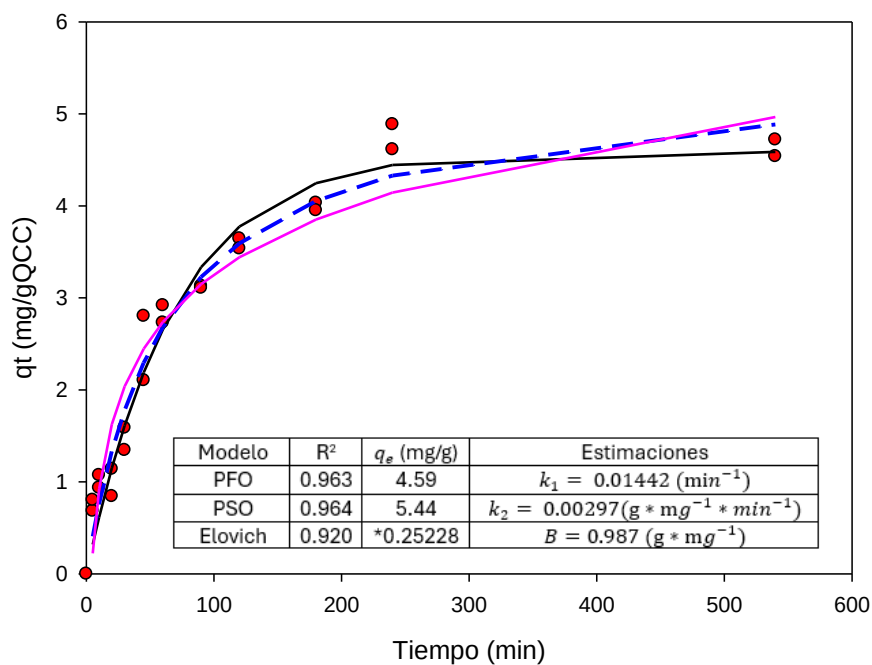


Figura 25. Ajuste a modelo PFO (negro), PSO (Azul punteada), Elovich (rosa) y capacidad al equilibrio (puntos rojos) de los datos de adsorción con QCCP. * Constante de la tasa de adsorción inicial del modelo Elovich.

En la figura 26 se alcanza el equilibrio en el proceso de adsorción a las 4 h (Anexo 2.6). La q_{max} fue menor en comparación con el compuesto de QCCP. Lo cual indica que QCCP pese a tener menor cantidad de Q adsorbió significativamente más Hg que el material no funcionalizado con ácido cítrico (MCP), además de que tardó menos en llegar al equilibrio y la capacidad máxima de adsorción es mayor.

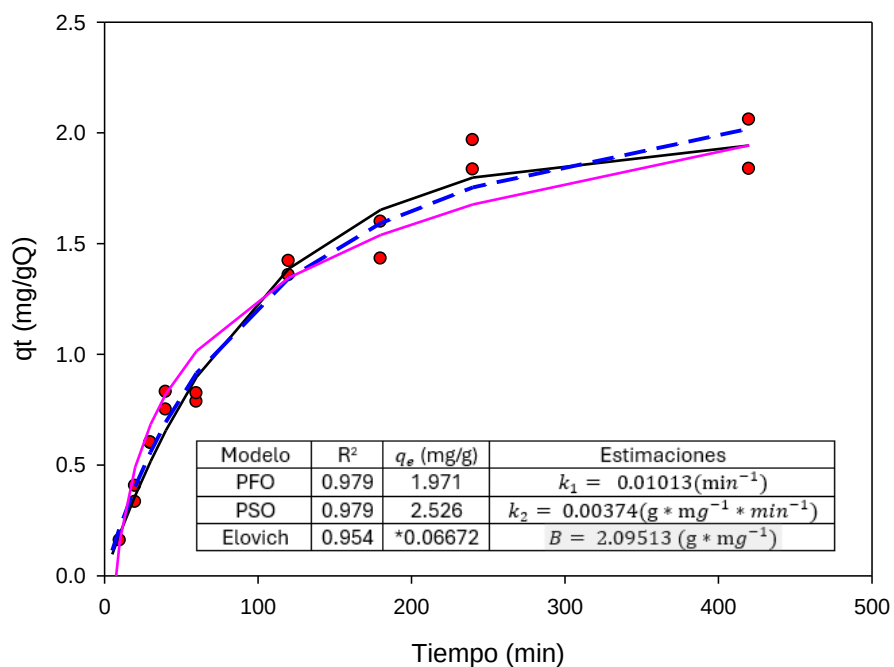


Figura 26. Ajuste a modelo PFO (negro), PSO (Azul punteada), Elovich (rosa) y capacidad al equilibrio (puntos rojos) de los datos de adsorción con MCP. * Constante de la tasa de adsorción inicial del modelo Elovich.

8.13 Isotermas de adsorción

Como se puede observar en la figura 27, a mayor concentración de Hg menor es la eficiencia de adsorción y el modelo que mejor se ajusta (figura 28) a los datos obtenidos es la isoterma de Langmuir para el compuesto QCCP, lo cual es indicativo de que el enlace que se está llevando a cabo un proceso de quimisorción entre el Hg y el compuesto QCCP, ya que, es el modelo que mejor se ajusta y su intervalo del modelo para la q_{max} 24.88 (mg/gQCC) con un 95% de confianza, el límite inferior es de 22.64 (mg/gQCC) y el superior es de 27.11 (mg/gQCC) con un error de 1.016 (Anexo 4.4)

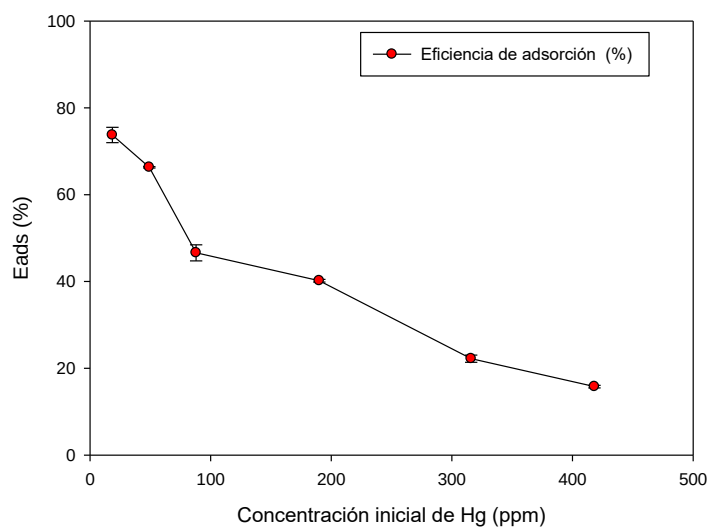


Figura 27. Eficiencia de adsorción con QCCP según las diferentes concentraciones de Hg.

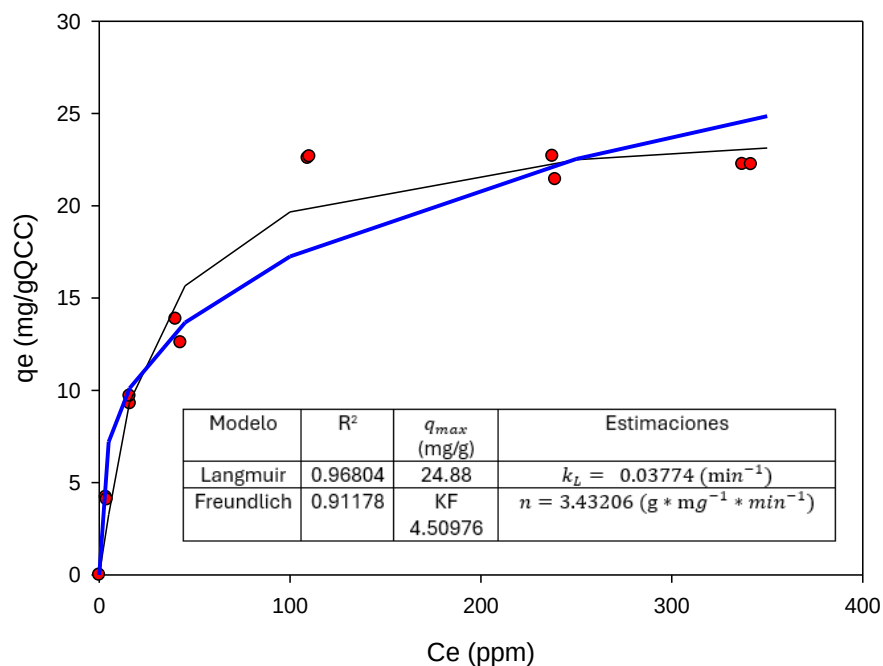


Figura 28. Ajustes a los modelos de Langmuir (negro), Freundlich (azul) para el compuesto QCCP y capacidad de adsorción al equilibrio de Hg (puntos rojos).

Comparando los resultados obtenidos del compuesto QCCP con el compuesto MCP, el material antes mencionado presenta un ajuste a una isoterma diferente (figura 29), basándose en el hecho de que el modelo de Langmuir sobrestima la q_{max} para el modelo y comparándolo con el compuesto trabajado por Martínez y colaboradores

en 2022 (MCP), el cual un compuesto de las mismas características, elaborado con Q y PCL en relación 2:1, tiene buenos ajustes a las isothermas de Freundlich para la adsorción de Cu^{2+} y Zn^{2+} , por lo cual indica que el material MCP en el mecanismo de adsorción de Hg se lleva a cabo por multicapa, es decir, fisisorción. Lo cual parece indicar que la modificación hecha al Q con AC fomenta que la adsorción se lleve a cabo por quimisorción. Desbrières and Guibal (2017) nos hablan de que los grupos hidroxilo contribuyen esencialmente a estabilizar la unión de metales a los grupos amino, grupos presentes en el Q. Lo cual ayuda a comprender cómo es que la capacidad al equilibrio se ve afectada pero los iones de Hg que logra retener son fuertemente retenidos en el material QCCP.

Analizando los intervalos de confianza del compuesto QCCP tenemos que para la q_{max} con un 95% de confianza, los límites están entre 22 y 27 (mg/gQCC) y si lo comparamos con la figura 28 vemos que la capacidad máxima de adsorción de Hg para MCP ronda ese intervalo, como el modelo de Langmuir para MCP lo sobrestima no podemos determinar los intervalos de confianza, sin embargo, sí podemos decir que el compuesto QCCP teniendo menos Q en su formulación estadísticamente tiene las mismas capacidades de adsorción que MCP.

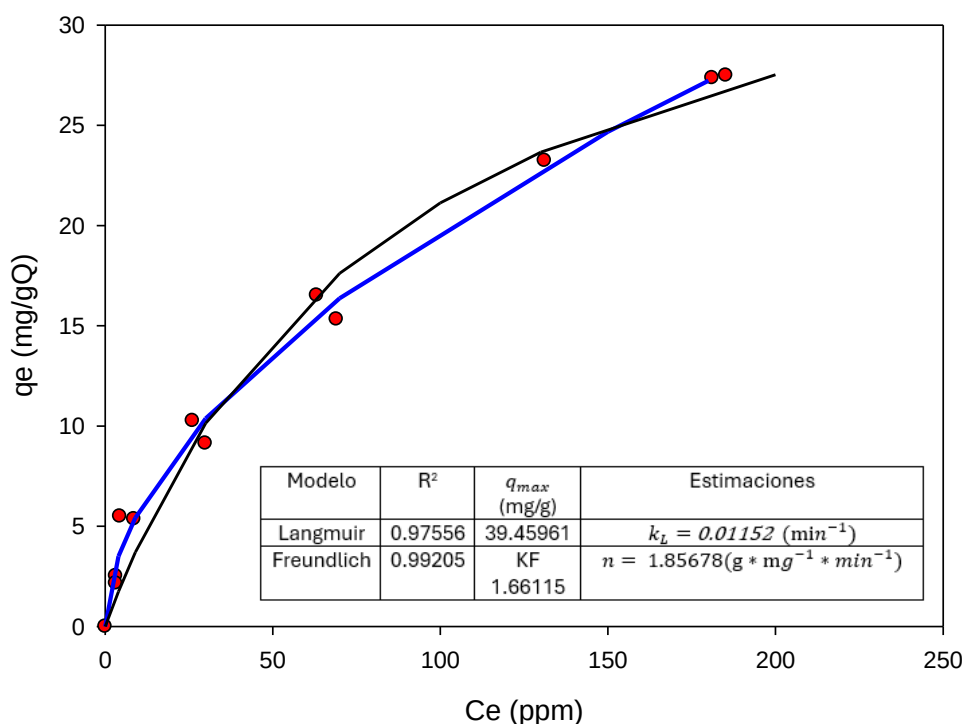


Figura 29. Ajustes a los modelos de Langmuir, Freundlich para MCP y capacidad de adsorción al equilibrio de Hg (puntos rojos).

8.14 Efecto de la dosis de adsorbente en la adsorción de Hg.

En la figura 30 se puede observar que, al disminuir la dosis de adsorbente, aumenta la capacidad de adsorción, eso se debe a que al ser una pequeña cantidad de compuesto diluido en una gran cantidad de solución de Hg 20 ppm se aumenta la probabilidad de que algún sitio activo interactúe con algún ion de Hg. Wu y colaboradores en el 2018, trabajaron con un adsorbente variando la dosis de adsorbente con 3 especies de iones metálicos diferentes (Pb, Zn y Ba), encontrando comportamientos similares, es decir, a menor concentración de dosis es mayor la capacidad al equilibrio. Por otro lado, tenemos que la mejor eficiencia de adsorción (figura 31) es aquella con la dosis más concentrada, es decir, la de 10 g/L.

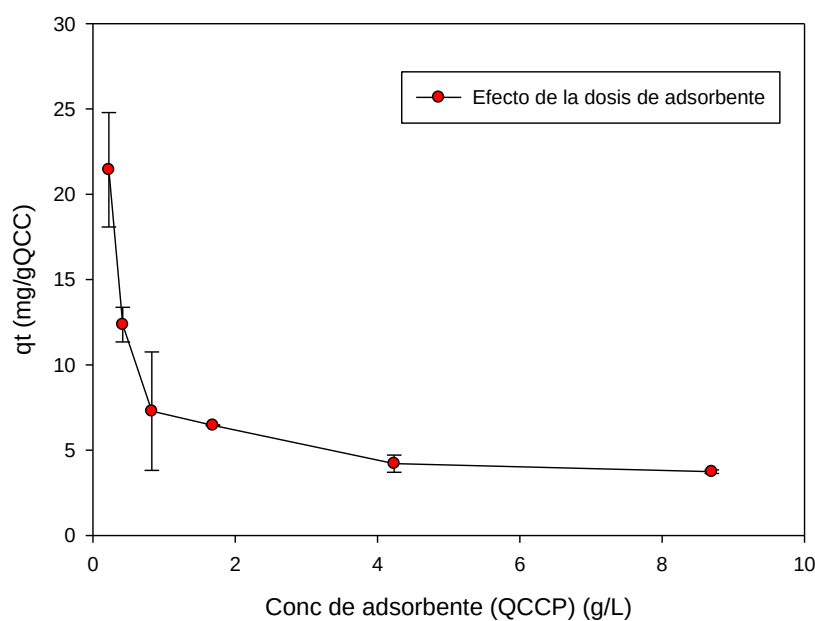


Figura 30. Efecto de la dosis de adsorbente.

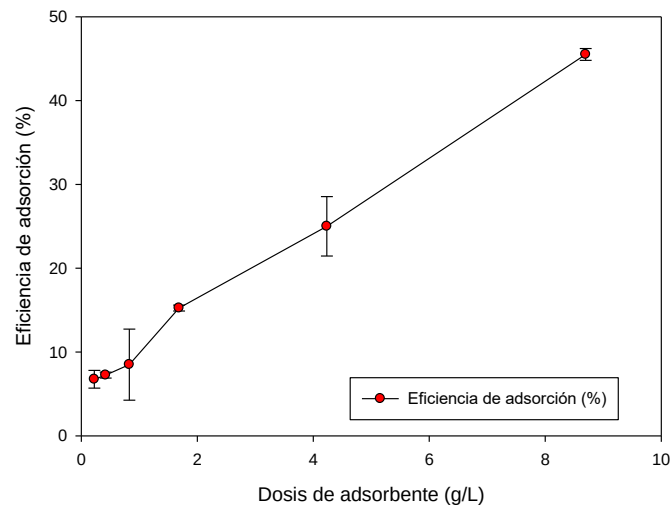


Figura 31. Eficiencia de adsorción del biopolímero QCCP.

El modelo que mejor se ajusta a los resultados es el de Langmuir (figura 32), eso quiere decir que se está llevando a cabo un proceso de quimisorción en monocapa y como la máxima capacidad al equilibrio es de 3.18 y su intervalo para $q_{\max}$ con 95% de confianza es de 2.88 mg/g – 3.54 (mg/gQCC) con un error de 0.01440. Lo anterior confirma que la mejor dosis es la de 10 g/L, ya que, al ir diluyendo la dosis adsorbente el compuesto llega a saturarse de Hg por lo cual va disminuyendo la eficiencia de adsorción.

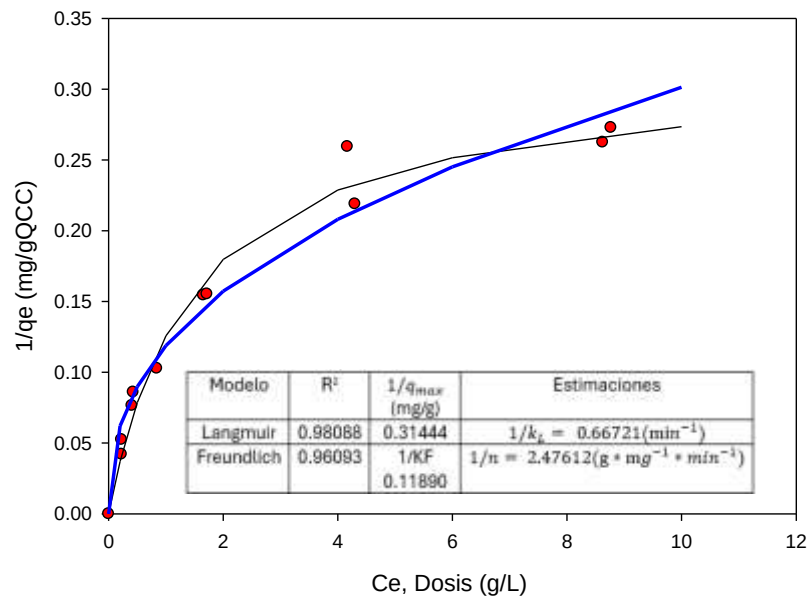


Figura 32. Isotherma de Freundlich (azul), Langmuir (negro) para el efecto de dosis de adsorbente y Dosis de adsorbente (puntos rojos).

8.15 Mecanismo de adsorción de Hg en el compuesto QCCP.

Se obtuvieron espectros de infrarrojo del compuesto QCCP sin contaminar y contaminado con soluciones de Hg a 20, 500 y 1000 ppm, como se puede observar en la figura 33, para dilucidar el mecanismo de adsorción en el compuesto.

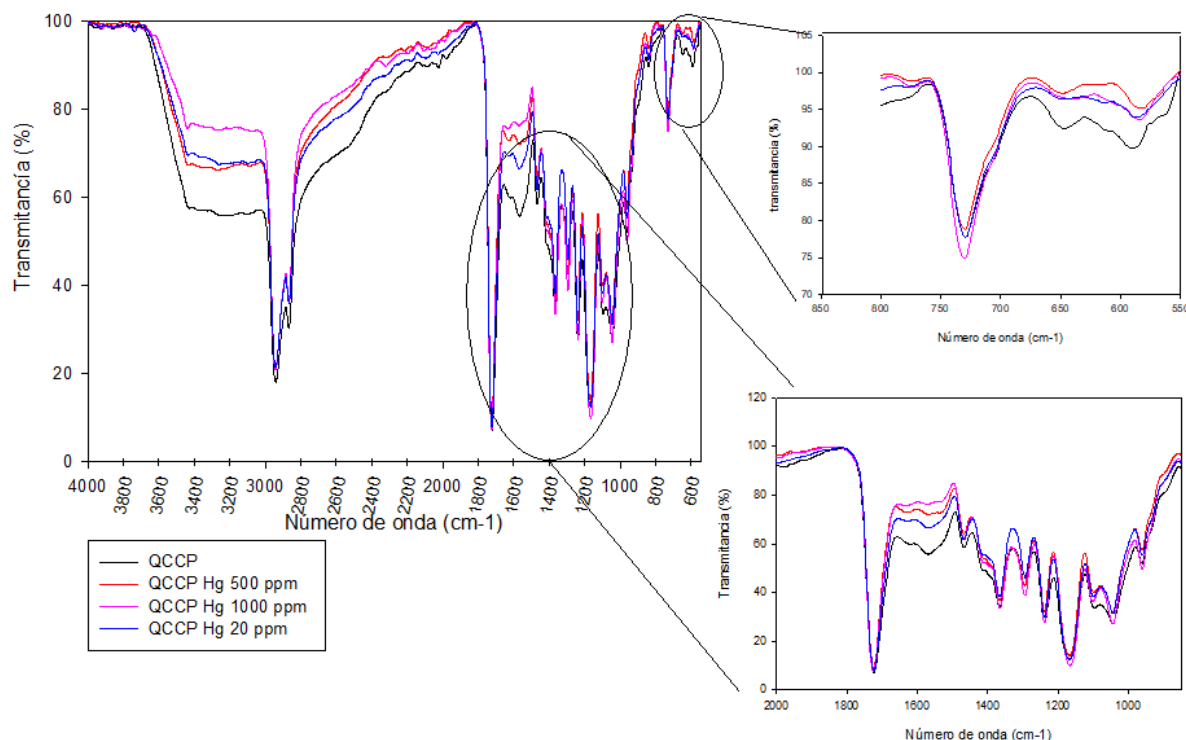


Figura 33. Espectros de infrarrojos del compuesto QCCP vs el compuesto adsorbido con diferentes concentraciones de Hg en solución.

De acuerdo con la tabla 5, se compararon los grupos funcionales encontrados en el compuesto sin contaminar y contaminado con una solución de Hg de 1000 ppm. Los resultados señalaron que hay una disminución en las bandas en la zona de los grupos O-H y N-H (3430 y 3244 cm^{-1}), respectivamente. Además, las bandas confirmatorias del grupo amino, relacionadas a movimientos de doblamiento (1535 cm^{-1}) se ven reducidas en su intensidad y la banda correspondiente a los movimientos de estiramiento N-C (592 cm^{-1}) se recorren hacia la izquierda $\sim 8\text{ cm}^{-1}$ lo cual indica que el corrimiento de la banda se debe a que ese grupo funcional requiere de más energía para ser excitado, esto puede deberse al afecto del Hg sobre el N. Tursi y colaboradores en 2022 estudiaron el efecto de adsorción de Hg sobre un polímero de celulosa funcionalizado con AC y observaron que la banda del grupo funcional C=O relacionada con movimientos de estiramiento se recorre hacia la derecha una vez tiene adsorbido el Hg. En el presente trabajo no hay corrimiento hacia la izquierda, sin embargo, si hay una disminución en el ancho de la banda, esto se debe a que se traslapan las señales de la PCL y los carbonilos del QCC, ya que la PCL tiene un grupo carbonilo que aparece en la región de 1700 cm^{-1} , lo cual

difícil observar el efecto del Hg sobre ese grupo funcional. Pero si que se logra ver una disminución de intensidad en las bandas confirmatorias para el AC, como 1416 cm^{-1} movimientos de estiramiento asimétrico $-\text{COO}-$, 1473 cm^{-1} O-H movimientos de torsión O-H y 1102 cm^{-1} movimientos de estiramiento C-O. También hay un pico que no aparece en el compuesto sin contaminar con Hg y si que aparece contaminado a 1000 ppm. Dicho pico aparece a los 773 cm^{-1} y según Batt y colaboradores (2018) está relacionado a los movimientos de estiramiento del enlace N-Hg²⁺. Tomando en cuenta lo anterior se propone el mecanismo de adsorción de Hg en la figura 34. En donde los carbonilos y los grupos amino de las cadenas del polímero forman un papel importante a la hora de interactuar con el Hg²⁺.

Tabla 5. FTIR análisis QCCP vs contaminado con Hg 1000 ppm.

Número de onda			Grupos funcionales	Bibliografía
QCCP	QCCP-Hg			
3430	↓ $T(\%)$	3438	-O-H estiramiento	(Bhatt <i>et al.</i> , 2018)
3244	↓ $T(\%)$	3281	N-H estiramiento amida	(Bhatt <i>et al.</i> , 2018)
2941	2941	2941	C-H, N-H estiramiento	(Bhatt <i>et al.</i> , 2018)
1723	→ $T(\%)$ ←		C=O estiramiento	(Tursi <i>et al.</i> , 2022)
1629	↓ $T(\%)$		C=O, N-H estiramiento amida y amino	(Duarte <i>et al.</i> , 2002)
1535	↓ $T(\%)$		NH (II) doblamiento amina	(Duarte <i>et al.</i> , 2002)
1416	↓ $T(\%)$	1416	-COO- estiramiento simétrico de AC	(López A. <i>et al.</i> , 2018)
1473	↓ $T(\%)$	1473	O-H torsión de AC	(Corona <i>et al.</i> , 2011)
1095	↓ $T(\%)$	1102	C-O estiramiento de AC	(Bhatt <i>et al.</i> , 2018)
896	-----		N-H “out of plane” doblamiento	(Pavia <i>et al.</i> , 2015).
-----	↑ $T(\%)$	773	--N----Hg ²⁺ enlace	(Bhatt <i>et al.</i> , 2018)
647	→↓ $T(\%)$	641	C-C del AC	(Corona <i>et al.</i> , 2011)
592	↓ → $T(\%)$	584	N-C estiramiento	(Mekahlia & Bouzid, 2009)

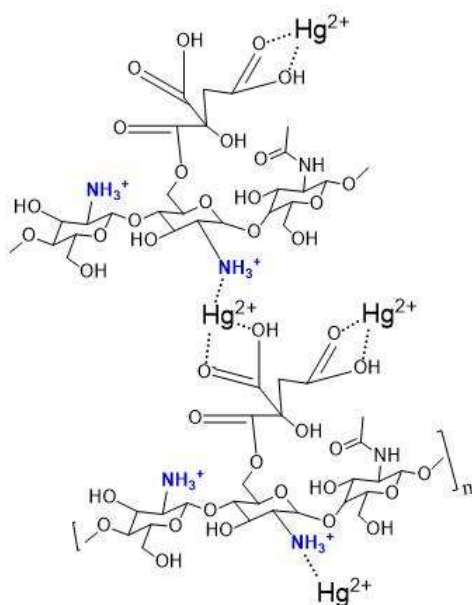


Figura 34. Estructura propuesta para el complejo de adsorción de Hg en el compósito QCCP

8.16 Desorción del material QCCP.

En la figura 35 se puede observar que, a mayor concentración adsorbida de Hg en el material, menor es la eficiencia de desorción. Las concentraciones adsorbidas para hacer los experimentos de ciclos de adsorción-desorción no pasaban de las 20 ppm de Hg en el compósito. Por lo que eso puede explicar porque hay buenas eficiencias de desorción en cada ciclo, ya que, cada vez que el material va adsorbiendo menos Hg por cada gramo de material QCCP (figura 35). La eficiencia de adsorción en un primer ciclo fue de 82.33 ± 3.96 , en un segundo ciclo fue de 47.16 ± 1.60 y en un tercer ciclo fue de 22.37 ± 4.04 . Lo anterior demuestra que el material va perdiendo capacidad de adsorción con cada ciclo, pero como la concentración adsorbida no es muy alta en el material se puede desorber casi en su totalidad en cada ciclo (figuras 36 y 37). Con cada ciclo el material QCCP pierde peso debido a la erosión (figura 38). En un primer ciclo pierde 11.05 ± 1.19 %, en un segundo ciclo pierde 2.73 ± 0.62 % y en un tercer ciclo pierde 2.09 ± 0.16 %.

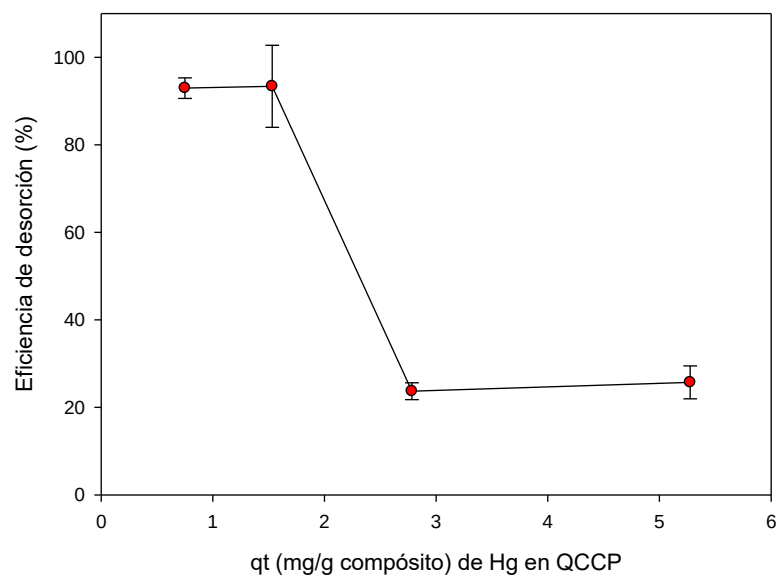


Figura 35. Desorción del material QCCP con diferentes concentraciones adsorbidas de Hg durante 6 h a pH 13, temperatura de 25 °C.

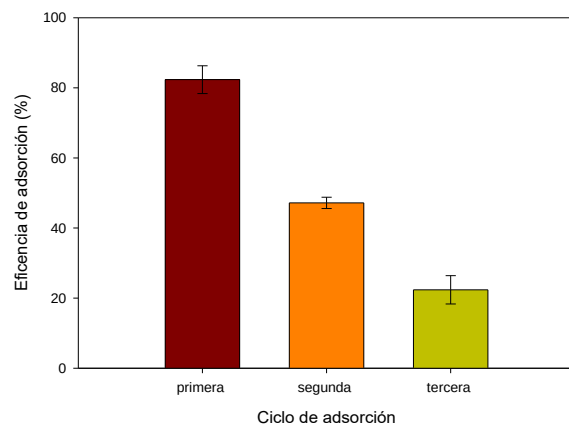


Figura 36. Ciclos de adsorción de mercurio 20 ppm ajustado la solución a pH 6 durante 4 h a temperatura ambiente, dosis 10g/L.

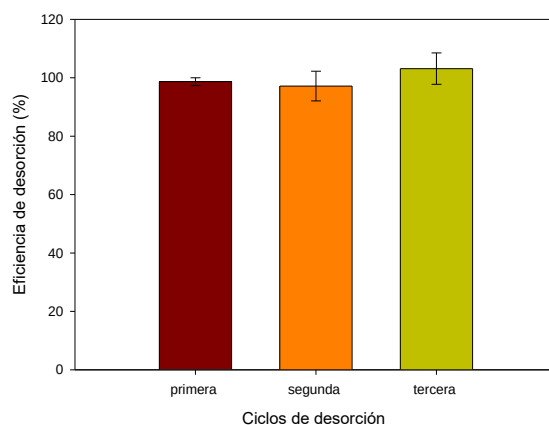


Figura 37. Ciclos de desorción con EDTA 15 g/L con 0.5 N NaOH, a pH 13 durante 6 h a temperatura ambiente, dosis 10g/L.

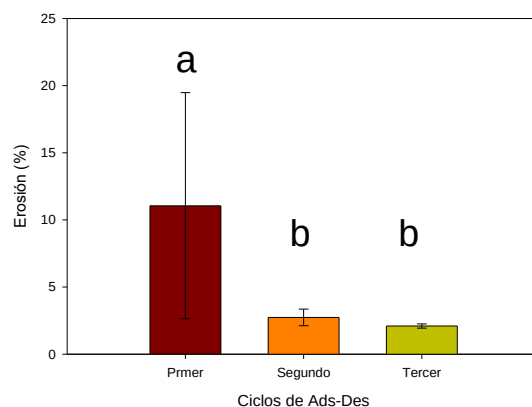


Figura 38. Erosión del material QCCP durante los 3 ciclos de ads-des primer ciclo (marrón), segundo ciclo (naranja), tercer ciclo (verde).

En los anexos 5.5 se pueden ver las especies de Hg que están presentes en la solución de EDTA (15 g/L) con NaOH 0.5 N. Dichas especies están solubles y formando complejos con el EDTA completamente $\text{Hg}(\text{EDTA})\text{OH}^{3-}$. Lo cual puede explicar porque se desorbe tan bien esta solución. Sin embargo, lo mismo pasa a concentraciones más altas retenidas en el compósito QCCP, como 30 ppm ó 60 ppm como se puede ilustrar en anexos 5.6 y 5.7 pero experimentalmente no se logran grandes eficiencias de desorción a concentraciones más grandes retenidas de Hg en el material. En el caso del material MCP se logran grandes eficiencias de desorción con otros iones como el Zn y el Cu debido a que forman multicapas y el tipo de enlace que se forma no es tan fuerte como para mantenerlas retenido en el material (Martínez *et al.*, 2022).

En el caso del compósito QCCP, se comprueba que el modelo cinético por el cual se está llevando a cabo es el de PSO, ya que, es un modelo que contempla la completa difusión de los iones de Hg desde la capa externa del material difundiendo por el material llegando a adsorberse internamente en los sitios activos del compósito, por eso el tiempo para desorber cantidades altas de Hg en el material QCCP es mayor.

8.17 Compostabilidad

Se escarbaron en la composta (tabla 6) 2 pozos de 1.30 m de profundidad para inocular los costales (anexo 8) (se escogió tela tul para hacer los costales, ya que permite retener el material en el costal y los pequeños hoyos de la tela permiten que el sistema no esté completamente aislado de la pila de composta) y con el material a compostear. En el primer pozo (Po1) se inocularon costales con material QCCP y en el segundo pozo (Po2) se inoculó material QCCP contaminado, el cual se sometió a una adsorción de dos h a temperatura ambiente, ajustando la solución a pH 6 con 20 ppm de Hg. Para la composición de la composta, se tomó como base lo que especifica la norma NMX-AA-180-SCFI-2018.

La norma NMX-AA-180-SCFI-2018, establece que la humedad de la composta debe mantenerse entre el 40% y el 60% y la temperatura debe registrarse diario los primeros 28 días mínimo para pilas de composta “dinámicas”, es decir tienen un volteo aeróbico dinámico y deben tener una temperatura de 55°C o mayor con al menos 5 vueltas en un periodo de 15 días y que a lo largo del proceso de compostaje el pH se mantenga entre 4 a 9. Como se puede observar en las figuras 39 y 40 las temperaturas internas de cada pozo (línea negra) se mantuvieron por encima de los 55°C que requiere la norma durante todo el proceso de compostaje de 29 días. Por otro lado, la humedad relativa (figura 41) de cada pozo no se acercó a lo requerido por la norma pese a los constantes volteos y riego de la pila, esto puede deberse a que el periodo cuando se realizó el experimento era muy seco.

Tabla 6. Composición de la composta utilizada para las pruebas de compostabilidad en 10 m² de una pila composta.

Composición Composta IPN	
Estiércol	60 kg
Pasto seco	14 m ³
Hoja	21 m ³
Astilla	6 m ³
Pasto fresco	1 m ³

Monitoreo de temperatura y % humedad relativa de la pila de composta.

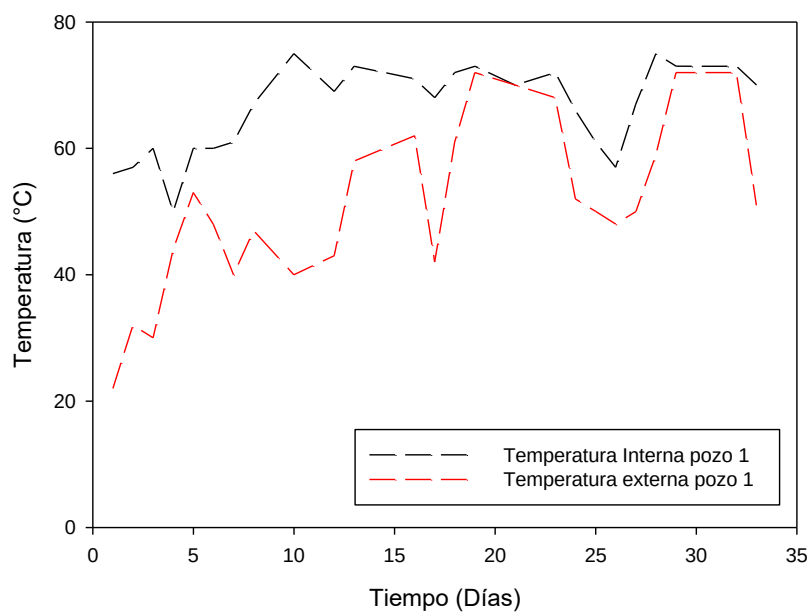


Figura 39. Temperatura de la composta tomada directamente del pozo 1 donde se inoculó la composta con material sin contaminar de Hg, Temperatura interna (negro) Temperatura externa (rojo).

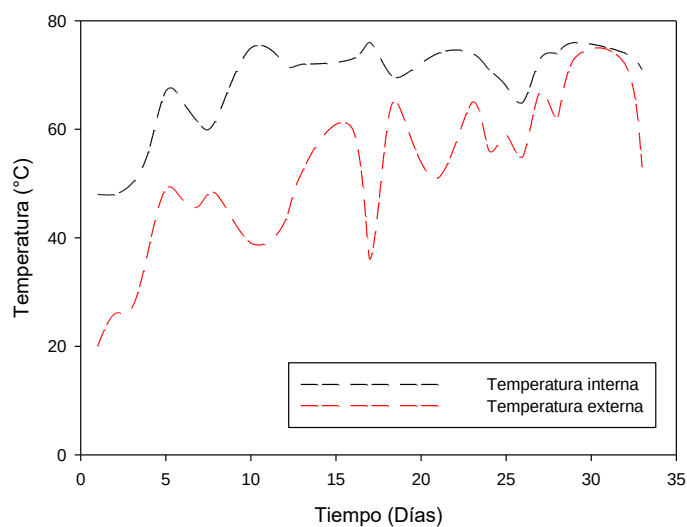


Figura 40. Temperatura de la composta tomada directamente del pozo 2 donde se inoculó la composta con material con contaminación de Hg, Temperatura interna (negro) Temperatura externa (rojo).

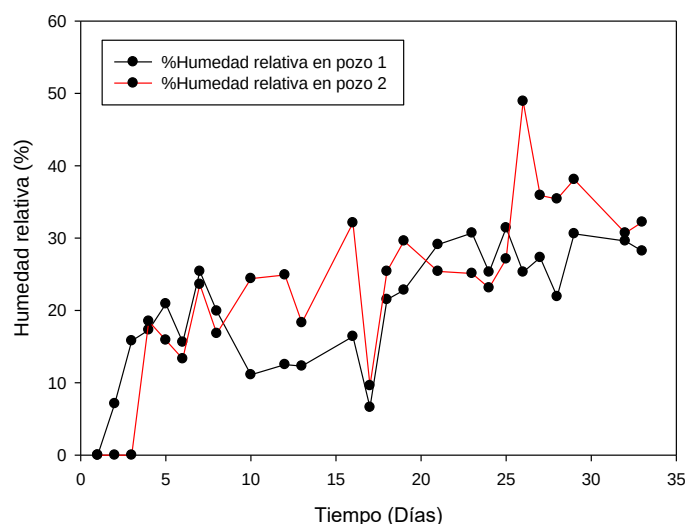


Figura 41. Humedad relativa de la composta tomada directamente de los pozos donde se inoculo la composta, Po1 (negro) y Po2 (rojo).

Grafica temperatura, humedad y pH.

8.17.1 Análisis bromatológico de Po1 y Po2.

Se puede observar en la tabla 7 que el pH de la composta estuvo conforme lo requerido por la norma tanto al principio como al final. La composta pese a estar húmeda el olor era bastante agradable, como a tierra mojada y un contenido de cenizas adecuado en conformidad con NMX-AA-180-SCFI-2018 (tabla 8).

Tabla 7. pH inicial de la composta.

	Tipo de agua	pH
Inicial	Bidestilada	8.106 ± 0.0622
Final	Bidestilada	7.013 ± 0.050

Tabla 8. Determinación de humedad mediante gravimetría de la pila de composta.

Muestra de la pila de composta	% Humedad	% Cenizas
Inicial	64.81 ± 0.0082	35.19 ± 0.0082
Final	46.40 ± 0.20	29.13 ± 1.13

Se realizó una prueba de Tukey sobre los promedios de la pérdida de peso en cada semana (figura 42), donde se compara cada una de las parejas y se encontró que no hay diferencia significativa, lo cual indica que tanto el material sin contaminar

como el contaminado perdían la misma cantidad en porcentaje en peso cada semana de compostaje.

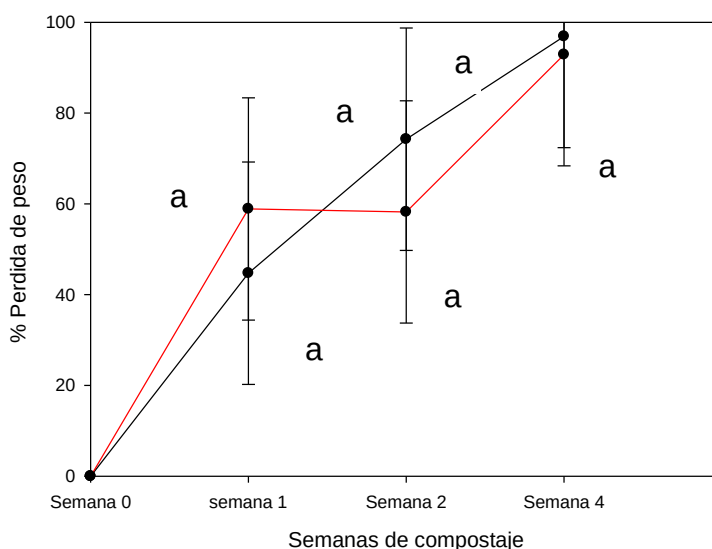


Figura 42. Pérdida de peso (%) durante el proceso de compostaje, QCC1P2 sin contaminar (negro) y material contaminado con Hg (rojo). (Letras similares indican que no hay diferencia significativa 5% con una prueba de Tukey sobre la pérdida de peso en cada semana).

En ambos casos, figura 43 y 44, el eje *L representa luminosidad, el eje *a representa coordenadas rojo/verde (+a rojo, -a verde). El espectrofotómetro colorimétrico puede cuantificar estos atributos de color fácilmente. Por lo tanto, podemos inferir una disminución de color que aproximadamente va desde colores claros (+L) a oscuros y en el eje (-a) asociado a los colores verdes a tonos rojos (+a) al final del proceso de compostaje (29 días) asociado a la degradación debido a la acción de descomposición por la acción de los microorganismos sobre los compósitos formando humus. Aunado al hecho de la reducción en el porcentaje en peso de los compósitos que se inocularon en la pila de composta. En dichas figuras, podemos observar el cambio físico por el cual pasan estos compósitos, pasan de tener una conformación de pellets blancos a ir gradualmente con el tiempo oscureciéndose y cambiando su estructura física, en la semana 1 todavía se alcanzan a encontrar en los costales de composta como pellets, algo negros, sin embargo, para la segunda semana son una especie de masa pegajosa en la cual se observa la presencia de hongos filamentosos y con pedazos de materia orgánica alrededor.

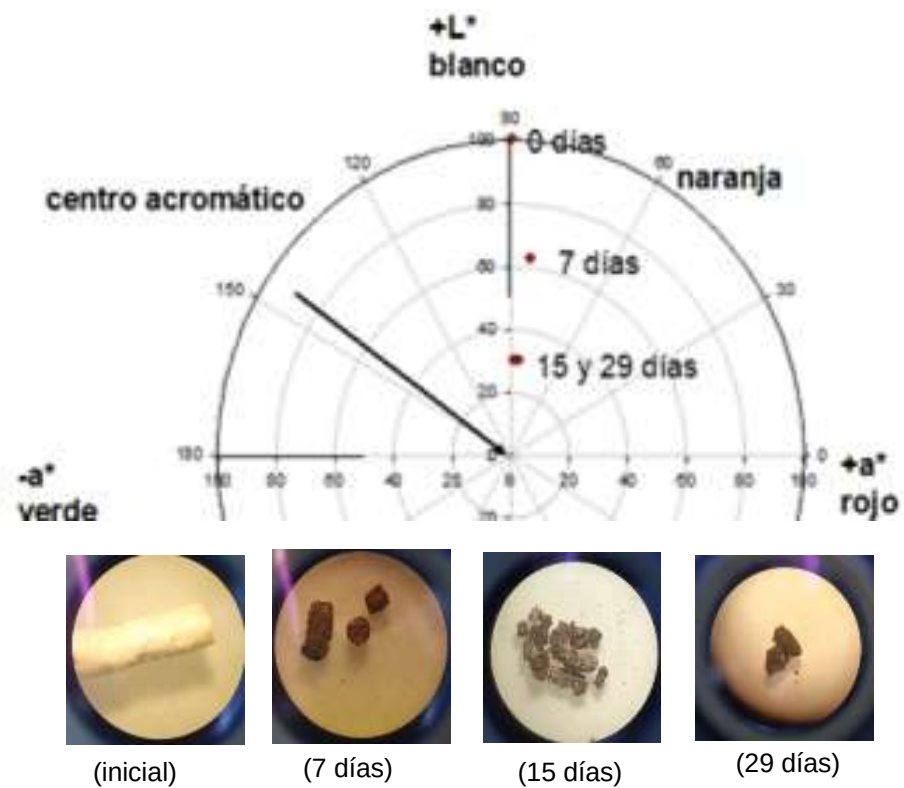


Figura 43. Colorimetría del compuesto compostado QCCP y el cambio físico a lo largo del tiempo de compostaje de 4 semanas.

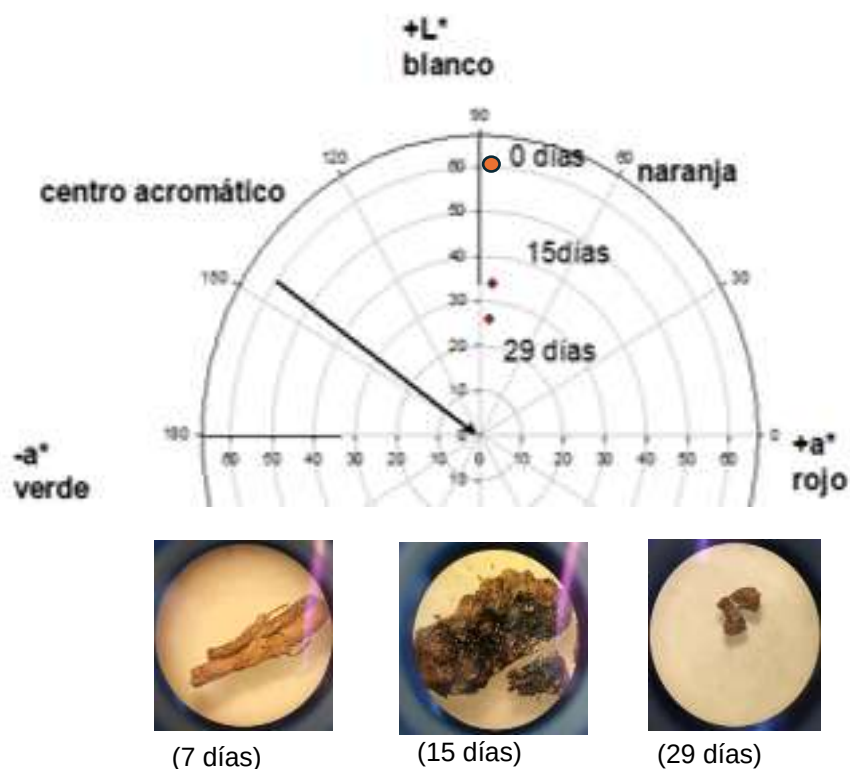


Figura 44. Colorimetría y cambio de color de QCCP contaminado Hg qt = 1.3045 ± 0.0400 después de 29 días de compostaje.

8.17.2 Análisis de la reducción de bandas en los grupos funcionales de QCCP por FTIR.

En la cuarta semana apenas fueron masas amorfas que costaron trabajo identificar. Pero se logró recolectar muestra para determinar un espectro de FTIR con el cual se confirmó que se trataba del material que se estaba buscando, ya que el espectro sin lugar a duda tiene las mismas bandas características como se puede observar en la figura 45. Basado en los espectros FTIR podemos inferir que durante la fase termófila de la pila de composta los microorganismos usan los pellets como fuente de carbono y nitrógeno, ya que las bandas que más se ven afectadas son las del grupo amino de Q y los grupos hidroxilo, pertenecientes tanto al Q como al AC injertado.

En la figura 45, hay reducción en muchas de las bandas que conforman el material. Por ejemplo, hay una considerable reducción en las bandas que representan al grupo amino (1569 cm^{-1} y 3300 cm^{-1}), la banda que representa el movimiento de estiramiento (3450 cm^{-1}) y flexión C-O-H a 933 cm^{-1} , el primero hay una reducción y el segundo (su confirmación) desapareció casi por completo, la banda a los 1550 cm^{-1} la cual indica presencia de grupos amida también denota una clara reducción en la intensidad de la banda. La zona de (1473 cm^{-1} y 1416 cm^{-1}) representa a los movimientos de estiramiento asimétrico -COO- y de estiramiento de OH del AC, los

cuales después de 4 semanas de compostaje también representan una clara reducción en la intensidad de la banda.

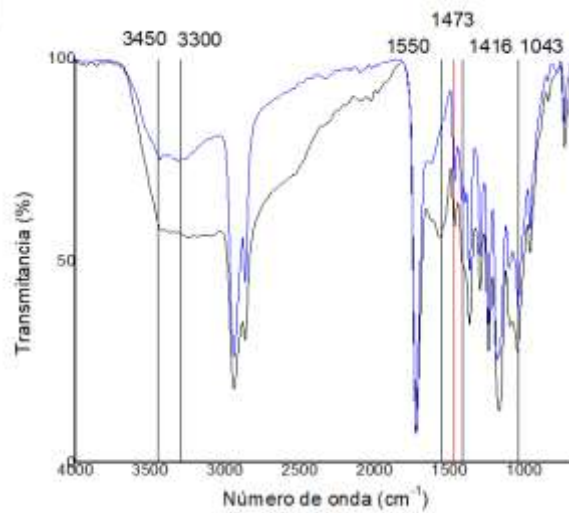


Figura 45. QCCP antes (negro) y después de compostaje de 4 semana (azul).

8.18 Análisis SEM de los compósitos

En la figura 46 podemos observar el cambio en la estructura, en ambos casos, al pasar las semanas la estructura del compósito se va haciendo más rugosa. Posiblemente debido al efecto de la degradación sujeta a temperaturas altas y por la acción de los microorganismos sobre el compósito durante la fase termófila del proceso de compostaje.

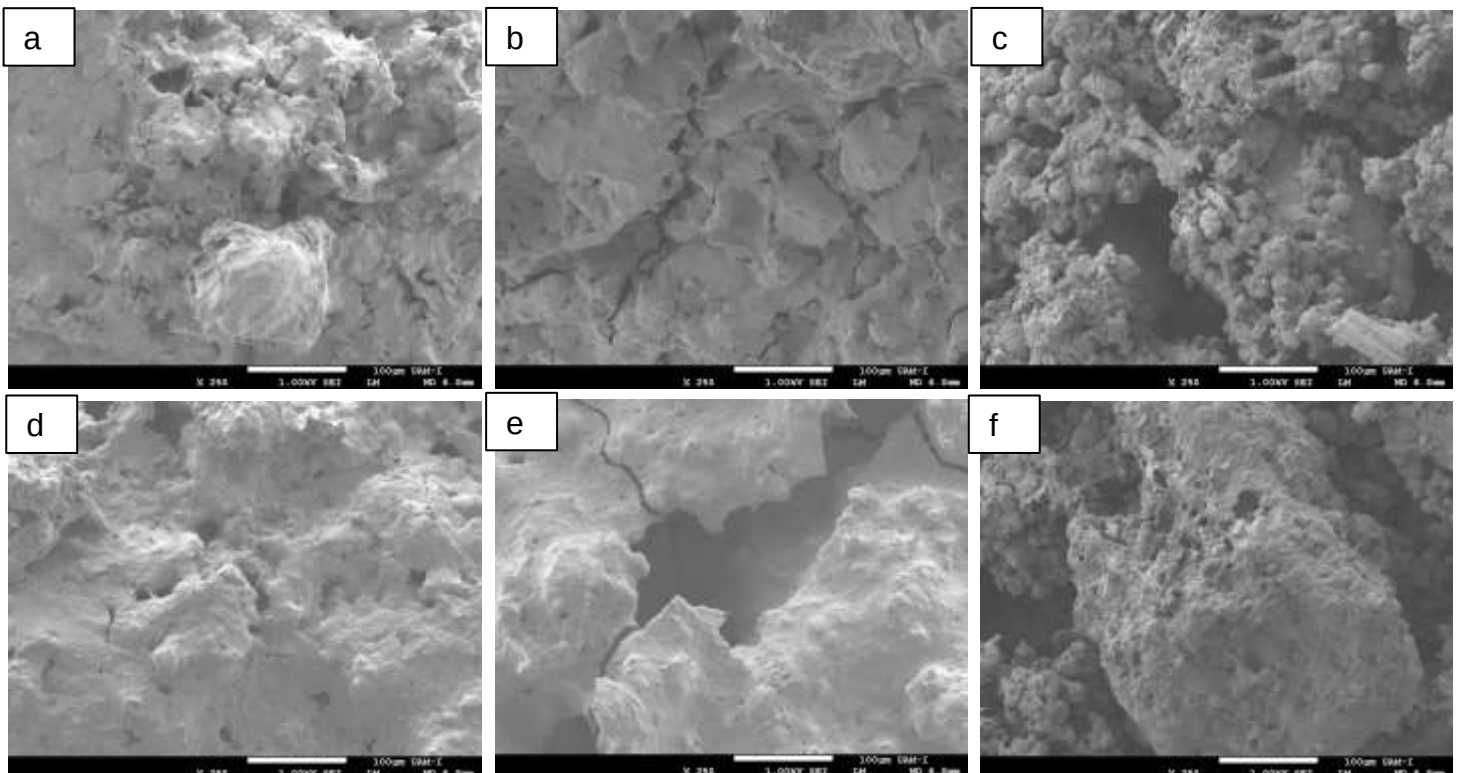


Figura 46. Micrografías SEM para muestras de QCCP recuperadas del experimento de pérdida peso durante 29 días de compostaje. (a) Compósito QCCP con 1 semana de compostaje, (b) compósito QCCP con 2 semanas de compostaje, (c) compósito QCCP con 4 semanas de compostaje, (d) compósito QCCP contaminado con Hg con 1 semana de compostaje, (e) compósito contaminado con Hg con 2 semanas de compostaje y (f) compósito contaminado con Hg con 4 semanas de compostaje, aumento total 250x.

8.19 Pruebas de ecotoxicidad

Pruebas de germinación

Se tomaron mediciones de la radícula y del hipocótilo como se muestra en la figura 47

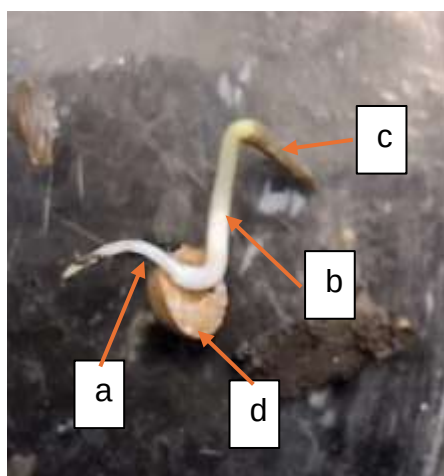


Figura 47. Anatomía de una planta. (a) Radícula, (b) Hipocótilo, (c) Cotiledones y (d) Semilla.

De acuerdo con Rodríguez et al., 2014 el GRS representa el porcentaje de semillas germinadas comparándolas con las semillas germinadas en el blanco. El CRR representa el crecimiento de la radícula de las semillas expuestas a los diferentes tratamientos de composta comparándolas con el blanco y el índice de germinación el cual es un indicador basado en el GRS y CRR para determinar los factores que promueven o inhiben la germinación. El índice explica el porcentaje de semillas germinadas como el porcentaje de crecimiento que alcanza la radícula durante el bioensayo. Dicho ensayo denotó como la composta que fue inoculada con el compósito QCCP promueve el crecimiento de la radícula mientras que la composta inoculada con el compósito QCCP contaminado con Hg es muy similar al índice de germinación del blanco de composta (tabla 9). La norma mexicana (NMX-180) nos habla de que el índice de germinación debe ser mayor al 80%, en este trabajo se obtuvo un índice del 83%, ya que, se sembraron 12 semillas por tratamiento y

germinaron 10. Por lo cual la clasificación de la composta según la dicha norma es de Tipo III (anexos 8).

Tabla 9. Resultados de la germinación en cajas de Petri de *Lactuca sativa* en 5 días.

Muestra	Semillas germinadas (#)	GRS (%)	CRR (%)	IG	IGN	IER
Composta	10	100	100	100	0	0
Sin Tratamiento Hg	11	110	180.44	198.48	0.1	0.30
Con Tratamiento Hg	9	81.82	128.78	105.37	-0.1	-0.050

Nota: Germinación Relativa de Semillas (GRS), Crecimiento relativo de radícula (CRR), Índice de germinación (IG), índices del porcentaje de germinación residual normalizado (IGN) y de elongación radical residual normalizado (IER).

Índices IGN e IER establecen valores de toxicidad que van desde -1 a >0 bajo las siguientes categorías:

- 0 a -0.25 toxicidad baja
- -0.25 a -0.5 toxicidad moderada
- -0.5 a -0.75 muy tóxico
- -0.75 a -0.7 toxicidad muy alta
- 0 a 1 indican crecimiento de radícula/ Hipocótilo u hormesis, es decir, provocan efectos favorables para el crecimiento.

El IGN (figura 48) indica la presencia de toxicidad baja (-0.1) para el crecimiento de radículas en la composta con tratamiento de Hg y un efecto de benéfico (0.1) para el crecimiento de radículas en la composta tratada con la composta que estuvo en contacto con el compuesto QCCP. El IER (figura 49) indica la presencia de una ligera toxicidad (-0.050) para el crecimiento de hipocótilos en la composta inoculada con el compuesto contaminado con Hg y un beneficio moderado (0.3) para el crecimiento del hipocótilo en la composta inoculada con el compuesto QCCP sin contaminar.

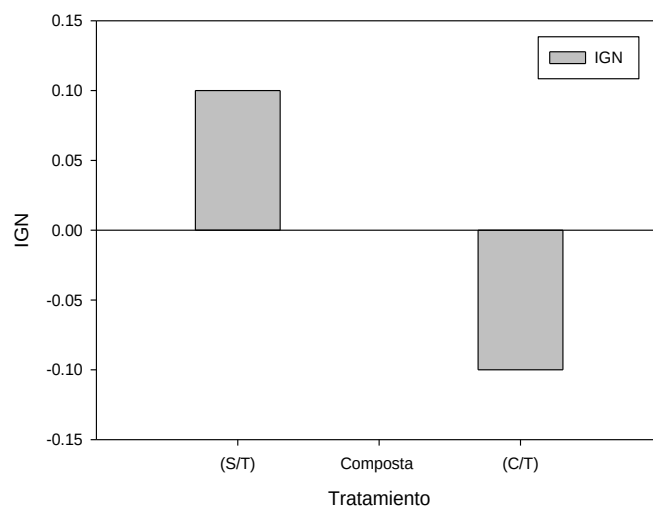


Figura 48. Índice de porcentaje de germinación residual normalizado (IGN)

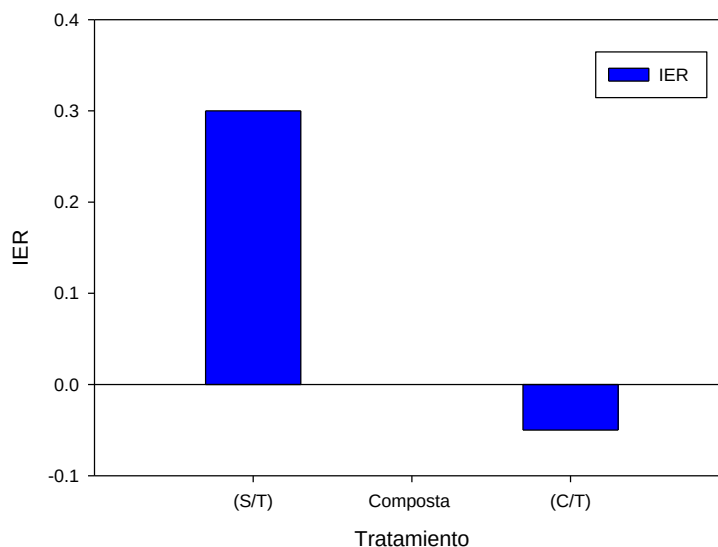


Figura 49. Índice de elongación radical residual normalizado (IER)

Se realizó una prueba de Pearson con distribución Ji cuadrada (anexos 8.14) para las germinaciones de cada tratamiento en las cajas de Petri. Por lo que se obtiene la siguiente prueba de hipótesis:

H0: los tratamientos y las germinaciones no son dependientes

vs

H1: Los tratamientos y las germinaciones son dependientes.

Como puede ver en anexos (8.14) el valor-P (0.5488) es mayor que el valor de significancia de 0.05, por lo tanto, nos quedamos con la hipótesis nula. La cual quiere decir que los tratamientos y las germinaciones obtenidas no dependen del sustrato. Sin embargo, como podemos comprobar si que influye el tipo de composta para las semillas que logran germinar, ya que, tanto la raíz como el hipocótilo son más grandes.

Como se ve en la figura 50, la altura de los tallos promedio es significativamente mayor en el tratamiento de la composta previamente tratada con los compósitos sin contaminar que los otros dos tratamientos con un nivel de significancia del 5%, así mismo, se demostró que los otros dos tratamientos no presentaron diferencia significativa. La composta que fue tratada con los compósitos contaminados con Hg se tardaron aproximadamente 1 semana en crecer (anexos A8.8). Es evidente que hubo un efecto positivo con el tratamiento de la composta con el polímero sin contaminar (figura 50), ya que, germinaron casi todos los especímenes y aunque ha habido pérdidas de unidades experimentales los que prevalecen son tallos significativamente más grandes, comparándolos con los demás tratamientos.

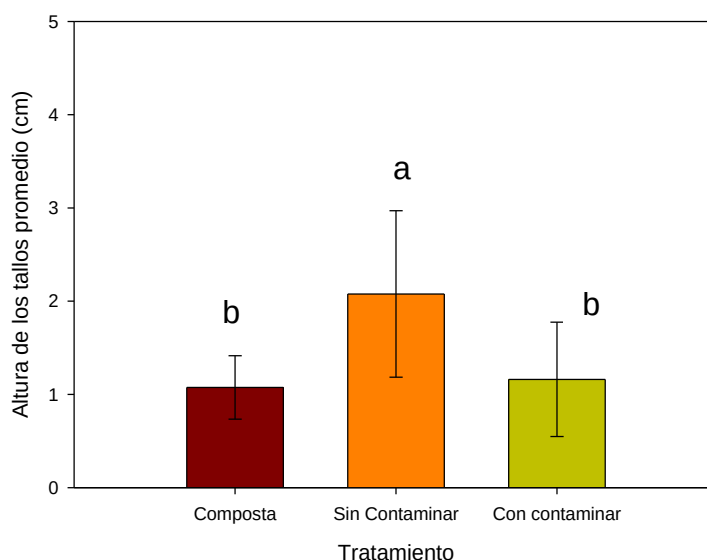


Figura 50. Efecto de crecimiento de los tallos de lechugas (*Lactuca sativa*) durante tres semanas de crecimiento con diferentes tratamientos. Composta (café), Tratamiento pozo sin Pellets inoculados sin contaminación de Hg (naranja) y tratamiento del pozo con compósitos inoculados con contaminación de Hg (verde).

9. CONCLUSIONES

Se logró obtener un compósito de Q, AC y policaprolactona, la formulación que fue de 1.12:1 con QCC y PCL. Con un porcentaje de integración de AC en el Q de 75%.

Las propiedades mecánicas del material (prueba de punción) nos deja ver que el material es más resistente que las esponjas hechas a base de Q, pero algunos órdenes de magnitud más bajo que los materiales que se usan actualmente como adsorbente. El tamaño de poro es de 121.28 μm , lo cual quiere decir que es un material macroporoso.

El pH donde se obtiene una mejor eficiencia de adsorción es de pH 6, la mejor dosis de adsorbente es de 10 g/L y la capacidad máxima de adsorción es de 5.44 (mg/gQCC) de material de QCCP en batch ajustado a pH 6, mientras que la máxima capacidad de adsorción variando la concentración de adsorbato es de 24.88 (mg/gQCC) y se puede reusar el material hasta por 3 veces (3 ciclos de ads- des) antes de que la eficiencia de ads se vea perjudicada por el mismo reuso del material.

El compósito QCCP adsorbe el Hg mediante quimisorción y los grupos hidroxilo que se añadieron con el injerto de AC estabilizan ese enlace químico entre el grupo amino y el Hg. Los estudios de la cinética de adsorción nos muestran que el modelo al que mejor se ajustan es al PSO el cual nos habla de que el Hg difunde a través del material depositándose en los sitios activos del mismo, en un tiempo al equilibrio de 3 h.

El compósito QCCP es totalmente degradable en un mes de proceso de compostaje a nivel industrial, inclusive en condiciones de humedad relativa en la pila de composta por debajo del solicitado en la norma NMX-180 (40%) y se observó en las pruebas que la composta que se obtiene de ese proceso, en el caso de material QCCP sin Hg, es benéfico para el crecimiento de las plantas y en el caso de estar contaminado con una $q_t = 1.3045 \pm 0.0400$ de Hg (mg/g compósito QCCP) el cual es ligeramente tóxico para el crecimiento de las plantas.

Recomendaciones para trabajo futuro

Hacer estudios de ecotoxicidad de los compositos adsorbidos con Hg, ya que es enlace químico lo que lo mantiene estable. Por lo tanto, es difícil desorber el Hg. Por lo que, si se pretende usar la composta para la agricultura, por ejemplo, hay que ver como esta se bioacumula en las plantas, frutas u hortalizas. También está la opción de continuar con la idea de economía circular y aprovechar esta composta para plantas que bioacumulen este Hg haciendo compuestos mucho más estables y menos tóxicos para el medio ambiente.

10. BIBLIOGRAFÍA

1. AIMPLAS. (2024). Control de ftalatos en materiales plásticos - AIMPLAS. <https://www.aimplas.es/blog/control-de-ftalatos-en-materiales-plasticos/#:~:text=Los%20ftalatos%2C%20tambi%C3%A9n%20conocidos%20como,que%20su%20control%20es%20fundamental>.
2. Alonso, D., Gimeno, M., Olayo, R., Vázquez-Torres, H., Sepúlveda-Sánchez, J., Shirai, K. (2009). "Cross-linking chitosan into UV-irradiated cellulose fibers for the preparation of antimicrobial-finished textiles." *Carbohydrate Polymers* 77: 536-543.
3. Altun Emine, Çelik Eda, Yavuz Ersan Hulya. (2020). Tailoring the Microbial Community for Improving the Biodegradation of Chitosan Films in Composting Environment. *Journal of Polymers and the Environment* , 28, 1548–1559.
4. Al-Zoubi, H., Ibrahim, K. A., & Abu-Sbeih, K. A. (2015). Removal of heavy metals from wastewater by economical polymeric collectors using dissolved air flotation process. *Journal of Water Process Engineering*, 8, 19–27. doi:10.1016/j.jwpe.2015.08.002
5. Bhatt, R., Kushwaha, S., Bojja, S., & Padmaja, P. (2018). Chitosan–Thiobarbituric Acid: A Superadsorbent for Mercury. *ACS Omega*, 3(10), 13183–13194. <https://doi.org/10.1021/acsomega.8b01837>
6. Baldwin, D. R., & Marshall, W. J. (1999). Heavy Metal Poisoning and its Laboratory Investigation. *Annals of Clinical Biochemistry: An International Journal of Biochemistry and Laboratory Medicine*, 36, (3), 267–300. doi:10.1177/000456329903600301
7. Beaty R.D. y Kerber J.D., 1993. *Concepts Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry*, Perkin-Elmer Corporation, 2nd edition
8. Becker T., Schlaak M., Strasdeit H., *React. Funct. Polym.* 44 (2000) 289.
9. Bustamante P., L. B. (2001). Ftalatos y efectos en la salud . *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, Vol. 17, pp. 205-215.
10. Chang, Raymond. *Química*. Disponible en: Universidad Autonoma Metropolitana , (13th Edición). McGraw-Hill Interamericana, 2020.
11. Cira, L. A., Huerta, S., Hall, G. M. & Shirai, K. (2002). Pilot scale lactic acid fermentation of shrimp wastes for chitin recovery. *Process Biochemistry*, 37(12), 1359-1366. [https://doi.org/10.1016/s0032-9592\(02\)00008-0](https://doi.org/10.1016/s0032-9592(02)00008-0)

12. Cocolletzi, H. H., Almanza, E. Á., Agustin, O. F., Nava, E. V., & Cassellis, E. R. (2009). Obtención y caracterización de Q a partir de exoesqueletos de camarón. *Superficies Y Vacío*, 22(3), 57–60. <https://www.redalyc.org/pdf/942/94216153012.pdf>
13. Corona I., Shirai K., (2013). Síntesis y caracterización fisicoquímica de un andamio celular a base Q biológico-químico y colágena tipo I. [Tesis de maestría], Universidad Autónoma Metropolitana.
14. Corona I., Shirai K., (2011). Síntesis y caracterización de las propiedades mecánicas y antifúngicas de las películas de Q-co-cítrico. [Tesis licenciatura]. Universidad Nacional Autónoma de México.
15. Crini, G.; Lichtfouse, E.; Wilson, L.D.; Morin-Crini, (2019). N. Conventional and Non-Conventional Adsorbents for Wastewater Treatment. *Environ. Chem. Lett.*, 17, 195–213.
16. De Diego, L. Roberto Herrero y José Barriada, (2012), Eliminación de mercurio de efluentes acuosos con materiales de bajo coste: proceso combinado de bioadsorción-reducción. [Tesis doctoral]. Universidad de Coruña, pág. 15.
17. Del Consumidor, P. F. (2024). Economía Circular. [gob.mx. https://www.gob.mx/profeco/es/articulos/economia-circular?idiom=es](https://www.gob.mx/profeco/es/articulos/economia-circular?idiom=es)
18. Delgado C., Martínez M.E., Shirai K., (2022). Estudio de biodegradabilidad de materiales elaborados con polímeros naturales [Tesis de servicio social], Universidad Autónoma Metropolitana.
19. Desbrières, J. & Guibal, E. (2017). Chitosan for wastewater treatment. *Polymer International*, 67(1), 7-14. <https://doi.org/10.1002/pi.5464>
20. Duarte, M., Ferreira, M., Marvão, & Rocha, J. (2002). An optimised method to determine the degree of acetylation of chitin and chitosan by FTIR spectroscopy. *International Journal of Biological Macromolecules*, 31(1–3), 1–8. [https://doi.org/10.1016/s0141-8130\(02\)00039-9](https://doi.org/10.1016/s0141-8130(02)00039-9)
21. Economía circular: definición, importancia y beneficios | Temas | Parlamento Europeo. (2024). Temas | Parlamento Europeo. <https://www.europarl.europa.eu/topics/es/article/20151201STO05603/economia-circular-definicion-importancia-y-beneficios#:~:text=La%20econom%C3%ADa%20circular%20es%20un,de%20los%20productos%20se%20extiende>.
22. Guerrero, S., Benítez, R. B., Sarria-Villa, R. A., & Corredor, J. A. G. (2020). Contaminación del agua por metales pesados, métodos de análisis y tecnologías de remoción. Una revisión. *Entre ciencia e ingeniería*, 14(27), 9-18. <https://doi.org/10.31908/19098367.1734>
23. Goosen, M. (1997). Applications of chitin and chitosan. United States of America, Ed. Technomic, 5.
24. Goudarzi, S. A., Niknejad, A., & Heidari, F. (2022). A natural composite and nanocomposite of luffa fibers and chitosan resin under mechanical

- tests. *Journal of Composite Materials*, 56(15), 2367–2383. <https://doi.org/10.1177/00219983221093738>
25. Guibal, E. (2004). Interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: a review. *Separation and Purification Technology*, 38(1), 43–74. doi:10.1016/j.seppur.2003.10.004
 26. Hirai, A., Odain, H., Nakajima, A. (1991). *Polymer Boletín*: 26, 87.
 27. Hirano, S. (1999). "Chitin and chitosan as novel biotechnological materials.", *Polymer International*. 48(8): 732-734.
 28. Rodríguez Romero, Alexis Joseph, Robles Salazar, Cristopher Alberto, Ruíz Picos, Ricardo Arturo, López López, Eugenia, Sedeño Díaz, Jacinto Elias, & Rodríguez Dorantes, Angélica. (2014). Índices de germinación y elongación radical de *Lactuca sativa* en el biomonitorio de la calidad del agua del río Chalma. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 30(3), 307-316. Recuperado en 22 de noviembre de 2024, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0188-49992014000300007&lng=es&tlng=es.
 29. Kane, J. W., & Sternheim, M. M. (1989). *Física*. Reverte. Pag 185.
 30. Kapanen, A., Stephen, J., Brüggemann, J., Kiviranta, A., White, D., & Itävaara, M. (2007). Diethyl phthalate in compost: Ecotoxicological effects and response of the microbial community. *Chemosphere*, 67(11), 2201–2209. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2006.12.023>
 31. Katsikantami I., S. S. (2016). A global assessment of phthalates burden and related links to health effects. *Environment International*, PP. 212-236. <https://doi.org/10.1016/j.envint.2016.09.013>
 32. K. Kurita, *Prog. Polym. Sci.* 26 (2001) 1991.
 33. Leffler, C. C., & Müller, B. W. (2000). Influence of the acid type on the physical and drug liberation properties of chitosan–gelatin sponges. *International Journal of Pharmaceutics*, 194(2), 229–237. [https://doi.org/10.1016/s0378-5173\(99\)00383-x](https://doi.org/10.1016/s0378-5173(99)00383-x)
 34. Li, Y., & Zhang, M. (2017). Mechanical properties of activated carbon fibers. In Elsevier eBooks (pp. 167–180). <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100660-3.00006-7>
 35. Liu, H. (2009). Synthesis of Porous Cross-Linked Grafted Chitosan and Its Application for Metal Ion Adsorption. 2009 3rd International Conference on Bioinformatics and Biomedical Engineering, page 1. doi:10.1109/icbbe.2009.5163557
 36. A.S. López-Díaz, M. R.-C.-C.-M. (2018). Efecto de la radiación ultravioleta de onda corta sobre algunas propiedades de películas

- comestibles elaboradas con jugo de granada y quitosano . Revista Mexicana de Ingeniería Química , Vol. 17, 63-73.
37. Macomber, R. S. (1998). A complete introduction to modern NMR spectroscopy. Choice Reviews Online, 36(02), 36–0968. <https://doi.org/10.5860/choice.36-0968>
 38. Martínez, M.E; Keiko Shirai, Miquel Gimeno, Jose Rangel. 2018. Remoción de metales pesados de aguas contaminadas mediante una matriz extrudida de biopolímeros. Obtención de grado de maestro en biotecnología. Universidad Autónoma Metropolitana, unidad Iztapalapa.
 39. Mekahlia, S., & Bouzid, B. (2009). Chitosan-Copper (II) complex as antibacterial agent: synthesis, characterization and coordinating bond-activity correlation study. Physics Procedia, 2(3), pp. 1045–1053. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2009.11.061>
 40. Módulo de Elasticidad. (n.d.). Materiales (ES). <https://www.materiales.gelsonluz.com/2020/09/modulo-de-elasticidad.html>
 41. Monie, F., Vidil, T., Grignard, B., Cramail, H., & Detrembleur, C. (2021). Self-foaming polymers: Opportunities for the next generation of personal protective equipment. Materials Science and Engineering: R: Reports, 145, 100628. doi:10.1016/j.mser.2021.100628
 42. Moon, S.-Y., Jeon, E., Bae, J.-S., Park, M.-K., Kim, C., Noh, D. Y., ... Park, J.-W. (2015). Thermo-processable covalent scaffolds with reticular hierarchical porosity and their high efficiency capture of carbon dioxide. Journal of Materials Chemistry A, 3(28), 14871–14875. doi:10.1039/c5ta02938d
 43. Murillo, Y. S., Giraldo, L., & Moreno, J. (2011). Determinación de la cinética de adsorción de 2,4-dinitrofenol en carbonizado de hueso bovino por espectrofotometría uv-vis. Revista Colombiana de Química, 40(1), 91-103. <https://www.redalyc.org/pdf/3090/309026686007.pdf>
 44. Naba Kumar Kalita, Siddharth Mohan Bhasney, Chethana Mudenur, Ajay Kalamdhad, Vimal Katiyar. (2020). End-of-life evaluation and biodegradation of Poly(lactic acid) (PLA)/ Polycaprolactone (PCL)/Microcrystalline cellulose (MCC) polyblends under composting conditions. Chemosphere, ELSEVIER., 247, 5.
 45. NMX-AA-180-SCFI-2018, que establece los métodos y procedimientos para el tratamiento aerobio de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos y de manejo especial, así como la información comercial y de sus parámetros de calidad de los productos finales.
 46. NOM-001-SEMARNAT-2021, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en

aguas y bienes nacionales, renovando aspectos técnicos que, por el transcurso del tiempo, esta última ya no cumplía.

47. OPS/OMS *Mercurio*. (2024, septiembre 6). OPS/OMS | Organización PanamericanaSalud. <https://www.paho.org/es/temas/mercurio#:~:text=El%20mercurio%20elemental%20y%20el,con%20consecuencias%20a%20veces%20fatales>.
48. Pacheco, N., Larralde-Corona, C., Sepulveda, J., Trombotto, S., Domard, A., Shirai, K. (2008). "Evaluation of chitosans and *Pichia guilliermondii* as growth inhibitors of *Penicillium digitatum*." *International Journal of Biological Macromolecules*. 43(20-26).
49. Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Vyvyan, J. R. (2015). *Introduction to spectroscopy*.
50. Rabea, E., Badawy, M., Stevens, C., Smagghe, G., Steurbaut, W. (2003). "Chitosan as antimicrobial agent: Applications and mode of action." *Biomacromolecules* 4(6): 1457-1465.
51. Roberts, *Chitin Chemistry*, MacMillan, London, UK, 1992, 350p
52. Rodrigues, J., Erny, G., Barros, A., Esteves, V., Brandao, T., Ferreira, A., Cabrita, E., Gil, A. (2010). "Quantification of organic acids in beer by nuclear magnetic resonance (NMR)-based methods." *Analytica Chimica Acta* 674: 166-175.
53. Rodríguez Romero, Alexis Joseph, Robles Salazar, Cristopher Alberto, Ruíz Picos, Ricardo Arturo, López López, Eugenia, Sedeño Díaz, Jacinto Elias, & Rodríguez Dorantes, angélica. (2014). Índices de germinación y elongación radical de *Lactuca sativa* en el biomonitoreo de la calidad del agua del río Chalma. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 30(3), 307-316. Recuperado en 22 de noviembre de 2024, de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0188-49992014000300007&lng=es&tlng=es.
54. Rouquerol, J., Avnir, D., Fairbridge, C. W., Everett, D. H., Haynes, J. M., Pernicone, N., Ramsay, J. D. F., Sing, K. S. W. & Unger, K. K. (1994). Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 66(8), 1739-1758. <https://doi.org/10.1351/pac199466081739>
55. Rouquerol, J., Rouquerol, F., Llewellyn, P., Maurin, G., & Sing, K. (2013). *Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications*. Academic Press.
56. Shackelford. (2007). *Introduction to Materials Science for Engineers*. Pearson Education, pag 11.
57. Shrinivas, M., & Stevens, W. (2005). Chitin production by *Lactobacillus* fermentation of shirimp in a drum reactor and its chemical conversión to chitosan. *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, 80, 1080-1087.

58. Shi, J. Z., Zhu, X. L., Li, L., & Chen, X. M. (2021). Zeolite ceramics with ordered microporous structure and high crystallinity prepared by cold sintering process. *Journal of the American Ceramic Society*, 104(11), 5521–5528. <https://doi.org/10.1111/jace.17964>
59. Sorlier P, Denuziere A, Viton C and Domard A, (2001), Biomacromolecules: Relation between the degree of acetylation and the electrostatic properties of chitin and chitosan 2:765–772.
60. Su Yeon Irn, Seon Hye Cho, Jeong Hyo Hwang, and Seung Jin Lee, (2003). Growth Factor Releasing Porous Poly (ε-caprolactone)-Chitosan Matrices for Enhanced Bone Regenerative Therapy. *Archives of pharmacal research*, Vol 26, 76-82.
61. Tursi, A., Gallizzi, V., Olivito, F., Algieri, V., De Nino, A., Maiuolo, L., & Beneduci, A. (2022). Selective and efficient mercury(II) removal from water by adsorption with a cellulose citrate biopolymer. *Journal of Hazardous Materials Letters*, 3, 100060, pp 4. <https://doi.org/10.1016/j.hazl.2022.100060>
62. Valencia-García, L. F., Bautista-Escutia, A. N., Preciado-Farias, A. C., Perez-Preciado, R. A., & Chocoteco-Campos, J. A. (2022). Evaluación de Tres Enraizadores Comerciales en la Primera Etapa de Crecimiento Vegetativo de la Planta de Frambuesa, pag 4. <https://www.redalyc.org/journal/944/94472192004/html/>
63. Velasco-Garduño, O., Martínez, M. E., Gimeno, M., Tecante, A., Beristain-Cardoso, R. & Shirai, K. (2020). Copper removal from wastewater by a chitosan-based biodegradable composite. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(23), 28527-28535. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07560-2>
64. Wang, J., & Guo, X. (2020). Adsorption isotherm models: Classification, physical meaning, application and solving method. *Chemosphere*, pag 4, 6. doi:10.1016/j.chemosphere.2020.12
65. Wang, J., & Guo, X. (2020). Adsorption kinetic models: Physical meanings, applications, and solving methods. *Journal of Hazardous Materials*, 390, 122-156. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122156>
66. Woodruff M. A., Hutmacher D. W., (2010). The return of a forgotten polymer—Polycaprolactone in the 21st century. *ELSEVIER*, 35:1218,1219, 1220
67. Wu, H., Wen, Q., Hu, L., & Gong, M. (2018). Effect of adsorbate concentration to adsorbent dosage ratio on the sorption of heavy metals on soils. *Journal of Environmental Engineering*, 144(2). [https://doi.org/10.1061/\(asce\)ee.1943-7870.0001306](https://doi.org/10.1061/(asce)ee.1943-7870.0001306)
68. Yang, J.-S., Park, Y.-T., Baek, K., & Choi, J. (2010). Removal of Metal Ions From Aqueous Solutions Using Sawdust Modified with Citric Acid or Tartaric Acid. *Separation Science and Technology*, 45(12-13), 1963–

1974.
doi:10.1080/01496395.2010.49378210.1080/01496395.2010.493782
69. Zhang, L.; Zeng, Y.; Cheng, Z. Removal of Heavy Metal Ions Using Chitosan and Modified Chitosan: A Review. *J. Mol. Liq.* 2016, 214, 175–191. [CrossRef]

11. Anexos

Anexo 1. Terminología de la norma D6400-04

1.1 Plástico biodegradable: Un plástico degradable es cuando la degradación resulta de la acción de forma natural de los microorganismos como bacterias, hongos y algas.

1.2 Plástico compostable: un plástico que se degrada mediante procesos biológicos durante el compostaje para producir CO₂, agua, compuestos inorgánicos y biomasa a un ritmo similar al de otros materiales compostables conocidos y que no deja residuos tóxicos visibles, distinguibles.

1.4 Compostaje: un proceso gestionado que controla la descomposición biológica y la transformación de materiales biodegradables en una sustancia similar al humus llamada composta; la transformación de material biológicamente descomponible a través de un proceso controlado de biooxidación que procede a través de fases mesófilas y termófilas y da como resultado la producción de dióxido de carbono, agua, minerales y materia orgánica estabilizada (composta o humus).

1.5 Polímero: una sustancia que consta de moléculas caracterizadas por la repetición de uno o más tipos de unidades monoméricas.

1.6. Sin impactos adversos en la capacidad de la composta para apoyar el crecimiento de las plantas: los materiales probados no tendrán un impacto adverso en la capacidad de la composta para apoyar el crecimiento de las plantas, en comparación con la composta que utiliza celulosa como control, una vez que la composta terminada se coloca en el suelo. Además, los productos o materiales poliméricos no deben introducir niveles inaceptables de metales pesados u otras sustancias tóxicas en el medio ambiente, al descomponerse la muestra.

1.7. Desintegración durante el compostaje: Se considera que un producto plástico ha demostrado una desintegración satisfactoria si después de doce semanas en prueba de compostaje controlado, no queda más del 10% de su peso seco original

después de tamizar en un tamiz de 2.0 mm. Generado en condiciones de compostaje termofílico en el laboratorio realizando pruebas con el método D5338 sin dispositivo de captura de CO₂, o ISO 16929.

1.8 Biodegradación inherente: Un plástico debe demostrar una tasa satisfactoria de biodegradación, en otras palabras, que el 90% del carbono orgánico sea convertido en dióxido de carbono al final de 180 días de prueba (para productos que consisten en más de un polímero).

Anexo 2. Análisis ANOVA y TUKEY e intervalos de confianza.

Para la comparación de los materiales MCP y QCCP vistos en la tabla 6 y 7 con respecto a la adsorción a la de Zn y Hg tenemos los siguientes resultados:

A2.1. Prueba de comparación múltiple de medias Tukey Kramer respecto de las formulaciones 1 a 5 tomando en cuenta la qt de adsorción de Zn con un nivel de significancia del 5%.

Tukey-Kramer Multiple-Comparison Test			
Response: qt			
Term A: material			
Alpha=0.050 Error Term=S(A) DF=10 MSE=0.07152667 Critical Value=4.6546			
Group	Count	Mean	Different From Groups
1	3	5.973333	2, 3, 4, 5
2	3	11.59667	1, 3, 4, 5
3	3	3.82	1, 2, 4, 5
4	3	2.496667	1, 2, 3
5	3	2.646667	1, 2, 3
Notes:			
This report provides multiple comparison tests for all pairwise differences between the means.			

A2.2. Prueba de comparación múltiple de medias Tukey Kramer respecto de las formulaciones 1 a 5 tomando en cuenta la qt de adsorción de Hg con un nivel de significancia del 5%.

Tukey-Kramer Multiple-Comparison Test

Response: qt

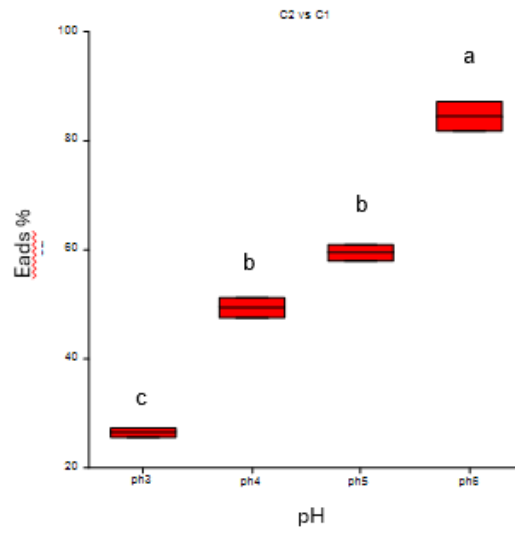
Term A: material

Alpha=0.050 Error Term=S(A) DF=10 MSE=0.001173333 Critical Value=4.6546

Group	Count	Mean	Different From Groups
1	3	1.633333	2
2	3	1.746667	1, 3, 5
3	3	1.616667	2
4	3	1.706667	
5	3	1.616667	2

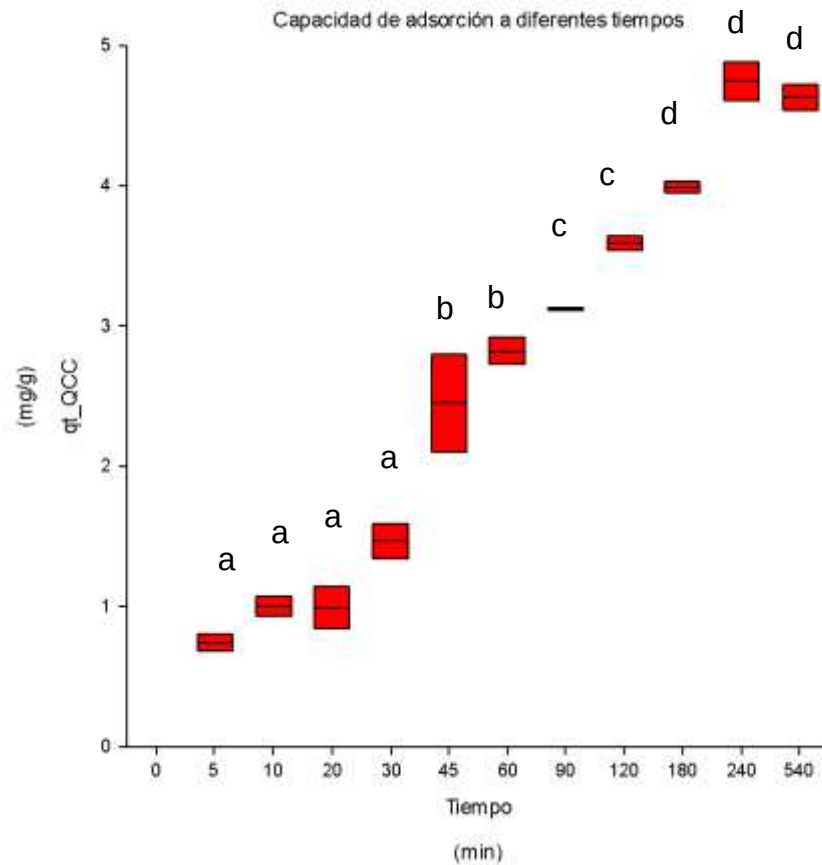
Notes:

This report provides multiple comparison tests for all pairwise differences between the means.



Prueba Tukey-Kramer

A2.3. Prueba Tukey Kramer para el efecto del pH en la adsorción de Hg.



A2.4. Análisis de Tukey Kramer de QCCP para la capacidad de adsorción a diferentes tiempos (min).

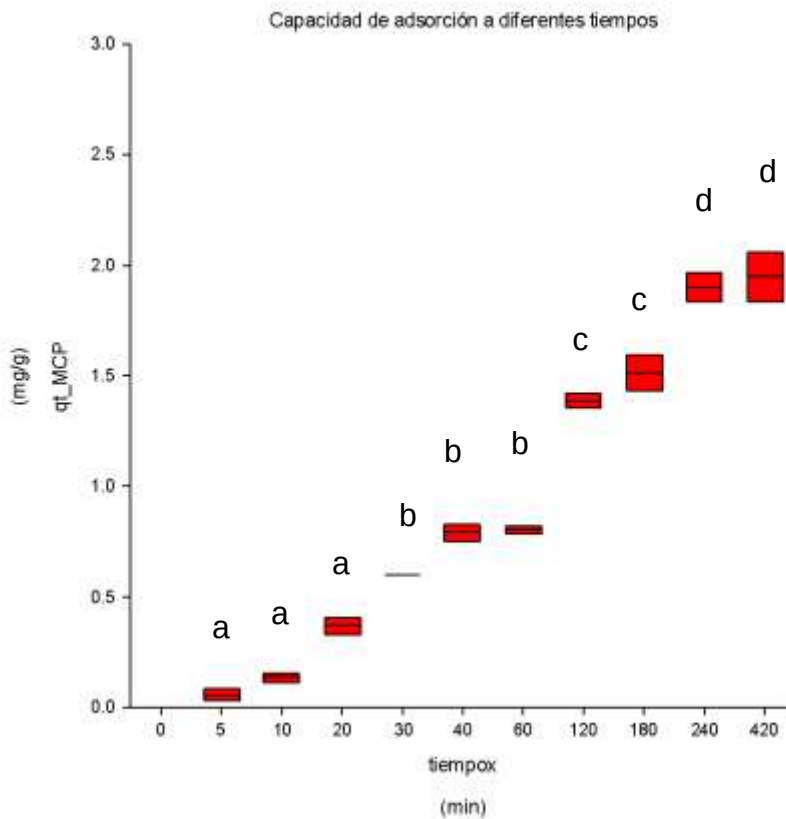
A2.5. Comparación múltiple de medias Tukey Kramer de QCCP para las capacidades al equilibrio de la cinética de adsorción.

Tukey-Kramer Multiple Comparison Test

Comparison Term: Tiempo

Group	Count	Mean	Different From Groups
0	1	0	10, 20, 30, 45, 60, 90, 120, 180, 240, 540
5	2	0.7423743	45, 60, 90, 120, 180, 240, 540
10	2	1.002333	0, 45, 60, 90, 120, 180, 240, 540
20	2	0.9907882	0, 45, 60, 90, 120, 180, 240, 540
30	2	1.465119	0, 45, 60, 90, 120, 180, 240, 540
45	2	2.452394	0, 5, 10, 20, 30, 120, 180, 240, 540
60	2	2.823366	0, 5, 10, 20, 30, 180, 240, 540
90	2	3.117967	0, 5, 10, 20, 30, 180, 240, 540
120	2	3.589647	0, 5, 10, 20, 30, 45, 240, 540
180	2	3.990528	0, 5, 10, 20, 30, 45, 60, 90
240	2	4.748868	0, 5, 10, 20, 30, 45, 60, 90, 120
540	2	4.628485	0, 5, 10, 20, 30, 45, 60, 90, 120

$\alpha = 0.05$, Error Term = S(A), DF = 11, MSE = 0.03768778, Critical Value = 5.7124



A2.6. Análisis de Tukey Kramer de MCP para la capacidad de adsorción a diferentes tiempos (min).

A2.7. Comparación múltiple de medias Tukey Kramer de MCP para las capacidades al equilibrio de la cinética de adsorción.

Tukey-Kramer Multiple Comparison Test

Comparison Term: tiempox

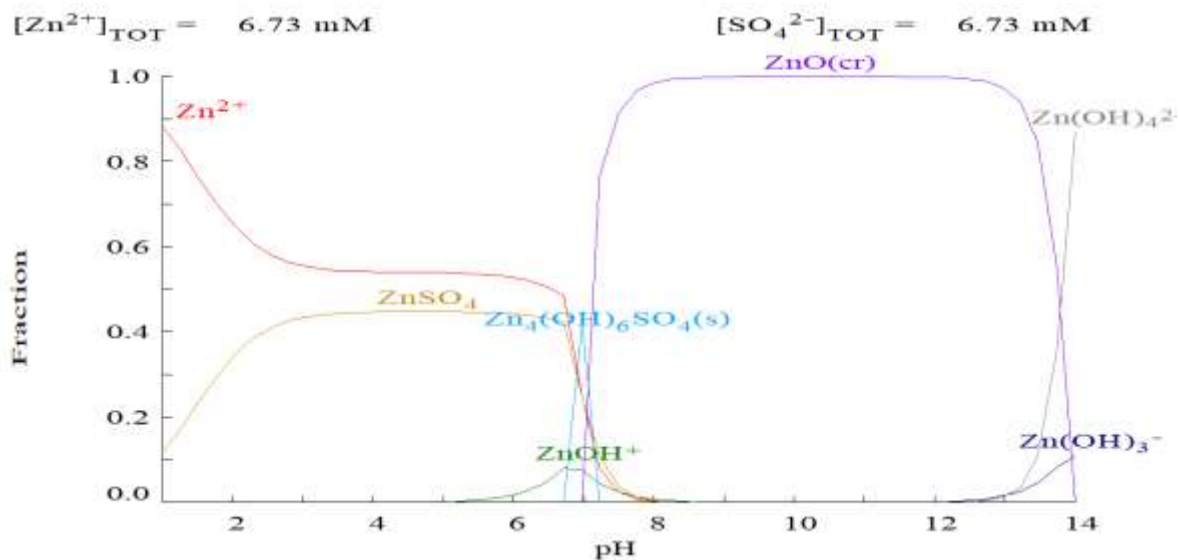
Group	Count	Mean	Different From Groups
0	1	0	30, 40, 60, 120, 180, 240, 420
5	2	0.05670004	20, 30, 40, 60, 120, 180, 240, 420
10	2	0.1362923	30, 40, 60, 120, 180, 240, 420
20	2	0.3690882	5, 40, 60, 120, 180, 240, 420
30	2	0.600015	0, 5, 10, 120, 180, 240, 420
40	2	0.7895885	0, 5, 10, 20, 120, 180, 240, 420
60	2	0.8041027	0, 5, 10, 20, 120, 180, 240, 420
120	2	1.38893	0, 5, 10, 20, 30, 40, 60, 240, 420
180	2	1.514576	0, 5, 10, 20, 30, 40, 60, 240, 420
240	2	1.899707	0, 5, 10, 20, 30, 40, 60, 120, 180
420	2	1.947426	0, 5, 10, 20, 30, 40, 60, 120, 180

$\alpha = 0.05$, Error Term = S(A), DF = 10, MSE = 0.005844978, Critical Value = 5.7212

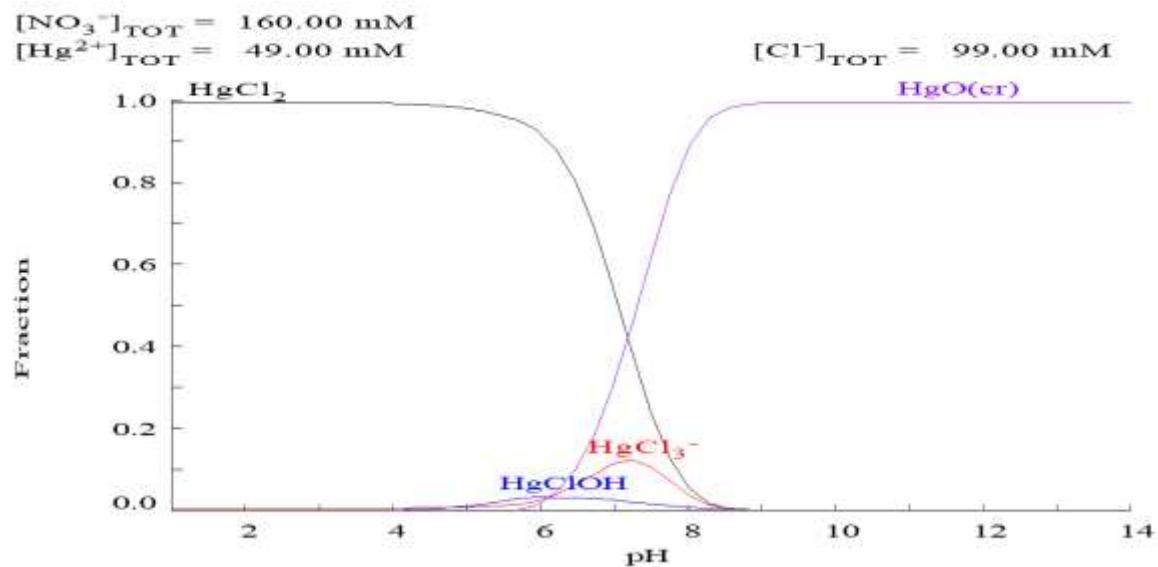
NCSS 2024, v24.0.2



A2.8. Pellets de QCCP con 0.07% con relación 1.12:1 (QCC/PCL).



A2.7. Distribución de especies para Zn (440 ppm). Medusa software.



A2.8. Distribución de especies para Hg (20 ppm). Medusa software.

Anexo 3. Cinética de adsorción para QCCP y MCP.

A3.1. Parámetros estimados de QCCP para el modelo PFO. Donde A es q_e y B es k_1 .

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	23	20	0.96384	4.58828	0.01442

A3.2. Intervalos de confianza de QCCP para los parámetros del modelo PFO. Donde PFO. A es q_e y B es k_1 .

Model Estimation

Rows Used: 23 of 23
Iterations: 20
Pseudo-R²: 0.963843
Random Seed: 7845697

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	4.58828	0.14630	4.28403	4.89253
B	0.01442	0.00124	0.01185	0.01700

A3.3. parámetros estimados de QCCP para el modelo de PSO. Donde A es q_e y B es k_2 .

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	23	17	0.96477	5.44346	0.00297

A3.4. Intervalos de confianza de QCCP para los parámetros de PSO obtenidos, donde A es q_e y B es k_2 .

Model Estimation

Rows Used: 23 of 23
Iterations: 17
Pseudo-R²: 0.964770
Random Seed: 7997416

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	5.44346	0.22184	4.98212	5.90479
B	0.00297	0.00046	0.00201	0.00393

A3.5. Parámetros obtenidos de QCCP para el modelo de Elovich, donde A es constante de tasa de adsorción inicial del modelo Elovich y B es constante de tasa de desorción del modelo de Elovich.

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	22	9	0.92069	0.25228	0.98707

A3.6. Intervalo de confianza de QCCP para los parámetros obtenidos del modelo de Elovich.

Model Estimation

Rows Used: 22 of 23
Iterations: 9
Pseudo-R²: 0.920689
Random Seed: 8035209

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	0.25228	0.03529	0.17866	0.32589
B	0.98707	0.06500	0.85147	1.12267

A3.7. Parámetros estimados de MCP para el modelo PFO. Donde A es q_e y B es k_1 .

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	21	21	0.97999	1.97121	0.01013

A3.8. Intervalos de confianza de MCP para los parámetros del modelo PFO.
Donde PFO. A es q_e y B es k_1 .

Model Estimation				
Rows Used: 21 of 21				
Iterations: 21				
Pseudo-R²: 0.979993				
Random Seed: 177868				
Parameter			95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate	Asymptotic Standard Error	Lower	Upper
A	1.97121	0.06510	1.83496	2.10745
B	0.01013	0.00085	0.00836	0.01191

A3.9. Parámetros estimados de MCP para el modelo de PSO. Donde A es q_e y B es k_2 .

Parameter Estimates for All Groups					
Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	21	30	0.97976	2.52670	0.00374

A3.10. Intervalos de confianza de MCP para los parámetros de PSO obtenidos,
donde A es q_e y B es k_2 .

Model Estimation				
Rows Used: 21 of 21				
Iterations: 30				
Pseudo-R ² : 0.979760				
Random Seed: 199652				
Parameter			95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate	Asymptotic Standard Error	Lower	Upper
A	2.52670	0.11857	2.27854	2.77486
B	0.00374	0.00060	0.00248	0.00501

A3.11. Parámetros obtenidos de MCP para el modelo de Elovich, donde A es constante de tasa de adsorción inicial del modelo Elovich y B es constante de tasa de desorción del modelo de Elovich.

Parameter Estimates for All Groups					
Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	20	9	0.95431	0.06672	2.09513

A3.12. Intervalo de confianza de MCP para los parámetros obtenidos del modelo de Elovich.

Model Estimation				
Rows Used: 20 of 21				
Iterations: 9				
Pseudo-R ² : 0.954315				
Random Seed: 220731				
Parameter			95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate	Asymptotic Standard Error	Lower	Upper
A	0.06672	0.00580	0.05453	0.07891
B	2.09513	0.10842	1.86734	2.32291

Anexo 4. Concentración de adsorbato.

A4.1. Parámetros obtenidos para el modelo de Freundlich para el efecto de la concentración de adsorbato en el compósito QCCP, donde A es KF y B es la constante n.

Parameter Estimates for All Groups					
Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	13	8	0.91178	4.50976	3.43206

A4.2. Estimaciones del modelo de Freundlich para el efecto de la concentración de adsorbato en el compósito QCCP, donde A es KF y B es la constante n.

Model Estimation				
Rows Used: 13 of 13				
Iterations: 8				
Pseudo-R ² : 0.911779				
Random Seed: 5759110				
Parameter			95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate	Asymptotic Standard Error	Lower	Upper
A	4.50976	0.96617	2.38323	6.63628
B	3.43206	0.49555	2.34137	4.52276

A4.3. Parámetros obtenidos para el modelo de Langmuir para el efecto de concentración de adsorbato en el compósito QCCP, donde A es q max y B es kL

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	13	16	0.96804	24.87920	0.03774

A4.4. Estimaciones del modelo de Langmuir para el efecto de concentración de adsorbato en el compósito QCCP, donde A es q max y B es kL

Model Estimation

Rows Used: 13 of 13
Iterations: 16
Pseudo-R²: 0.968043
Random Seed: 54431

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	24.87920	1.01624	22.64248	27.11593
B	0.03774	0.00650	0.02343	0.05205

A4.5. Parámetros obtenidos para el modelo de Freudlich para el compósito MCP, donde A es KF y B es la constante n.

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	12	8	0.99205	1.66115	1.85678

A4.6. Estimaciones para el modelo de Freundlich para el compósito MCP, donde A es KF y B es la constante n.

Model Estimation

Rows Used: 12 of 12
Iterations: 8
Pseudo-R²: 0.992047
Random Seed: 7870

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	1.66115	0.19197	1.23342	2.08889
B	1.85678	0.08352	1.67069	2.04287

A4.7. Parámetros obtenidos para el efecto de concentración de adsorbato para MCP, modelo de Lagmuir, donde A es q max y B es kL

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	12	26	0.97556	39.45961	0.01152

A4.8. Estimaciones del modelo de Langmuir para MCP, donde A es q max y B es kL

Model Estimation

Rows Used: 12 of 12
Iterations: 26
Pseudo-R²: 0.975561
Random Seed: 8617765

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	39.45961	3.86682	30.84379	48.07543
B	0.01152	0.00255	0.00584	0.01721

Anexo 5. Dosis de adsorbente y desorción.

A5.1. Parámetros obtenidos para el modelo de Freundlich para el efecto de dosis de adsorbente, donde A es KF y B es la constante n.

Parameter Estimates for All Groups

Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	12	7	0.96093	0.11890	2.47612

A5.2. Estimaciones del modelo de Freundlich para el efecto de dosis de adsorbente, donde A es KF y B es la constante n.

Model Estimation

Rows Used: 12 of 12
Iterations: 7
Pseudo-R²: 0.960935
Random Seed: 3876844

Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	0.11890	0.00736	0.10249	0.13531
B	2.47612	0.22065	1.98447	2.96776

A5.3. Parámetros estimados para el modelo de Langmuir para el efecto de dosis de adsorbente, donde A es q max y B es kL

Parameter Estimates for All Groups

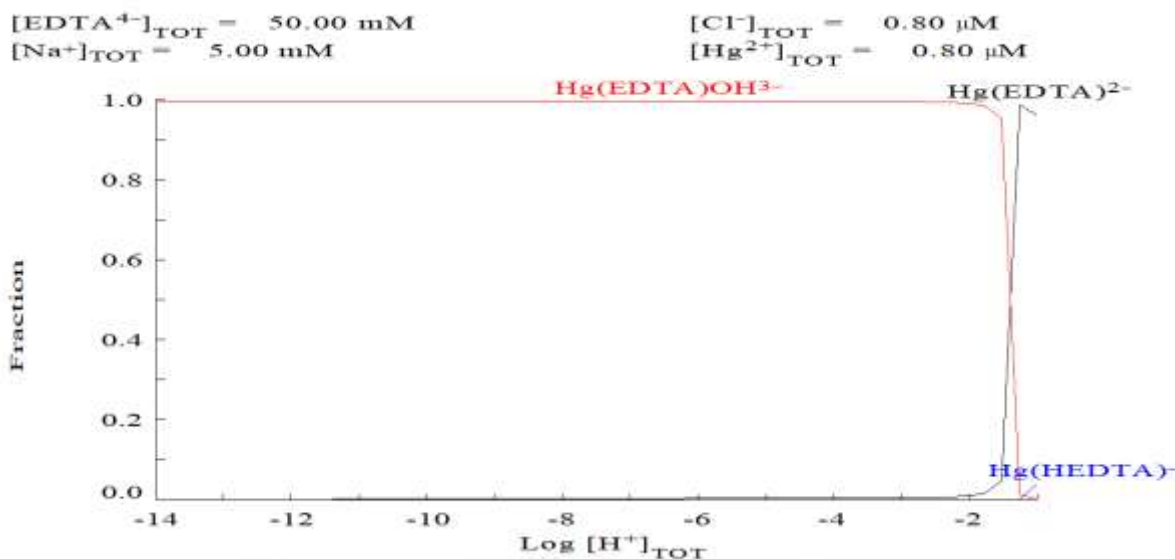
Groups	Count	Iterations	Pseudo-R ²	A	B
All	12	6	0.98088	0.31444	0.66721

A5.4. Estimaciones del modelo de Langmuir para el efecto de dosis de adsorbente, donde A es q max y B es kL.

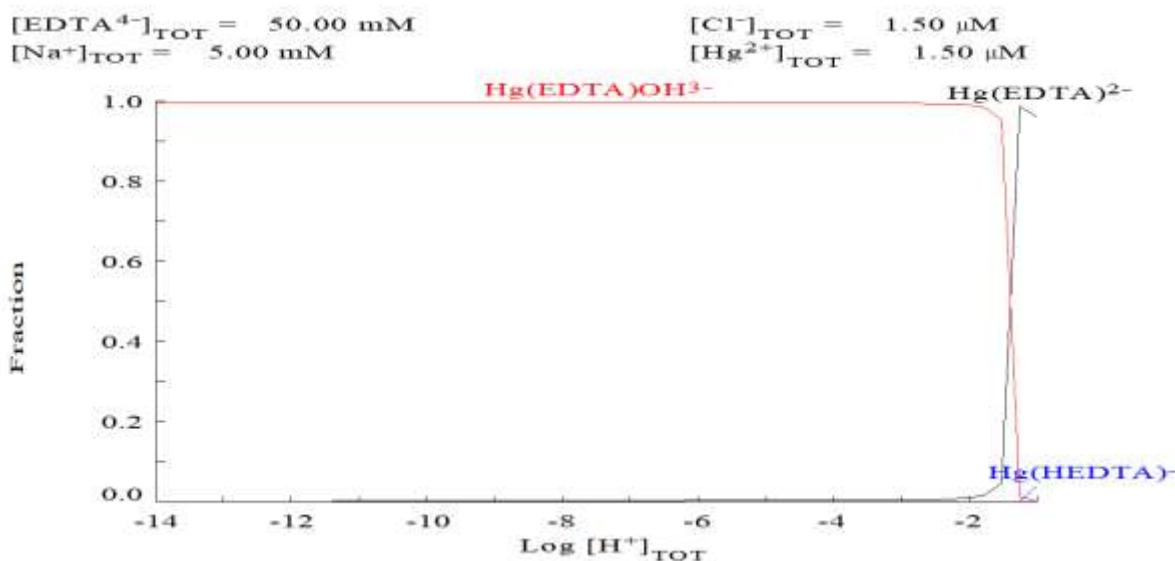
Model Estimation

Rows Used: 12 of 12
Iterations: 6
Pseudo-R²: 0.980882
Random Seed: 3812789

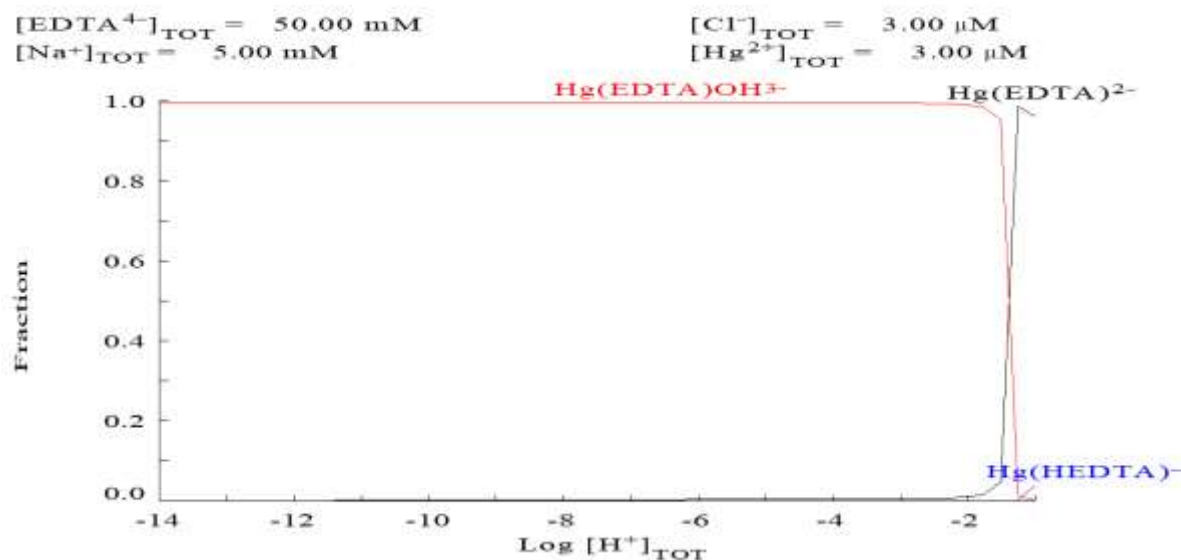
Parameter		Asymptotic Standard Error	95% Confidence Interval Limits for the Parameter	
Name	Estimate		Lower	Upper
A	0.31444	0.01440	0.28235	0.34653
B	0.66721	0.09267	0.46074	0.87369



A5.5. Diagrama de distribución de especies para el Hg 16 ppm en un medio acuoso de EDTA (15g/L) 0.5 N de NaOH.

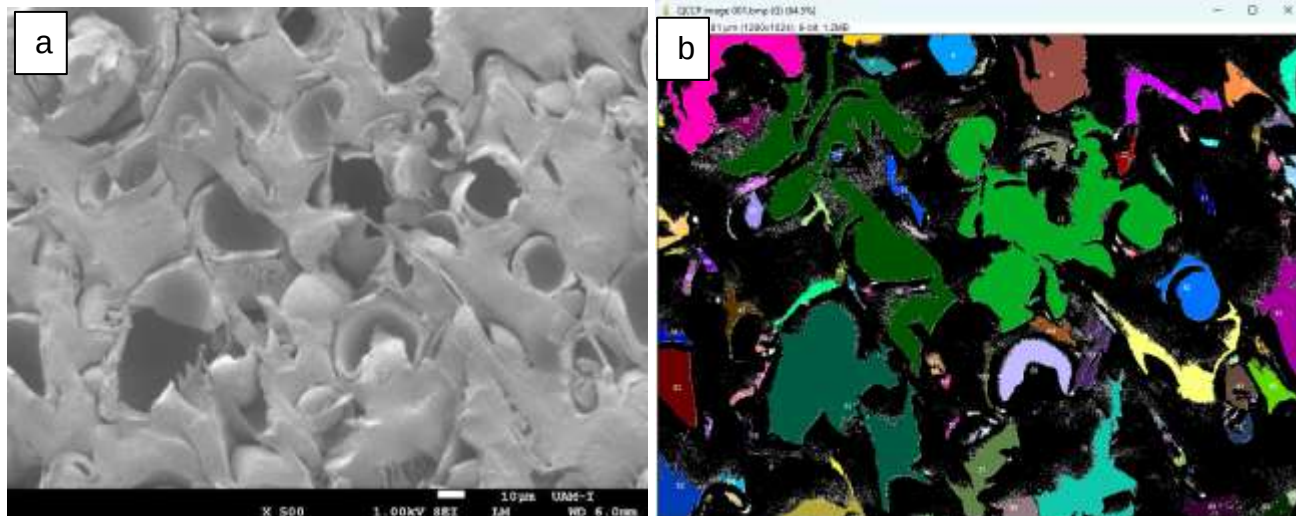


A5.6. Diagrama de distribución de especies para Hg 30 ppm en un medio acuoso de EDTA (15g/L) 0.5 N NaOH.

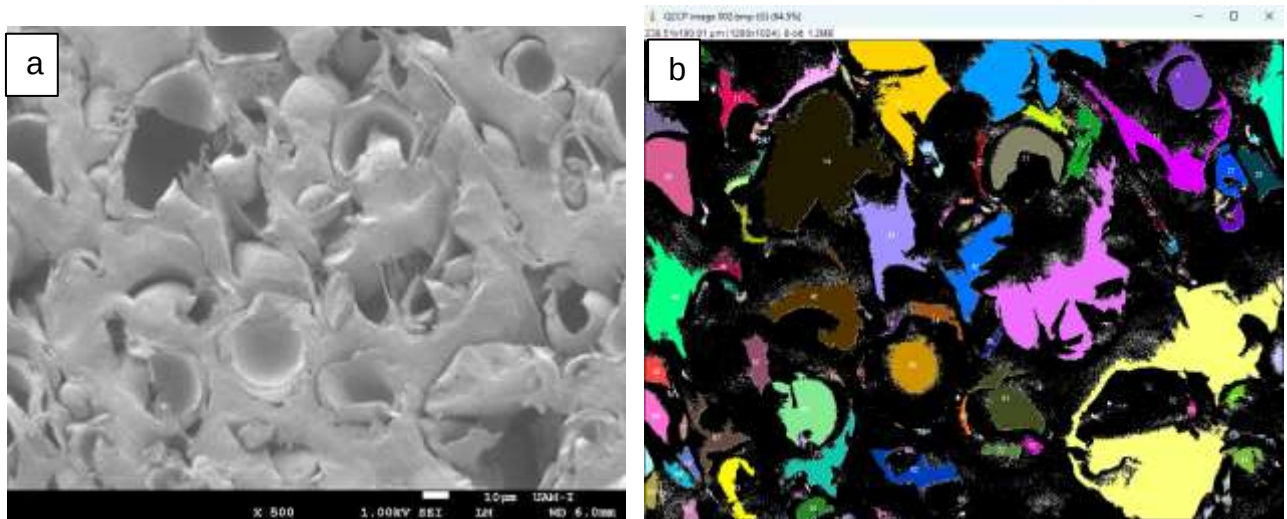


A5.7. Diagrama de distribución de especies para Hg a 60 ppm en un medio acuoso de EDTA (15g/L) 0.5 N NaOH.

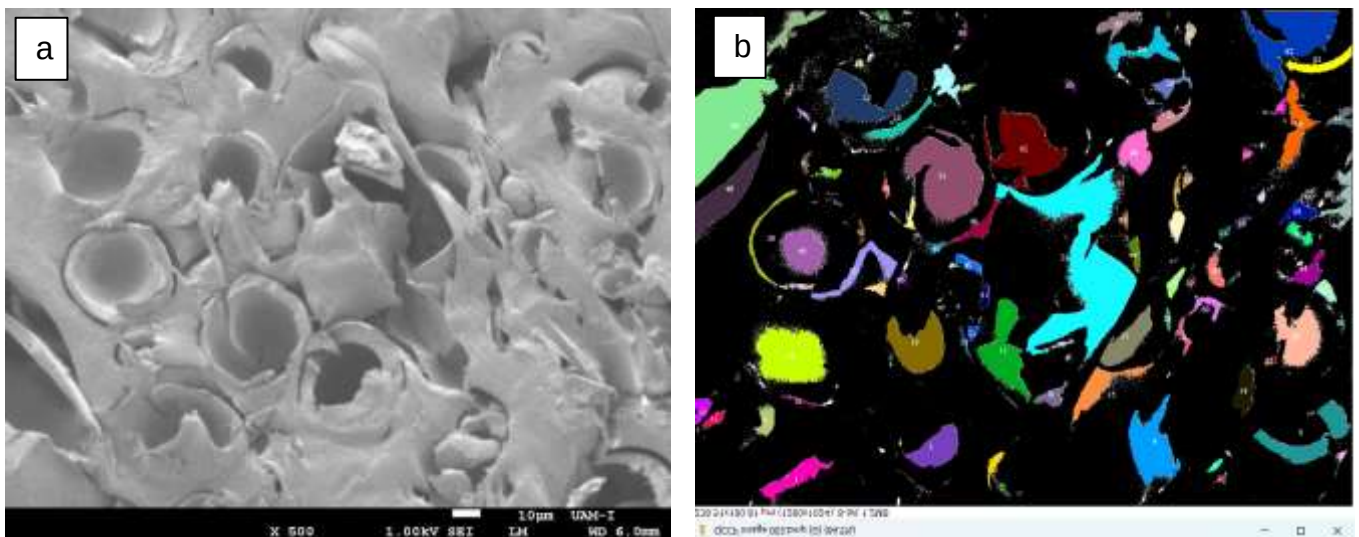
Anexo 6. Porosidad del material



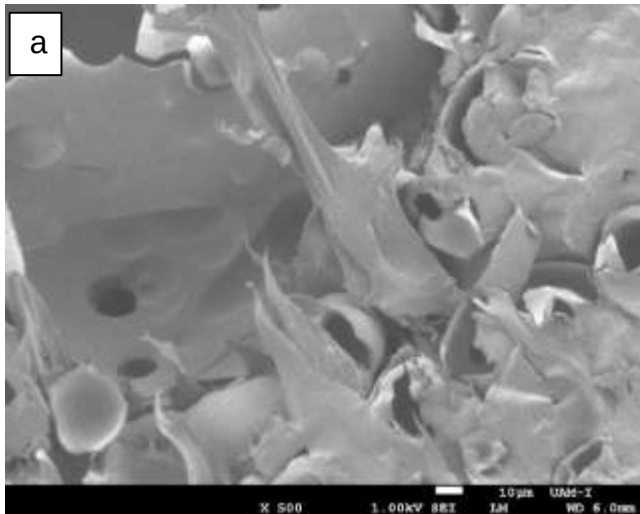
A6.1. (a) Imagen número 1 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 147.483 μm .



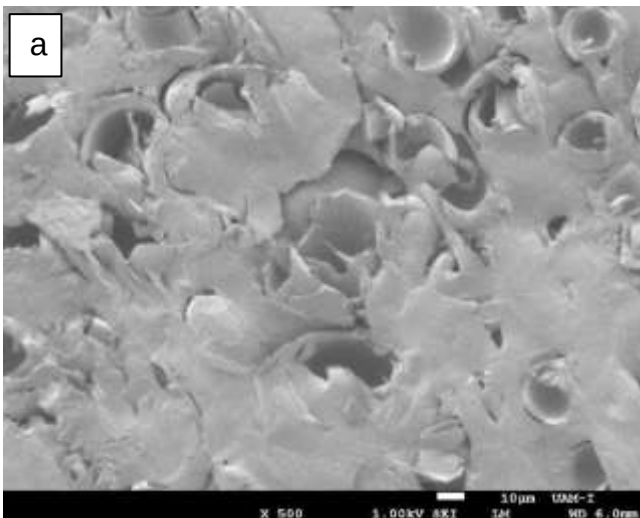
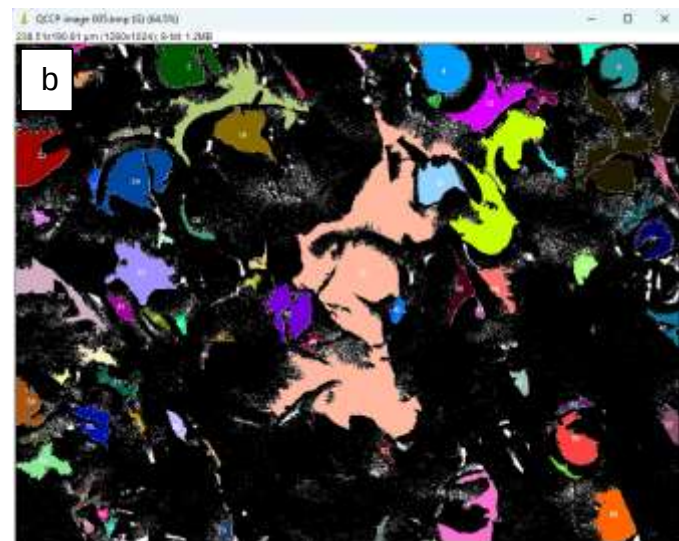
A6.2. (a) Imagen número 2 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 143.104 μm .



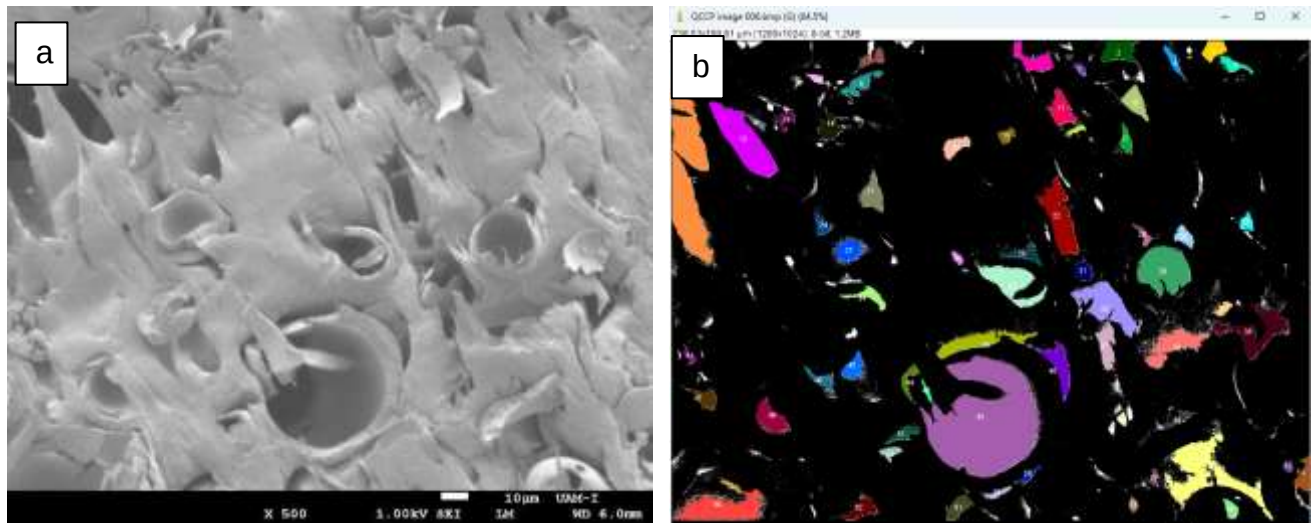
A6.3. (a) Imagen número 3 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 94.240 μm .



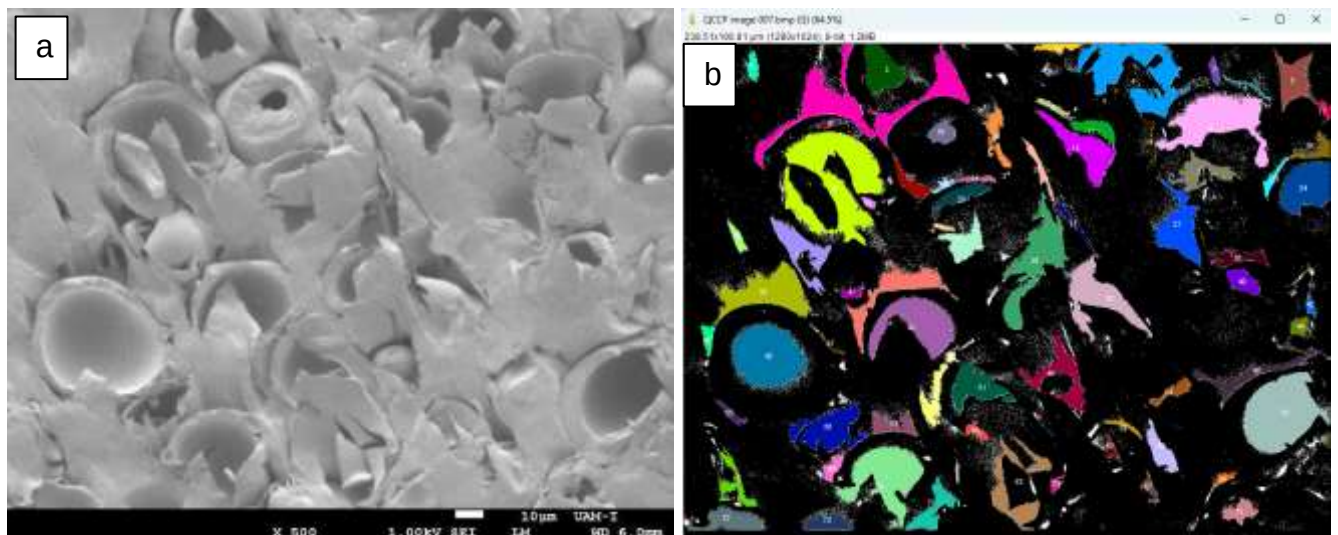
A6.4. (a) Imagen número 4 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 103.971 μm .



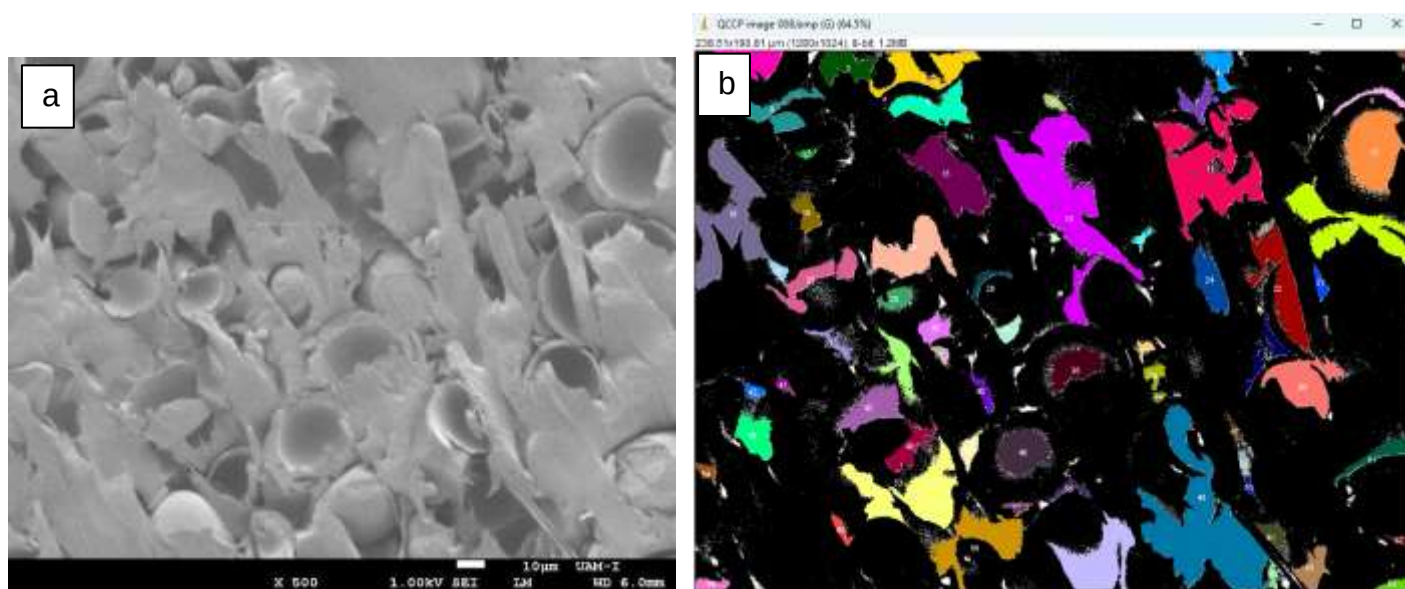
A6.5. (a) Imagen número 5 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 115.765 μm .



A6.6. (a) Imagen número 6 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
 (b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
 tamaño de poro promedio fue de 89.901 μm .



A6.7. (a) Imagen número 7 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
(b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
tamaño de poro promedio fue de 134.104 μm .



A6.8. (a) Imagen número 8 obtenida por microscopia SEM con un aumento X500,
(b) Estimaciones del tamaño de poro determinado con el software “imagej” cuyo
tamaño de poro promedio fue de 141.670 μm .

Anexo 7. Pruebas Mecánicas



A7.1. Prueba de punción. Tomada por Prof. Mariana Ramírez Gilly. Alimentos y Biotecnología. Facultad de Química de la UNAM.

Anexo 8. Pruebas de compostabilidad.



A8.1. Pila composta de la planta de producción de composta del IPN, unidad Zacatenco. En la esquina inferior izquierda se pueden observar los costales listos para inocularse.

A8.2. Prueba de Tukey-Kramer con una significancia del 5% para saber si el porcentaje de pérdida de peso en la primera semana de compostaje son significativamente diferentes entre tratamientos.

Tukey-Kramer Multiple Comparison Test

Comparison Term: Tratamiento

Group	Count	Mean	Different From Groups
1	2	44.72585	
2	3	63.97467	

A8.3. Prueba de Tukey-Kramer con una significancia del 5% para saber si el porcentaje de pérdida de peso en la segunda semana de compostaje son significativamente diferentes entre tratamientos

Tukey-Kramer Multiple Comparison Test

Comparison Term: Tratamiento

Group	Count	Mean	Different From Groups
1	2	74.2405	
2	3	58.22007	

$\alpha = 0.05$, Error Term = S(A), DF = 3, MSE = 58.81588, Critical Value = 4.5007

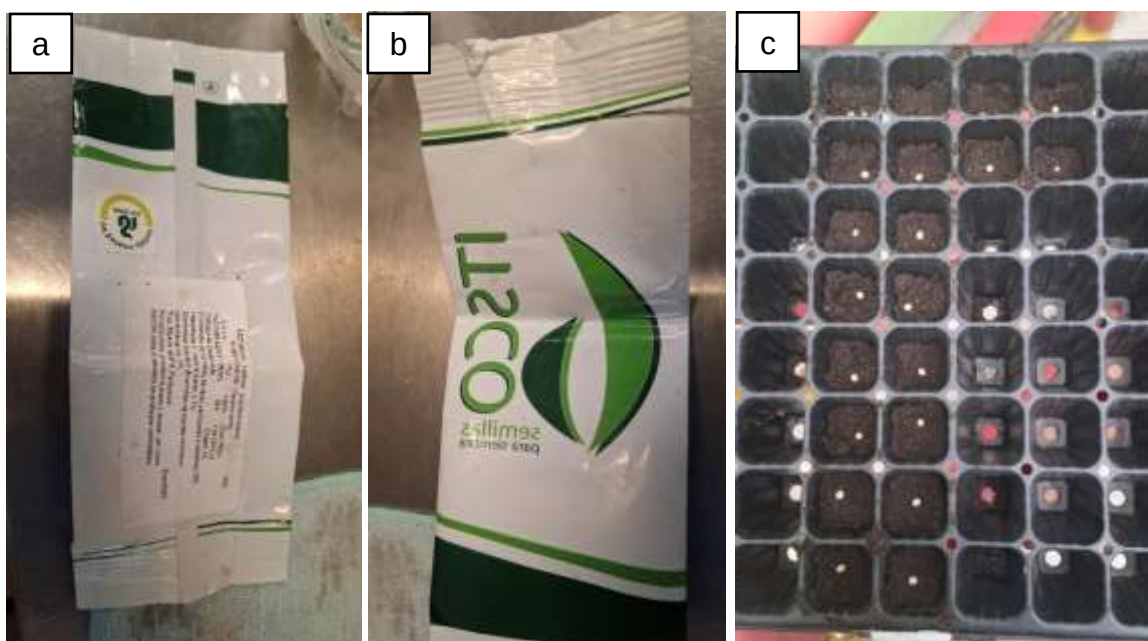
A8.4. Prueba de Tukey-Kramer con una significancia del 5% para saber si el porcentaje de pérdida de peso en la cuarta semana de compostaje son significativamente diferentes entre tratamientos.

Tukey-Kramer Multiple Comparison Test

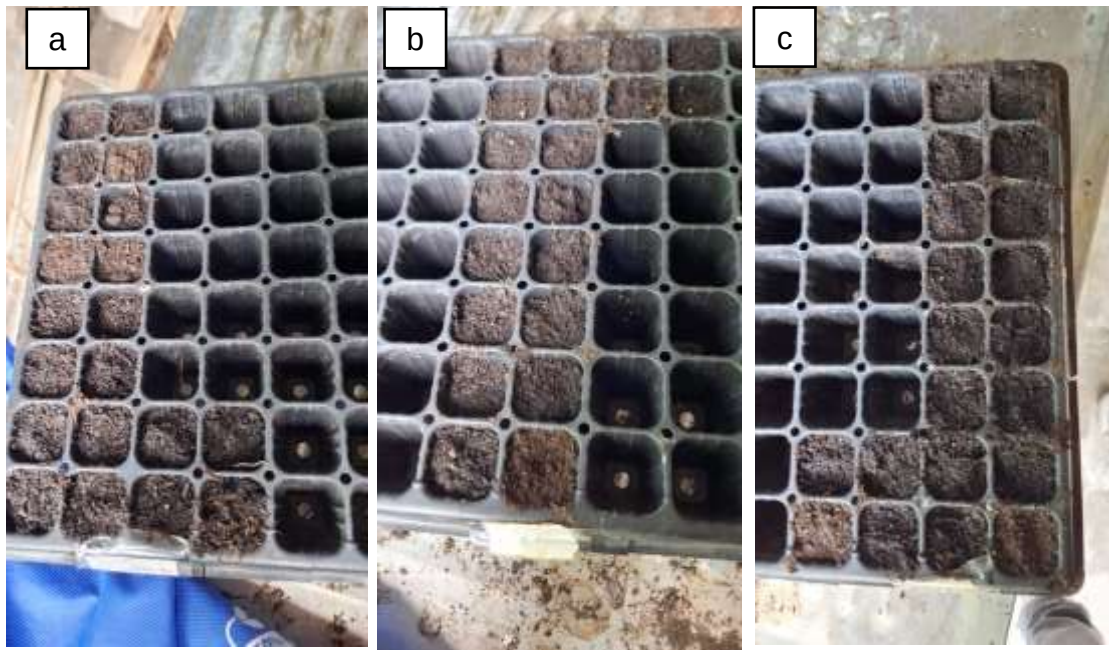
Comparison Term: Tratamiento

Group	Count	Mean	Different From Groups
1	2	96.86739	
2	3	92.87299	

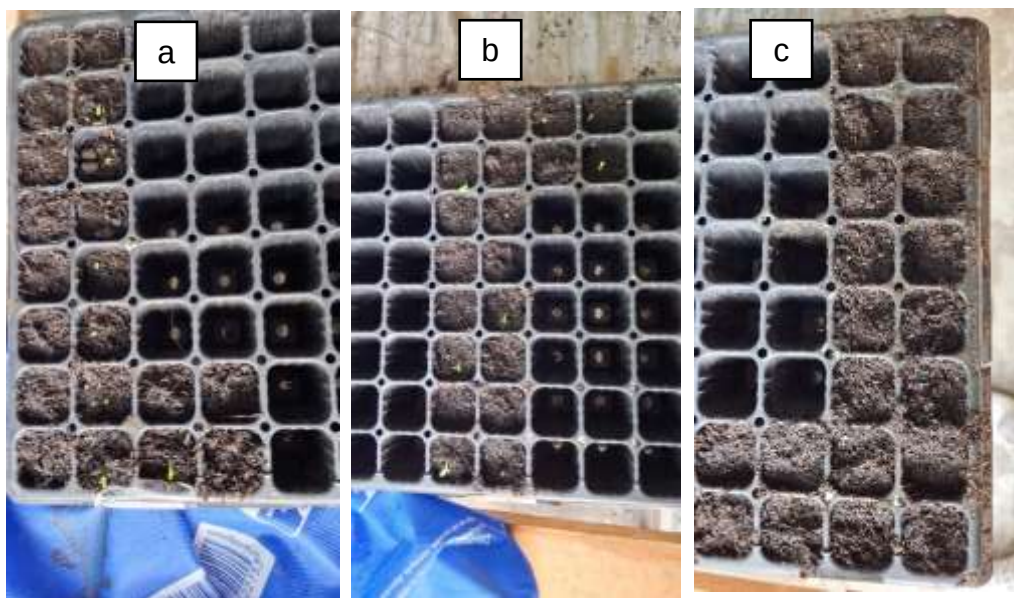
$\alpha = 0.05$, Error Term = S(A), DF = 3, MSE = 14.53785, Critical Value = 4.5007



A8.5. Inoculación de las semillas de lechuga italiana (*Lactuca Sativa*), 20 unidades/ tratamiento.

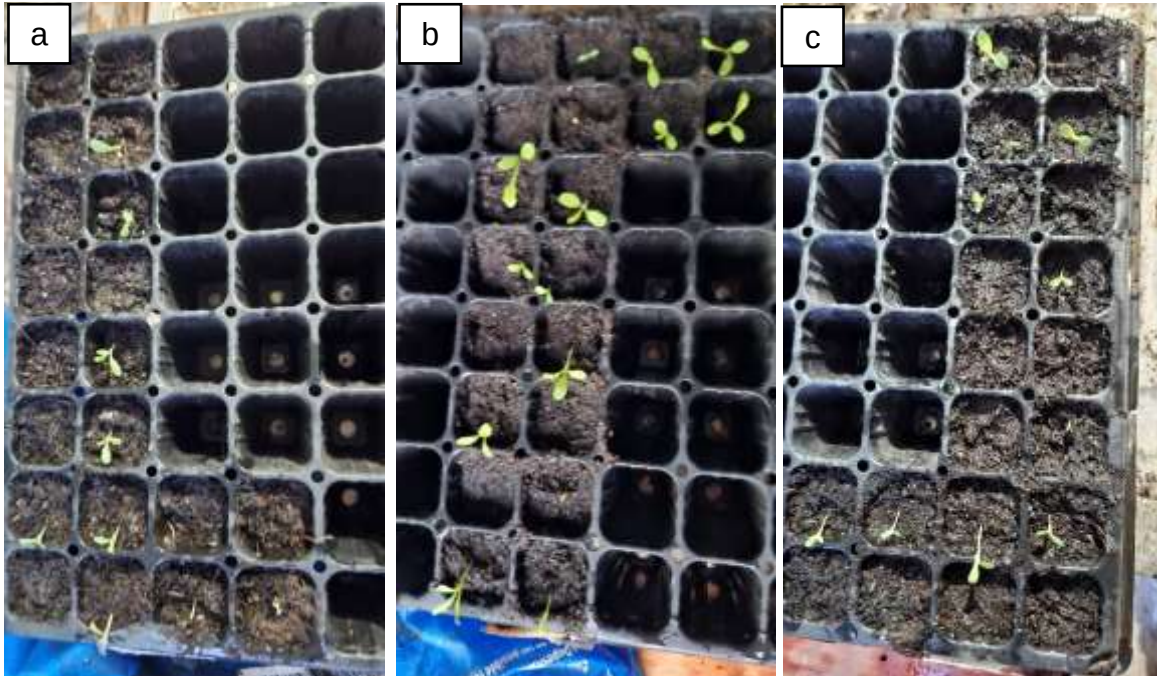


A8.6. Primera semana de crecimiento de las lechugas italianas con composta previamente tratada. (a) Tratamiento de composta sin inocular compósitos. (b) Tratamiento de lechugas con composta inoculadas con compósitos sin contaminar. (c) Tratamiento de lechugas inoculadas con compósito contaminado con Hg.



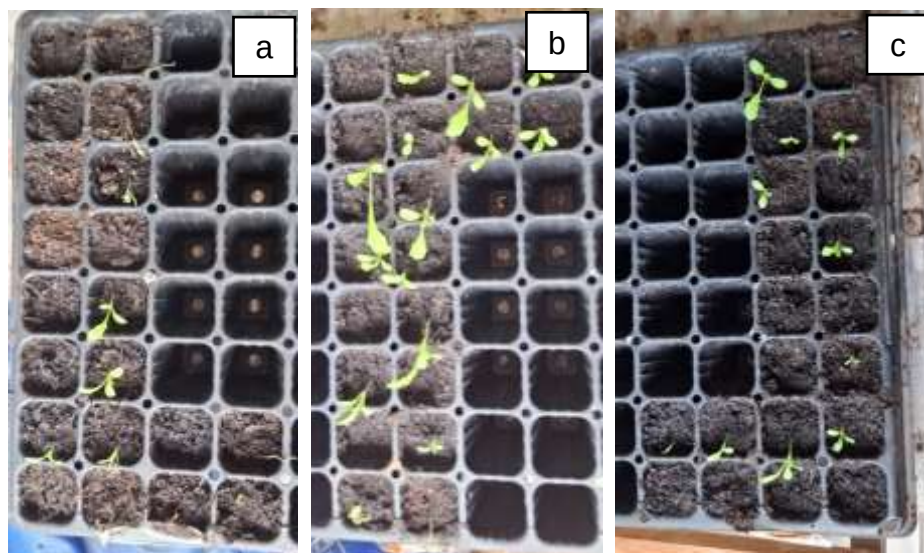
A8.7. Segunda semana de crecimiento de las lechugas italianas con composta previamente tratada. (a) Tratamiento de composta sin inocular compósitos. (b)

Tratamiento de lechugas con composta inoculadas con compósitos sin contaminar. (c) Tratamiento de lechugas inoculadas con compósito contaminado con Hg.



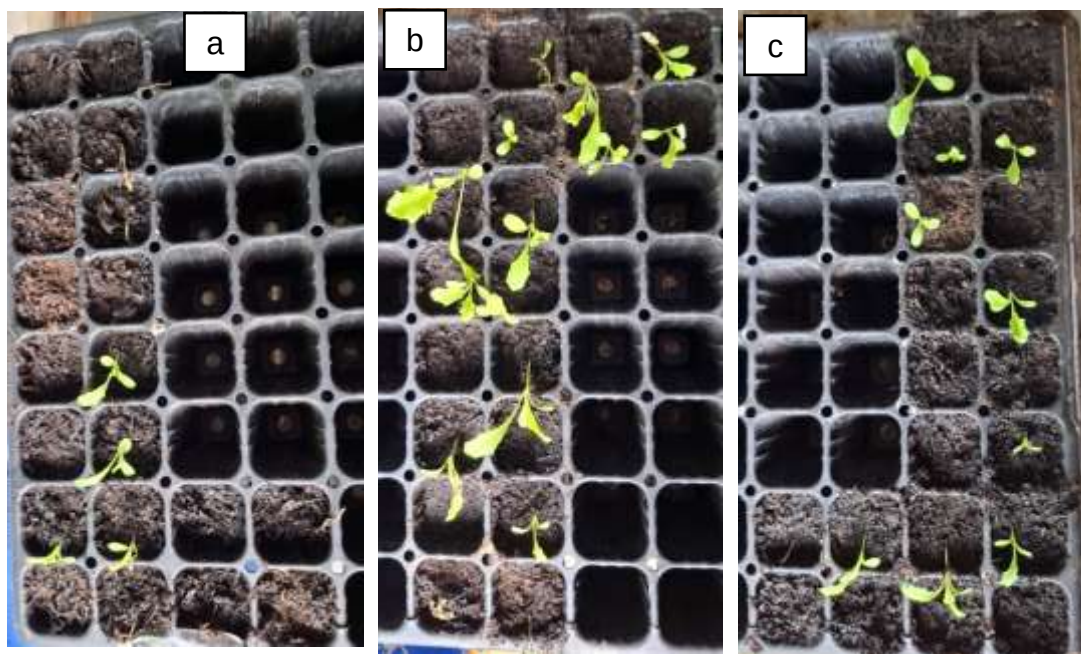
A8.8. Tercera semana de crecimiento de las lechugas italianas con composta previamente tratada. (a) Tratamiento de composta sin inocular compósitos. (b)

Tratamiento de lechugas con composta inoculadas con compósitos sin contaminar. (c) Tratamiento de lechugas inoculadas con compósito contaminado con Hg.



A8.9. Cuarta semana de crecimiento de las lechugas italianas con composta previamente tratada. (a) Tratamiento de composta sin inocular compósitos. (b)

Tratamiento de lechugas con composta inoculadas con compósitos sin contaminar. (c) Tratamiento de lechugas inoculadas con compósito contaminado con Hg.



A8.10. Quinta semana de crecimiento de las lechugas italianas con composta previamente tratada. (a) Tratamiento de composta sin inocular compósitos. (b)

Tratamiento de lechugas con composta inoculadas con compósitos sin contaminar. (c) Tratamiento de lechugas inoculadas con compósito contaminado con Hg.

Índice de germinación



A8.11. Germinaciones a los 5 días de *Lactuca Sativa* en blanco de composta sobre cajas petri



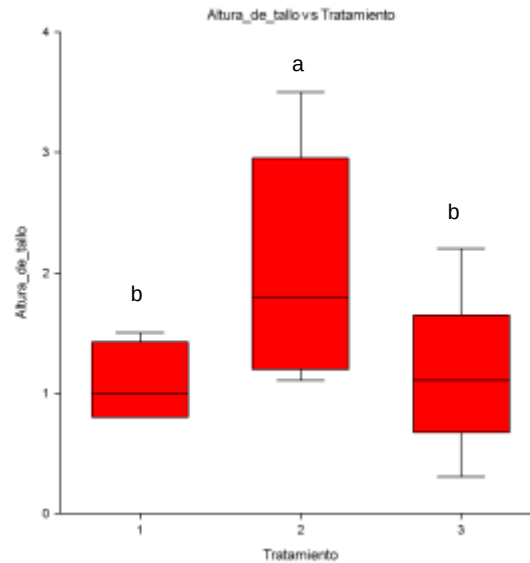
A8.12. Germinaciones a los 5 días de *Lactuca sativa* en composta inoculada con el polímero QCCP sin Hg sobre cajas petri.



A8.13. Germinaciones a los 5 días de *Lactuca sativa* en composta contaminada con QCCP previamente tratado para adsorción de Hg sobre cajas petri.

Anexos 8.14. Prueba Pearson con distribución Ji cuadrada para los diferentes tratamientos de composta vs las germinaciones.

Cross Tabulation Report					
Dataset	C:\Users\cristi\Documents\Documentos para tesis\Trim 24-P\Ecotoxicidad\Prueba distribución Xi cuadrada.NCSS				
Frequency	F				
Row Variable	Tratamiento				
Column Variable	germina				
Counts Table (Tratamiento by germina)					
	germina				
Tratamiento	no	si	Total		
Compo stHg	3	9	12		
Compo stQCCP	1	11	12		
Compo sta	2	10	12		
Total	6	30	36		
Tests for Row-Column Independence (Tratamiento by germina)					
H0: "Tratamiento" and "germina" are independent.					
H1: "Tratamiento" and "germina" are associated (not independent).					
Test	Type	Chi-Square Value	DF	Prob Level	Reject H0 at $\alpha = 0.05$?
Pearson's Chi-Square † Yates' Cont. Correction*	2-Side d	1.200	2	0.5488	No
† WARNING: At least one cell had an expected value less than 5.					
* Test computed only for 2x2 tables.					
NCSS 2024, v24.0.2			10/12/2024 05:41:51 p. m. 2		



A8.15. Gráfico de cajas para las alturas de los tallos de lechuga (*Lactuca sativa*) con los diferentes tratamientos. Prueba Tukey-Kramer con un nivel de significancia de 5%.

Anexos 8.16. Prueba Pearson con distribución Ji cuadrada para los diferentes tratamientos de composta vs las germinaciones, con los porcentajes.

Counts Table
(Tratamiento by germina)

Tratamiento	germina		Total
	no	si	
Compo stHg	25	75	100
Compo stQCCP	8	92	100
Compo sta	17	83	100
Total	50	250	300

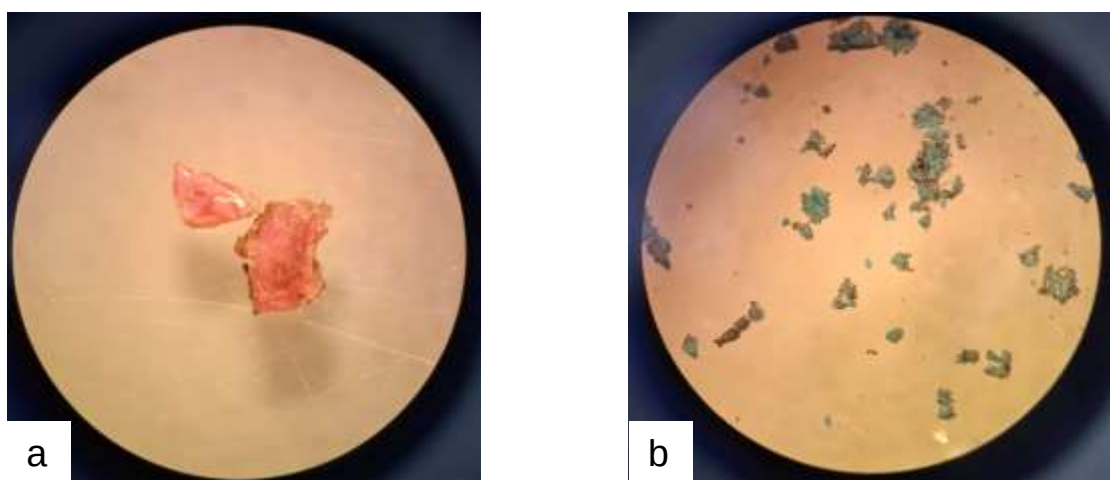
Tests for Row-Column Independence
(Tratamiento by germina)

H0: "Tratamiento" and "germina" are independent.
H1: "Tratamiento" and "germina" are associated (not independent).

Test	Type	Chi-Square Value	DF	Prob Level	Reject H0 at $\alpha = 0.05$?
Pearson's Chi-Square Yates' Cont. Correction*	2-Sided	10.044	2	0.0066	Yes

A 8.1 Microplásticos encontrados en la pila de composta.

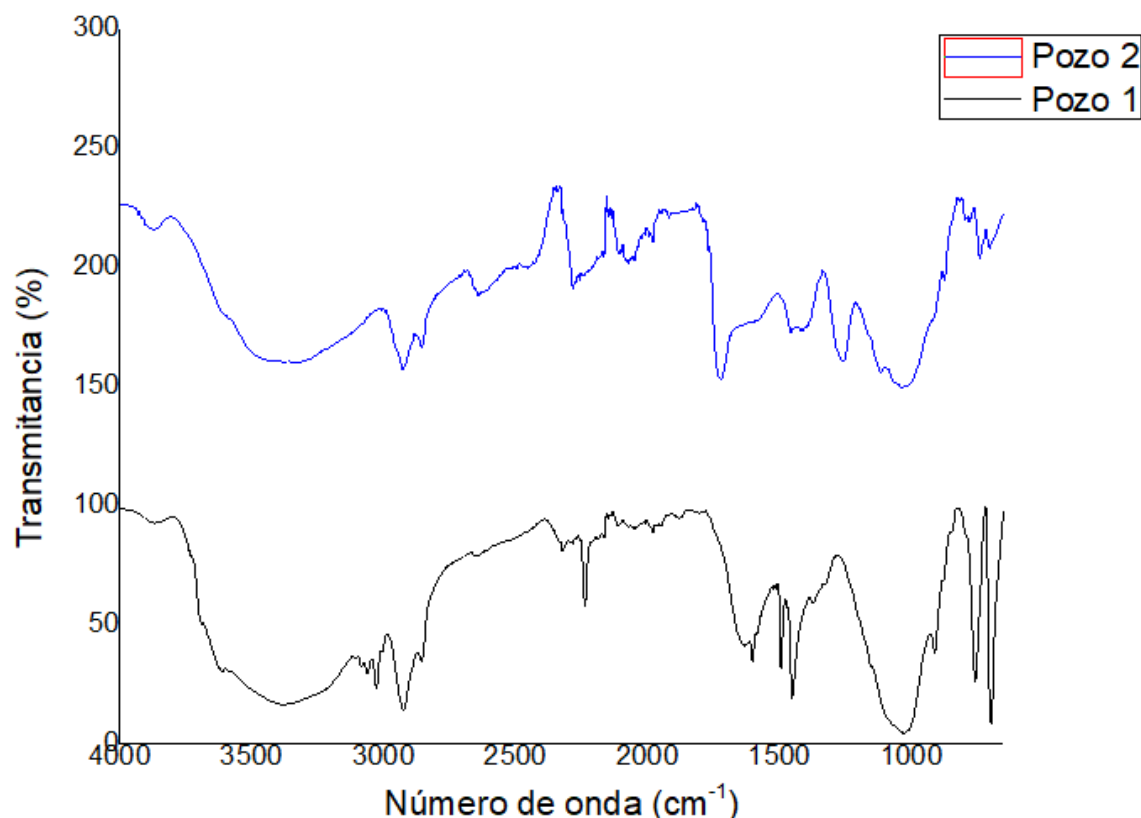
La norma NMX-180 permite en las pilas de composta pueden admitir un máximo de 10% de residuos sólidos urbanos, en los cuales puede haber plásticos derivados del petróleo. En anexos 8.20 se presenta el análisis de similitud de bandas con referencias de la biblioteca del equipo de FTIR mostró una similitud del 70% (A 8.18) con el ácido ftálico y en menor medida con otros tipos de ftalatos para los polímeros encontrados en los pozos donde se inoculó la composta (A 8.17). Los ftalatos son ésteres de ácido ftálico y se emplean en la industria de plásticos como plastificantes para mejorar propiedades de flexibilidad y duración, como es el caso del cloruro de polivinilo (PVC) o el Tereftalato de polietileno (PET), por decir algunos. Los ftalatos no están unidos químicamente al polímero, por lo que al degradarse se liberan, en este caso, a la composta (Bustamante P., *et al.*, 2001).



A 8.17. (a) Material plástico encontrado en el pozo 1 a 60 cm de profundidad (b) Material plástico encontrado en el pozo 2 a 60 cm de profundidad, ambos con aumento 40X.

Para el análisis FTIR de las muestras (A8.18) según Pavía y colaboradores en 2015 hay varias regiones en el espectro relacionadas a lo anteriormente encontrado en la biblioteca del equipo de FTIR, el ácido carboxílico tiene los siguientes tipos de estiramiento uno de los números de onda de 3400 cm^{-1} aparece una banda bastante intensa relacionada con los movimientos de estiramiento O-H y sus respectivas bandas de confirmación que aparecen a 1717 cm^{-1} y a 1256 cm^{-1} , los cuales corresponden a los movimientos de estiramiento de C=O y a los movimientos de estiramiento de C-O asociados a bajas frecuencias. Los anillos aromáticos suelen aparecer en los números de onda $3050\text{-}3010\text{ cm}^{-1}$, lo cual puede explicar que tenga una intensidad tan amplia. Además, los anillos aromáticos siempre aparecen bandas de estiramiento C=C pares a los 1600 cm^{-1} y a los 1475 cm^{-1} , las cuales efectivamente aparecen y también movimientos del tipo “out of plane bending” de =C-H que ocurre a los 870 cm^{-1} . Aparecen muchas otras bandas, como por ejemplo

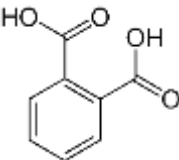
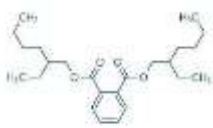
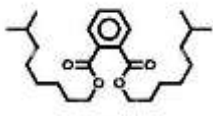
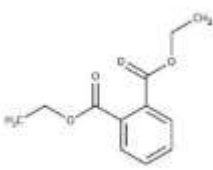
los movimientos relacionados a las cadenas carbonadas como lo son los movimientos de estiramiento C-H a los 2940 y 2859 cm^{-1} , con las bandas de confirmación del movimiento de doblamiento C-H₂ que aparecen a los 1465 cm^{-1} y el movimiento de “rocking” a los 720 cm^{-1} para el mismo grupo funcional.



A 8.18. Espectros FTIR de los materiales plásticos encontrados en los pozos 1 y 2 (Negro y azul, respectivamente).

En caso de que se desee usar la composta para la agricultura o rehabilitación de áreas verdes públicas o privadas, estos ftalatos presentes pueden llegar a ser ingeridos por la biota del suelo lo cual puede ocasionar efectos perjudiciales a la salud relacionados con la reproducción, el sistema endocrino e incluso puede llegar afectar el sistema renal y hepático (AIMPAS, 2024, Katsikantami I., *et al.*, 2016). Kapanen y colaboradores, (2007) observaron que a diferentes concentraciones de Dietilftalato (DEP) indujeron una respuesta tóxica al añadir DEP al sustrato de composta, tanto en la prueba de toxicidad en plantas como en el análisis de la comunidad microbiana, en el segundo caso, pasó de haber una amplia diversidad a microbiana a sólo 10 especies principales de entre las cuales había *Sphingomonas* sp., *Pseudomonas* sp., *Actinomyces* sp. Se ha encontrado que algunos microorganismos son capaces de degradar los ftalatos, lo que significa que la supresión de otros microorganismos podría deberse a la disponibilidad y toxicidad del sustrato con DEP.

A 8.19. Ftalatos más comunes (AIMPAS, 2024) (Bustamante P., 2001).

Ftalato	Acrónimo e imagen
Ácido ftálico	
Ftalato de bis(2-etilhexilo)	<p>DEHP</p>  <p>DEHP</p>
Ftalato de diisodecilo	<p>DIDP</p>  <p>DIDP</p>
Ftalato de diisononilo	<p>DINP</p>  <p>DINP</p>
Dietilftalato	<p>DEP</p> 

exp #1

Pozo dos 60 cm.ap. Peak Table

Pozo dos 60 cm.ap. / Spectrum.lst Euclidean Search Hit List

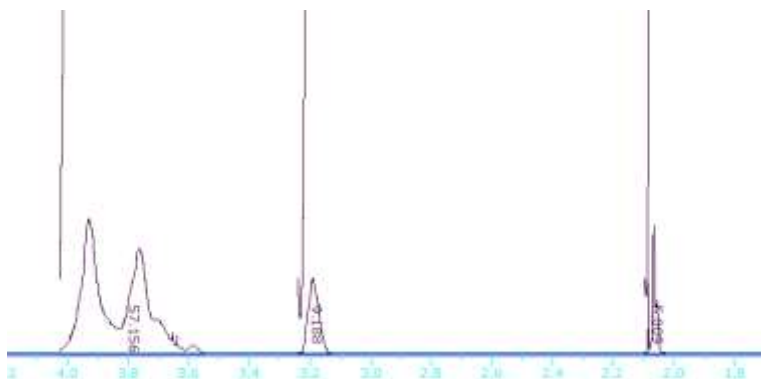
0.726	C09505	PHthalic ACID, BUTYL CYCLOHEXYL ESTER
0.722	L02130	DIOCTYL PHTHALATE
0.720	L02140	BIS-(2-ETHYLHEXYL) PHTHALATE
0.718	F00102	DIOBTYL PHTHALATE
0.717	C09576	PHthalic ACID, DIPENTYL ESTER
0.710	F10103	CTA 87 8035 PHESTER (MODEL)
0.707	C09587	DECYL DECYL PHTHALATE
0.705	C09589	ISOOCTYL DECYL PHTHALATE
0.700	C09606	PHthalic ACID, DI(N-METHYLPENTYL) ESTER
0.698	C09578	PHthalic ACID, DI-2-ETHYLHEXYL ESTER

A8.20. Porcentaje de similitud con las bandas encontradas para el polímero en el pozo dos encontrado.

Anexo 9. Cálculos

Espectros de RMN H^1

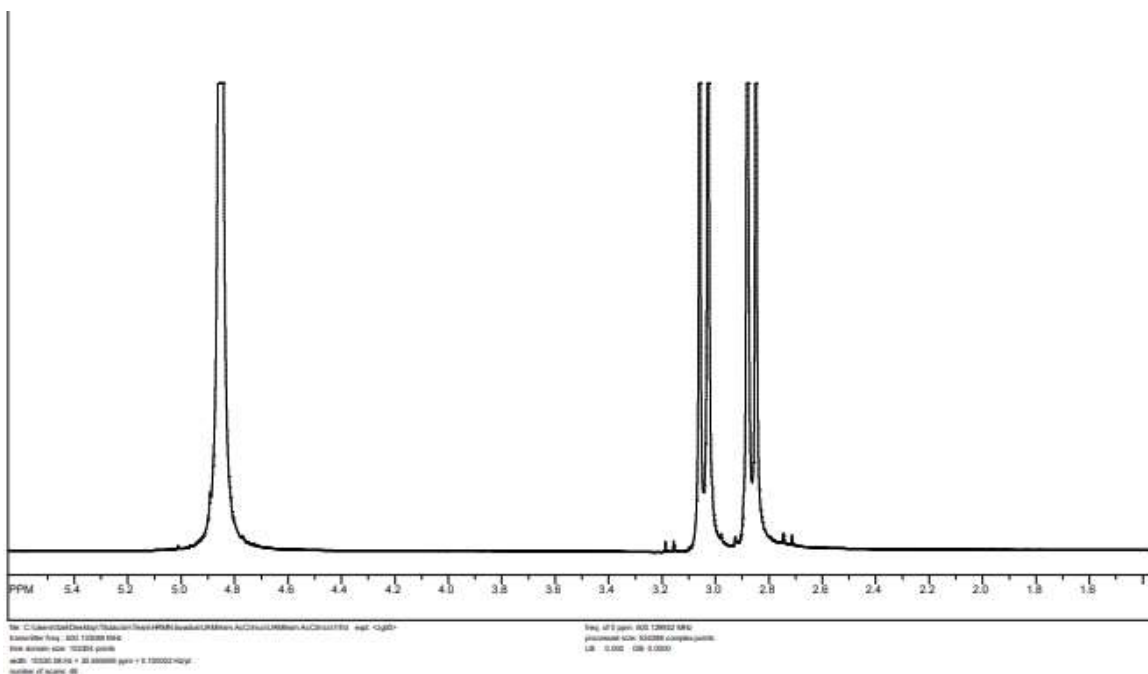
Q biológico:



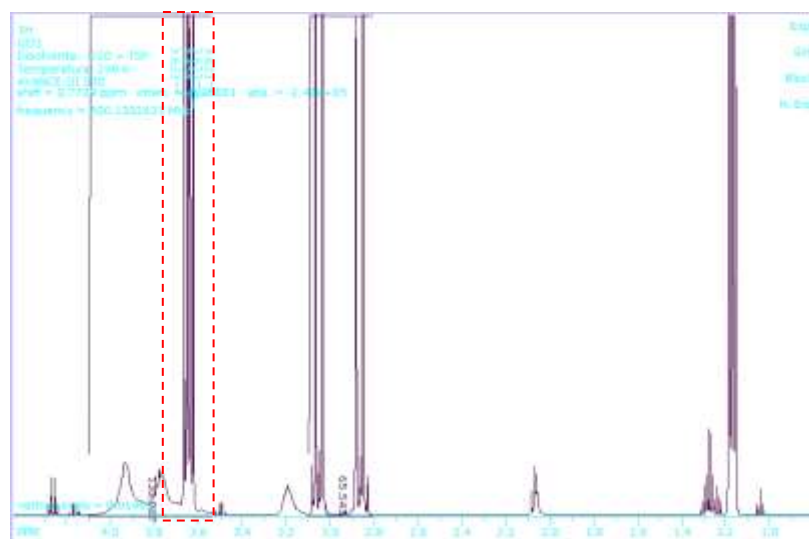
A9.1. Áreas del espectro de resonancia magnética nuclear de Q biológico.

$$DA(\%) = \frac{\frac{1}{3} ACH_3}{\frac{1}{6} \sum_{i=2}^6 AH_i} \times 100$$

$$DA(\%) = \frac{\frac{1}{3} \times 5.009}{\frac{1}{6} (57.156 + 9.188)} \times 100 = 15.1\%$$



A9.2. Espectro de H RMN del AC J. T. Baker. (Rodríguez *et al.*, 2010)



A9.3. Espectro RMN H^1 de la película de Q-co-cítrico con Q biológico-químico utilizado (injerto de 0.07%). El rectángulo rojo punteado identifica la alteración en el Massif A del Q-co-cítrico:

$$\% \text{incorporación ac. cítrico} = \frac{\left(\frac{\text{incorporación ac. cítrico}}{4} \right)}{\left(\frac{\text{incorporación masiso a}}{6} \right)} \times 100$$

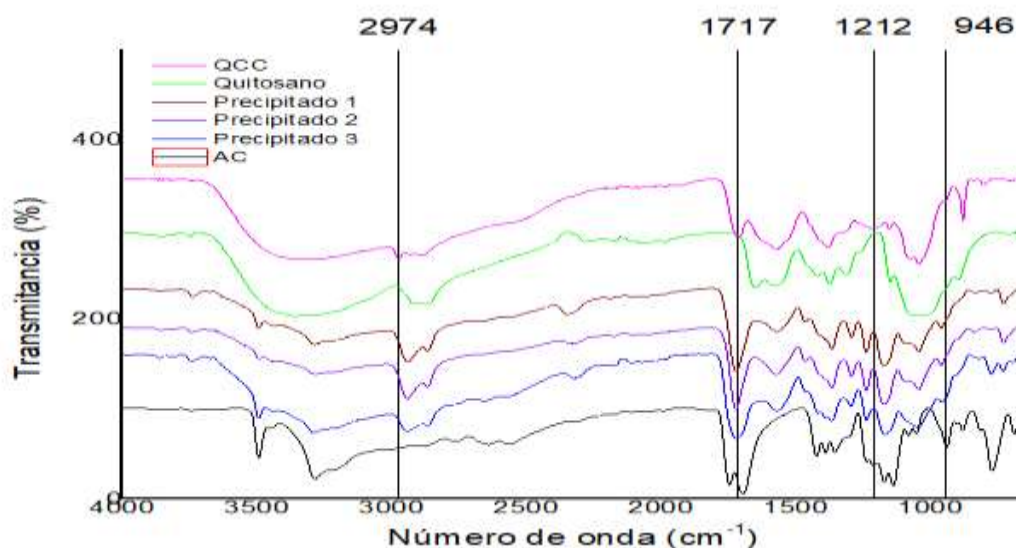
$$\% \text{ incorporación} = \frac{\frac{65.543}{4}}{\frac{130.987}{6}} \times 100 = 75.05\%$$

Anexo 10. Precipitaciones por neutralización

Peso en base seca de material QCCP sin neutralizar: 3.2007 g

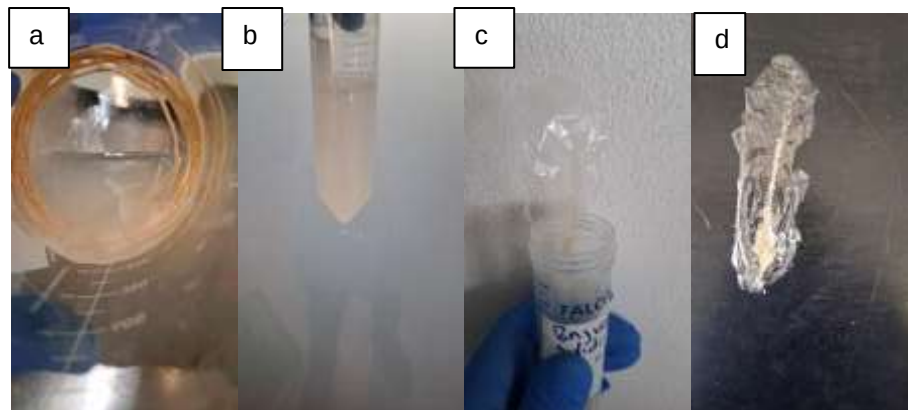
Peso en base seca de material QCCP después de neutralizar: 1.7962 g.

En todas las muestras (imagen 10.1) es importante resaltar que se obtiene AC precipitado y Q, comprando con el espectro de Q (banda verde) todas las bandas tienen algún pico característico de Q, es especial la que pertenece a los grupos amida (doblamiento N-H) que suele aparecer de 1550 a 1640 cm^{-1} , que curiosamente no sale en el espectro de AC (banda negra) (Pavia *et al.*, 2015), también los picos que salen al número de onda de 2974 cm^{-1} es la banda principal del grupo funcional del grupo éster y su banda confirmatoria 1212 cm^{-1} no aparecen en los espectros de los precipitados.



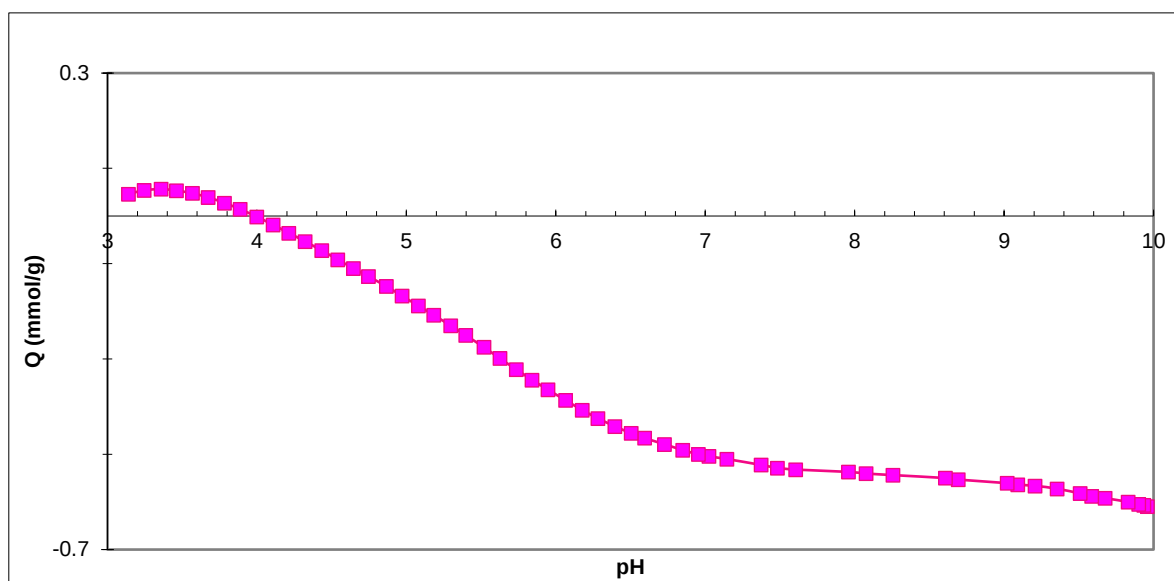
A10.1. Precipitaciones por neutralización caracterizadas por FTIR.

A continuación, algunas imágenes de los precipitados:



A10.2. (a) QCCP neutralizándose, (b) solución con precipitado, (c) y (d) película formada después del proceso de decantado.

Anexo 11. Punto de carga Cero



A.10.3. Punto de carga cero para el material QCCP (17 horas)



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ACTA DE EXAMEN DE GRADO

No. 00121

Matrícula: 2223804002

ADOPTANDO LA ECONOMÍA CIRCULAR MEDIANTE LA PRODUCCIÓN DE UN COMPÓSITO DE QUITOSANO, ÁCIDO CÍTRICO Y POLICAPROLACTONA PARA LA ADSORCIÓN DE MERCURIO.

En la Ciudad de México, se presentaron a las 10:00 horas del día 13 del mes de diciembre del año 2024 en la Unidad Iztapalapa de la Universidad Autónoma Metropolitana, los suscritos miembros del jurado:

DR. ALBERTO CASTILLO MORALES
DR. SERGIO HUERTA OCHOA
M. EN C. JUDITH LOPEZ JARDINEZ
DR. MIQUEL GIMENO SECO



ALAN CRISTOPHER DELGADO UGALDE
ALUMNO

Bajo la Presidencia del primero y con carácter de Secretario el último, se reunieron para proceder al Examen de Grado cuya denominación aparece al margen, para la obtención del grado de:

MAESTRO EN BIOTECNOLOGÍA

DE: ALAN CRISTOPHER DELGADO UGALDE

y de acuerdo con el artículo 78 fracción III del Reglamento de Estudios Superiores de la Universidad Autónoma Metropolitana, los miembros del jurado resolvieron:

APROBAR

Acto continuo, el presidente del jurado comunicó al interesado el resultado de la evaluación y, en caso aprobatorio, le fue tomada la protesta.

DIRECTOR DE LA DIVISIÓN DE CBS

DR. JOSE LUIS GOMEZ OLIVARES

PRESIDENTE

DR. ALBERTO CASTILLO MORALES

VOCAL

DR. SERGIO HUERTA OCHOA

VOCAL

M. EN C. JUDITH LOPEZ JARDINEZ

SECRETARIO

DR. MIQUEL GIMENO SECO