

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL Y AMBIENTAL

**DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE BIOADSORCIÓN DE
CROMO HEXAVALENTE CON RESTOS DE *MORINGA OLEIFERA*
EN MEDIO ACUOSO**

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO AMBIENTAL**

**RICHARD ANDRES PUENTE HEREDIA
richard.puente@epn.edu.ec**

**DIRECTOR: MSc. Nathalia Teresa Valencia Bonilla
nathalia.valencia@epn.edu.ec**

Quito, octubre 2019

AVAL

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Richard Andrés Puente Heredia bajo mi supervisión.

MSC. NATHALIA TERESA VALENCIA BONILLA

DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

Yo, Richard Andrés Puente Heredia, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentada para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondientes a este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normatividad institucional vigente.

Richard Andrés Puente Heredia

DEDICATORIA

A mi querida abuelita Luz, que Dios la tenga en su gloria.

AGRADECIMIENTO

A Dios, por haberme permitido llegar hasta este punto de mi vida, haberme guiado y haberme dado la sabiduría necesaria.

A mis padres, por todo el apoyo brindado durante mi carrera.

A mis hermanos, por toda su ayuda y por ser un ejemplo para mí.

A mis amigos, por acompañarme en cada momento durante la carrera universitaria, por todos los momentos vividos juntos y todas las experiencias que compartimos, gracias amigos, la universidad no hubiese sido lo mismo sin ustedes.

A la ingeniera Nathalia Valencia, por haberme guiado no solamente en la realización de esta investigación, sino también a lo largo de mi formación profesional, por el conocimiento compartido y por toda la ayuda brindada.

CONTENIDO

AVAL	I
DECLARACIÓN DE AUTORÍA.....	III
DEDICATORIA.....	IV
AGRADECIMIENTO.....	V
CONTENIDO.....	VI
INDICE DE FIGURAS	IX
INDICE DE TABLAS	XII
SIMBOLOGÍA Y SIGLAS.....	XIV
RESUMEN	XV
ABSTRACT	XVI
PRESENTACIÓN	XVII
CAPÍTULO I	1
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1 OBJETIVOS	1
1.1.1 OBJETIVO GENERAL.....	1
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
1.2 JUSTIFICACIÓN	3
1.3 ALCANCE	3
CAPÍTULO II	5
2. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE.....	5
2.1 MARCO TEÓRICO.....	5
2.1.1 LA MORINGA OLEÍFERA	5

2.1.2	EL CROMO.....	7
2.1.3	ADSORCIÓN.....	8
2.1.4	NORMATIVA.....	13
2.2	ESTADO DEL ARTE.....	14
2.2.1	TRATAMIENTO DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON Cr (VI) POR MÉTODOS TRADICIONALES.....	15
2.2.2	TRATAMIENTO DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON CROMO POR MÉTODOS NO TRADICIONALES.....	16
2.2.3	TRATAMIENTO CON <i>Moringa oleífera</i> DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON METALES PESADOS.....	18
2.2.4	TRATAMIENTO DE AGUAS CONTAMINADAS CON CROMO UTILIZANDO <i>Moringa oleífera</i> COMO MATERIAL BIOADSORBENTE.....	20
	CAPÍTULO III.....	22
3.	METODOLOGÍA.....	22
3.1	SELECCIÓN DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE <i>Moringa oleífera</i>	22
3.2	SECADO Y TRITURADO.....	23
3.3	CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL ADSORBENTE.....	24
3.4	ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL.....	25
3.4.1	Acondicionamiento A.....	25
3.4.2	Acondicionamiento B.....	25
3.5	DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD ADSORBENTE DEL MATERIAL.....	29
3.5.1	PREPARACIÓN DE SOLUCION ACUOSA DE Cr (VI).....	29
3.5.2	PRUEBA 1: SOLUCIÓN ACUOSA DE Cr (VI).....	29

3.5.3 PRUEBA 2: AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL.....	30
CAPÍTULO IV.....	32
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	32
4.1 CARACTERIZACIÓN DEL ADSORBENTE.	32
4.1.1 CONTENIDO DE HUMEDAD, LIGNINA, CELULOSA Y HEMICELULOSA.....	32
4.1.2 MORFOLOGÍA	33
4.2 PRUEBAS EN BATCH.....	36
4.2.1 ACONDICIONAMIENTO A.....	36
4.2.2 ACONDICIONAMIENTO B.....	37
4.2.3 ACONDICIONAMIENTO C.....	37
4.2.4 ACONDICIONAMIENTO D.....	38
4.2.5 ACONDICIONAMIENTO E.....	38
4.2.6 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	39
4.3 ANÁLISIS DE EFICIENCIAS DE REMOCIÓN PARA CADA UNO DE LOS CAMBIOS DE VARIABLE.	44
4.3.1 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE.	44
4.3.2 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO.	45
4.4 APLICACIÓN PRÁCTICA.	47
CAPÍTULO V.....	49
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	49
5.1 CONCLUSIONES.....	49
5.2 RECOMENDACIONES.....	50
BIBLIOGRAFÍA	51
ANEXOS	57

INDICE DE FIGURAS

FIGURA 2.1 SEMILLAS ALMACENADAS DENTRO DE VAINAS DE Moringa oleífera.	5
FIGURA 3.1 RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE Moringa oleífera.	23
FIGURA 3.2 MOLIENDA DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE Moringa oleífera.	23
FIGURA 3.3 TAMIZADO AUTOMÁTICO DE LOS TRES TAMAÑOS DE PARTÍCULAS.....	24
FIGURA 3.4 LAVADO DE MORINGA OLEÍFERA CON AGUA A 91°C	26
FIGURA 3.5 LAVADO DE MORINGA OLEÍFERA CON SOLUCIÓN DE NaOH	26
FIGURA 3.6 LAVADO DE Moringa oleífera CON SOLUCIÓN DE HCl.....	27
FIGURA 3.7 MORINGA OLEÍFERA LAVADA CON H ₃ PO ₄	28
FIGURA 3.8 CARBÓN ACTIVADO CON BASE EN RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE MORINGA OLEÍFERA.	28
FIGURA 3.9 SOLUCIÓN ACUOSA DE Cr (VI).....	29
FIGURA 3.10 EQUIPO DE PRUEBA DE JARRAS CON VASOS DE PRECIPITACIÓN DE UN LITRO.....	30
FIGURA 3.11 PRUEBA EN REACTOR DISCONTINUO CON AGUA DE INDUSTRIA CURTIEMBRE ARTESANAL	31
FIGURA 4.1 FOTOMICROGRAFÍA DE RESTOS DE PODA Y COSECHA DE MORINGA OLEÍFERA SIN ACTIVAR (ESCALA 50um)	34
FIGURA 4.2 FOTOMICROGRAFÍA DE RESTOS DE PODA Y COSECHA DE MORINGA OLEÍFERA SIN ACTIVAR (ESCALA 10UM)	34

FIGURA 4.3 FOTOMICROGRAFÍA DE MORINGA OLEÍFERA CARBONIZADA (Escala 20um).....	35
FIGURA 4.4 FOTOMICROGRAFÍA DE MORINGA OLEÍFERA CARBONIZADA (Escala 20)	35
FIGURA 4.5 FOTOMICROGRAFÍA Moringa oleífera CARBONIZADA (Escala 20um)	36
FIGURA 4.6 TIEMPO DE EQUILIBRIO DE MORINGA OLEÍFERA CARBONIZADA COMO ADSORBENTE EN SOLUCIÓN ACUOSA EN FUNCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN INICIAL DE Cr (VI).....	41
FIGURA 4.7 TIEMPO DE EQUILIBRIO EN FUNCIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE MORINGA OLEÍFERA CARBONIZADA COMO ADSORBENTE DE Cr (VI) EN SOLUCIÓN ACUOSA.	41
FIGURA 4.8 LINEALIZACIÓN DE LA ISOTERMA DE LANGMUIR.	42
FIGURA 4.9 LINEALIZACIÓN DE LA ISOTERMA DE FREUNDLICH.	43
FIGURA 4.10 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) Moringa oleífera CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CONCENTRACIÓN EN EQUILIBRIO (Ce).	44
FIGURA 4.11 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON <i>Moringa oleífera</i> CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN (qe).	45
FIGURA 4.12 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON Moringa oleífera CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CONCENTRACIÓN EN EQUILIBRIO (Ce).	46

FIGURA 4.13 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA
ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON Moringa oleífera CARBONIZADA
TOMANDO EN CUENTA LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN (q_e). 46

INDICE DE TABLAS

TABLA 2.1 LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES PARA Cr (VI) SEGÚN LA NORMATIVA AMBIENTAL ECUATORIANA VIGENTE.....	14
TABLA 4.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE MORINGA OLEÍFERA.....	33
TABLA 4.2 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO A	37
TABLA 4.3 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO B	37
TABLA 4.4 EL PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO C	38
TABLA 4.5 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO D	38
TABLA 4.6 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO E	39
TABLA 4.7 TIEMPO DE EQUILIBRIO DE Moringa oleífera CARBONIZADA COMO ADSORBENTE DE Cr (VI) EN SOLUCIÓN ACUOSA.....	40
TABLA 4.8 CONSTANTES DE ADSORCIÓN PARA LOS MODELOS ISOTÉRMICOS DE FREUNDLICH Y LANGMUIR.....	43

TABLA 4.9 RESULTADOS DE ADSORCIÓN PARA Cr (VI) UTILIZANDO UNA MUESTRA REAL DE AGUA DE CURTIEMBRE UTILIZANDO CARBON ACTIVADO GRANULAR A BASE DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE Moringa oleífera.	48
--	----

SIMBOLOGÍA Y SIGLAS

%	Porcentaje
Cr (VI)	Cromo Hexavalente
Cr (III)	Cromo Trivalente
pH	Potencial Hidrógeno
Ce	Concentración en equilibrio (mg/L)
Cf	Concentración final (mg/L)
Ci	Concentración inicial (mg/L)
LMP	Límite Máximo Permisible
K	Constante de Langmuir
k	Constante de la isoterma de Freundlich
MAE	Ministerio del Ambiente Ecuador
n	Constante de la isoterma de Freundlich
qe	Capacidad de adsorción (mg/g)
SEM	Microscopía Electrónica de Barrido
R²	Coefficiente de correlación

RESUMEN

El presente trabajo incluye el estudio de la eficiencia de bioadsorción de Cr (VI) en medio acuoso con restos no aprovechados de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera*, con la finalidad de implementar su utilización como tratamiento terciario de aguas residuales de curtiembres artesanales. Los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa Oleífera* utilizadas, fueron proporcionados desde Portoviejo en la provincia de Manabí. La preparación del material consiste en un proceso de secado, triturado y tamizado con tamices número: 40, 50 y 70, para posteriormente ser caracterizados a través de ensayos de microscopía electrónica de barrido (SEM), contenido de humedad, lignina, celulosa y hemicelulosa.

La *Moringa oleífera* triturada fue sometida a distintas formas de acondicionamiento con la finalidad de activar el material y hallar el bioadsorbente óptimo para el tratamiento, por lo que fue sometida a calor a 110°C por 24 horas, lavado hidrotérmico hasta el desprendimiento de color, lavado con ácido para lo cual se usó una solución de HCl 1M, lavado con base para lo cual se usó una solución de NaOH 0.5N y carbonización utilizando una mufla a 450°C durante una hora.

Para los ensayos de laboratorio se utilizó una solución acuosa de Cr (VI) utilizando K_2CrO_4 para su elaboración. Las pruebas experimentales se realizaron con un reactor discontinuo por lotes (Batch) con ayuda de una prueba de jarras con vasos de precipitación de 1 L, a pH 7 y una velocidad de agitación de 150 rpm. Los resultados finales demuestran que existe una remoción del 97.91% del contaminante en 60 minutos de tratamiento, además, se evidencia que entre los 30 y 40 minutos se cumple con el límite máximo permisible de Cr (VI) para descargas al alcantarillado especificado por la legislación ecuatoriana vigente.

PALABRAS CLAVE: *Moringa oleífera*, Cromo Hexavalente, adsorción, curtiembre.

ABSTRACT

The present document includes the study of the efficiency of the bioadsorption of Cr (VI) in aqueous medium with pruning and harvest remains of *Moringa oleifera* plant, with the purpose of implementing its use as a treatment of wastewater from artisanal tanneries.

The pruning and harvest remains of *Moringa Oleifera* plant were provided from Portoviejo in the province of Manabí. The preparation of the material consists in drying, crushing and sieving process with sieves number: 40, 50 and 70, then they are characterized through scanning electron microscopy (SEM), moisture content, lignin, cellulose and hemicellulose.

The grounded *Moringa oleifera* was subjected to different forms of conditioning in order to activate the material and find the optimal bioadsorbent for the treatment, the material was subjected to heat at 110°C for 24 hours, hydrothermal washing, washing with HCl solution 1M, washing with NaOH solution 0.5N and carbonization using a muffle at 450 °C for one hour.

For laboratory tests, was used a Cr (VI) solution prepared with K₂CrO₄. The experimental tests were carried out with a batch reactor with aid of a 1L jar test, pH 7 and a stirring speed of 150 rpm. The final results show that there is a 97.91% removal of contaminant in 60 minutes of treatment, in addition, it is evident that between 30 and 40 minutes the maximum allowable limit of Cr (VI) for discharges to the sewage system.

KEYWORDS: *Moringa oleifera*, Hexavalent chromium, adsorption, tannery.

PRESENTACIÓN

El presente estudio contiene cinco capítulos distintos con sus respectivos anexos, los cuales se encuentran detallados a continuación:

El Capítulo 1 expone una breve introducción al tema a tratar, junto con el planteamiento del problema, sus objetivos generales y específicos, además de su alcance y justificación.

El Capítulo 2 muestra el desarrollo de marco teórico relacionado al tema a tratar y estado del arte correspondiente a la metodología experimental del estudio.

El Capítulo 3 enseña la metodología a seguir en el estudio donde se menciona la caracterización del material y la activación del mismo de forma clara y concisa.

El Capítulo 4 indica el análisis de resultados obtenidos de la experimentación realizada al plasmar los modelos matemáticos de isothermas de adsorción.

El Capítulo 5 recopila las conclusiones y recomendaciones enfocadas en cumplir los objetivos planteados del estudio.

La sección de Anexos muestra los resultados numéricos expresados en tablas del estudio realizado y procedimientos.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

El Cr (VI) es considerado un derivado tóxico de la contaminación ambiental que sobre la salud humana puede provocar erupciones cutáneas, problemas respiratorios, malestares estomacales, debilitamiento del sistema inmune, daños en el hígado y los riñones, alteración del material genético, llegando inclusive a provocar la muerte (Tejada, villabona, & Garcés, 2015).

Debido a todos los daños que el Cr (VI) puede ocasionar en la salud humana la norma técnica ambiental ecuatoriana referente a descargas al sistema de alcantarillado público fija un límite máximo permisible de Cr (VI) de 0.5 mg/L (MAE, 2015).

El presente estudio aportará conocimiento sobre el uso de restos no aprovechados de la poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* como material bioadsorbente con el fin de establecer la viabilidad de ser utilizado en el tratamiento para la remoción de Cr (VI) en soluciones acuosas.

2.1 OBJETIVOS

2.1.1 OBJETIVO GENERAL

Determinar la eficiencia de bioadsorción de Cr (VI) en medio acuoso, con restos no aprovechados de la poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera*, mediante ensayos de pruebas de jarras, con el fin de establecer la practicidad de implementar su uso en tratamiento de aguas.

2.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar los restos no aprovechados de la poda y cosecha de *Moringa oleífera* mediante análisis de humedad, lignina, celulosa y hemicelulosa para obtener las características del material y ser utilizado como bioadsorbente.
- Determinar cómo influye el tamaño de partícula en las eficiencias de adsorción de Cr (VI) mediante pruebas en reactores batch para establecer el tamaño con el que se obtiene el mejor resultado de adsorción del biomaterial utilizado.
- Evaluar la capacidad de adsorción del material ante variaciones de tiempos de contacto mediante pruebas en discontinuo, para determinar las condiciones óptimas de tratamiento.
- Construir las isothermas de adsorción de Langmuir y Freundlich de la *Moringa oleífera* mediante pruebas batch, para determinar el mecanismo de adsorción de mejor ajuste.
- Evaluar la remoción de Cr (VI) con la aplicación de *Moringa oleífera* en un efluente de curtiembre mediante pruebas en reactores batch, para identificar el porcentaje de variación de la eficiencia de remoción encontrada en los ensayos experimentales.

2.2 JUSTIFICACIÓN

Los restos de poda y cosecha de la *Moringa oleífera*, que son un desecho de la agroindustria, pueden ser utilizados como bioadsorbente debido a que poseen características físicas como un gran área superficial (734 m²/g) y porosidad (88.9 %) (Pollard, 1995). Se puede evaluar la adsorción de Cr (VI) a partir de pruebas de jarras, que permitan obtener isothermas de adsorción específicas que contribuya con el conocimiento de capacidad de adsorción de este metal, tomando como base la metodología adoptada por Meneghel. (Meneghel, 2013).

El presente estudio se realizará mediante pruebas colorimétricas debido a su bajo costo y fácil acceso frente a otros métodos como cromatografía o espectrofotometría de gases, analizando la adsorción de Cr (VI) a partir de restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* mediante un sistema discontinuo por lotes, donde se incluye el estudio de diferentes variables como el tiempo de contacto y dosis del material bioadsorbente.

La información generada a través del presente proyecto pretende ser una herramienta para la toma de decisiones con respecto a la viabilidad de la implementación de este bioadsorbente para la remoción de Cr (VI) enfocado a la industria curtiembre artesanal.

2.3 ALCANCE

El presente estudio se enfoca en el análisis de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* como adsorbente en la remoción de Cr (VI) mediante la construcción de isothermas de adsorción, utilizando un sistema discontinuo por lotes (Batch) de volumen de 1 L, y agua sintética con una concentración de Cr (VI) similar a los efluentes de la industria de la curtiembre artesanal, buscando la activación

óptima de material para determinar la condición de eficiencia máxima en la remoción del contaminante.

La investigación pretende aportar con un método económico y de fácil acceso a las industrias de la curtiembre artesanal del país, con la finalidad de que estas cumplan con la norma de descarga al alcantarillado de Cr (VI).

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

En este capítulo se presentan los principales aspectos asociados a las características y utilidades de la planta de *Moringa oleífera*, las propiedades del metal Cromo, bioadsorbentes y estado del arte.

4.1 MARCO TEÓRICO

4.1.1 LA MORINGA OLEÍFERA

La *Moringa oleífera* es un árbol de tamaño mediano o pequeño de hojas dispuestas en espiral y flores fragantes, este árbol produce vainas de forma alargada y acolchonadas de entre 20 a 45 cm de largo en donde se encuentran almacenadas las semillas como se muestra en la Figura 2.1 (Ramachandran, 1980).

FIGURA 4.1 SEMILLAS ALMACENADAS DENTRO DE VAINAS DE *Moringa oleífera*.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

La *Moringa oleífera* es una planta nativa del noroeste de la India, Pakistán, Asia Menor, África y Arabia, y además se encuentra distribuida en las Filipinas, Camboya, América Central, Norte y Sur América e Islas del Caribe, en donde es

cultivada debido a la gran variedad de propósitos, tanto alimenticios como medicinales, por lo que es común el consumo de sus hojas, sus frutos y raíces ya que es fuente de proteínas, carbohidratos y minerales, además posee calcio, magnesio, ácido oxálico, fósforo, potasio, vitamina A, vitamina C, entre otros (Bhatti, 2006).

Se le atribuye propiedades diuréticas y anticancerígenas, igualmente, la planta de *Moringa oleífera* puede ser utilizada como antihipertensivo y como reductor de colesterol, así como antiinflamatorio, reductor de glucosa, analgésico dental, además que puede ser utilizada para dolores de cabeza, fiebres y dolores intestinales. (Anwar, 2007).

La planta de *Moringa oleífera* puede ser tomada en cuenta como alternativa alimenticia de ganado, asimismo, es capaz de enriquecer de forma significativa los suelos agrícolas, lo que conlleva a que pueda ser empleada como abono (Pérez, 2010).

En el campo de la ingeniería, se pueden utilizar ciertas partes de la planta de *Moringa oleífera* como coagulante natural, capaces de remover contaminantes en el tratamiento de aguas, ofreciendo un reemplazo a coagulantes sintéticos comúnmente utilizados en la industria como el $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (Ndabigengesere, 1995).

Además, varias partes de la planta, que pueden ser considerados como residuos sólidos, contienen distintos tipos de aminoácidos, ácidos grasos, vitaminas, nutrientes, glucosinolatos y otros compuestos que son capaces de capturar metales, lo que permite utilizar la *Moringa oleífera* como un material bioadsorbente (Reddy, 2010).

4.1.2 EL CROMO

El Cromo es un metal de coloración gris en su estado sólido con un elevado punto de fusión y un peso atómico de 51,996 g/mol. Además sus estados de oxidación van en un rango desde Cr (II) hasta Cr (VI), por lo que puede formar una gran cantidad de compuestos químicos y es altamente utilizado en la producción de metales y aleaciones, siendo el Cr (III) y el Cr (VI) sus formas más usadas para procesos como cromado, la manufactura de tintes y pigmentos, preservación de madera y cuero (EPA, 2000).

En forma natural el cromo es encontrado con valencia trivalente (Cr III) y hexavalente (Cr VI). La forma trivalente del cromo es esencial para los humanos y puede ser consumido en el agua y la comida en un promedio entre 2.0 a 4.0 μg diarios por lo que no es considerado tóxico para el ser humano. El cromo en su forma hexavalente es considerado tóxico para el organismo debido a que la alta exposición a este puede ocasionar daños principalmente en el sistema respiratorio, provocando ulceraciones, bronquitis, problemas pulmonares y neumonía. Además, se ha llegado a demostrar el potencial carcinogénico del Cr (VI) en humanos, señalando que la exposición a este contaminante incrementa el riesgo de cáncer de pulmón (EPA, 2000). Esto se debe a que los iones de metales pesados, como el Cr (VI), al no ser degradables de forma química ni biológica son considerados contaminantes que pueden permanecer de manera indefinida en el ambiente pudiendo generar así efectos de bioacumulación y biomagnificación en los seres vivos (Tejada C. , 2017)

La contaminación por metales como Cr (VI) en efluentes industriales es actualmente uno de los principales problemas ambientales a tratar, por lo que en los últimos años se ha hecho énfasis en el estudio de distintas formas de descontaminación de Cr (VI) haciendo uso de biomasas para buscar alternativas baratas, de fácil acceso y eficientes (Quiñones, 2014).

4.1.3 ADSORCIÓN

Es la propiedad que poseen ciertos materiales para fijar en su superficie moléculas, iones o átomos en una fase líquida o gaseosa, debido a su superficie específica la cual es de carácter determinante en la calidad de los adsorbentes y mediante técnicas de activación (química o térmica) se le puede conferir al material superficies específicas elevadas entre los 700 a 1500 m²/g (Ramirez).

Los procesos de adsorción se ven favorecidos cuando el adsorbato o soluto posee poca afinidad con la solución en la que se encuentra inmerso y tiene alta afinidad con el adsorbente (Gordón, 2017).

4.1.3.1 FORMAS DE ADSORCIÓN

Según las fuerzas de atracción que se pueden dar entre el adsorbato y el adsorbente se pueden dar tres tipos distintos de adsorción que son: adsorción física, adsorción química y adsorción por intercambio iónico (Martínez, 2013).

4.1.3.1.1 ADSORCIÓN FÍSICA

Es el proceso en el cual intervienen las fuerzas de Van der Waals y fuerzas dipolo-dipolo para fijar las moléculas del adsorbato en la superficie del adsorbente, siendo este proceso reversible ya que el adsorbato no pierde su naturaleza química (Campusano, 2010).

4.1.3.1.2 ADSORCIÓN QUÍMICA

Es un proceso donde la interacción entre el adsorbato y el adsorbente es más fuerte, donde la sustancia adsorbida se transforma dando lugar a una especie distinta, por lo que este proceso es comúnmente irreversible ya que se asemeja a una reacción química en donde existe transferencia de electrones (Córdova, 2015).

4.1.3.1.3 ADSORCIÓN POR INTERCAMBIO IÓNICO

La adsorción por intercambio iónico es el proceso por el que los iones del adsorbato se adhieren a la superficie del adsorbente debido a la atracción electrostática de los sitios cargados en la superficie (Martínez, 2013).

Carga del ion: el adsorbente poseerá más afinidad a iones de mayor magnitud de carga o a mayor valencia (Gordón, 2017).

Radio de solvatación: cuando los iones tienen la misma carga la selectividad del adsorbente se da por su radio de solvatación, en donde los iones con menor radio de solvatación, es decir, mayor número atómico, son más afines al adsorbente. Por lo que la remoción de metales pesados por intercambio iónico puede ser una opción debido a que estos se encuentran ionizados en una solución (Gordón, 2017).

4.1.3.2 CINÉTICA DE ADSORCIÓN

En el proceso de adsorción se denominan sitios activos a los espacios que no se encuentran saturados y que logran atraer al adsorbato, ya que esto no se da en cualquier lugar de la superficie del adsorbente (Gordón, 2017).

En la adsorción la velocidad está dada por tres etapas consecutivas que son:

- **Transporte externo:** Difusión del adsorbato desde el fluido hacia la superficie del adsorbente.
- **Transporte interno:** Difusión del adsorbato a través de los poros del adsorbente.
- **Adsorción:** Adsorción inmediata del adsorbato en los sitios activos del adsorbente (Andrade, 2015).

4.1.3.3 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

El principio de la isoterma de adsorción consiste en poseer un equilibrio entre las moléculas del adsorbato que se fijaron en la superficie del adsorbente y las moléculas que quedan libres en la fase líquida a una temperatura constante, donde la cantidad de contaminante que se logra remover se puede calcular mediante la ecuación (2.1) (Quishpe, 2010).

$$X = (C_0 - C) * V \quad (4.1)$$

Donde:

X: masa del contaminante sorbido en el adsorbente (mg/L)

C₀: concentración inicial del contaminante.

C: concentración final del contaminante.

V: volumen de la solución.

La isoterma muestra cual es la cantidad de contaminante adsorbido por cantidad de masa del adsorbente en función de C, y se representa como x/m (Quishpe, 2010).

4.1.3.3.1 ISOTERMAS DE LANGMUIR

La teoría de Langmuir considera a la superficie del sólido como homogénea por lo que supone una energía constante de adsorción, la adsorción que se da en la superficie del adsorbente se produce únicamente en los centros activos, el contaminante sólo puede ser acumulado en cada centro activo y puede ser calculado mediante la siguiente ecuación (Andrade, 2015):

$$q_e = \frac{q_{max} * b * C_e}{1 + b * C_e} \quad (4.2)$$

Donde:

q_e : cantidad de contaminante adsorbido por unidad de peso del adsorbente en mg/g.

q_{max} : capacidad máxima de retención de hidrocarburos por unidad de masa del adsorbente en mg/g.

b : constante de Langmuir relacionada con la energía de adsorción (L/mg), cuantifica la afinidad entre el adsorbato y el adsorbente (a mayor b , mayor afinidad).

Modelo linealizado

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max} * b} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad (4.3)$$

4.1.3.3.2 ISOTERMA DE FREUNDLICH

La teoría de Freundlich considera la superficie del sólido como heterogénea, por lo que este modelo considera una distinta capacidad de adsorción en cada punto de la superficie del adsorbente, así, los sitios que posean una energía de enlace

superior serán ocupados primero que los que poseen una energía de enlace menor. Su expresión matemática está dada por la siguiente ecuación (Andrade, 2015):

$$q_e = K_F * C_e^{\frac{1}{n_F}} \quad (2.4)$$

Modelo linealizado

$$\ln(q_e) = \ln(K_F) + \frac{1}{n_F} \ln(C_e) \quad (2.5)$$

Donde:

K_F: constante de equilibrio (relaciona directamente la capacidad de adsorción del adsorbente).

n_F: constante de afinidad entre el adsorbato y el adsorbente (entre mayor es su magnitud el sistema es más heterogéneo; si n<1, entonces las interacciones entre el adsorbato y el adsorbente son débiles, si n>1, sus interacciones son más fuertes, si n=1, se asume un comportamiento tipo Langmuir).

4.1.3.4 BIOADSORCIÓN

La bioadsorción es considerada un método poco convencional aplicado en la remoción de contaminantes como son los metales pesados, provenientes de las aguas residuales del sector industrial, utilizando como adsorbente distintos materiales de origen biológico como por ejemplo las cáscaras de frutas, semilla, biopolímeros y productos agrícolas en general debido a su fácil adquisición y bajo costo (Tejada, villabona, & Garcés, 2015).

La adsorción tiene ciertas ventajas debido a que posee ciertas características como fácil operación, retención del metal en presencia de otros cationes y la posibilidad de recuperar los metales pesados comparado con otras formas de tratamiento como precipitación, ósmosis inversa e intercambio iónico (Meza, 2010).

El uso de desechos orgánicos de la industria agrícola como cáscaras o pepas de futas como bioadsorbente en el tratamiento de efluentes industriales, implica un ahorro económico para estas industrias ya que las metodologías de activación de estos materiales son relativamente simples y de bajo costo, comparado con el uso de otro tipo de adsorbentes como es el carbón activado mineral, empleado principalmente para el tratamiento terciario de aguas residuales, en la remoción de olor y color. Este tipo de carbón activado, llamado también carbón activado bituminoso, recibe su nombre debido a su origen, ya que procede de los crudos petrolíferos, por lo que es complicado de obtener, saliendo del alcance de las pequeñas industrias artesanales como las curtiembres del país. (Carbotecnia, 2014)

La adsorción se ha convertido en los últimos años en una popular forma de remover metales pesados de aguas contaminadas llevando a cabo investigaciones para utilizar como adsorbentes materiales de origen natural de bajo costo y que sean amigables con el ambiente, por lo que uno de los materiales recientemente investigados de origen vegetal es la planta de *Moringa oleífera*, la cual ha demostrado tener una capacidad eficiente en la remoción de metales (Ghebremchael, 2010).

4.1.4 NORMATIVA

Debido a que la presencia de Cr (VI) en los organismos puede ser altamente riesgosa, en el Ecuador se encuentran establecidos dentro del Libro IV del Anexo I

de la normativa ambiental vigente los límites máximos permisibles de este contaminante para descargas de agua, así como también para aguas con distintos usos, estos límites máximos permisibles se pueden evidenciar en la Tabla 2.1.

El Cr (VI) no se encuentra presente en aguas de origen natural, ya que este es un agregado procedente de efluentes industriales, por lo que es importante realizar investigaciones sobre la eliminación de este contaminante de las aguas de origen industrial (Orellana, 2005).

TABLA 4.1 LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES PARA Cr (VI) SEGÚN LA NORMATIVA AMBIENTAL ECUATORIANA VIGENTE.

Usos y finalidades del agua.	Límite Máximo Permissible de Cr (VI) (mg/L)
Consumo humano y uso doméstico que únicamente requiere tratamiento convencional.	0.05
Consumo humano y uso doméstico que únicamente requiere desinfección	0.05
Uso agrícola	0.1
Uso pecuario	1.0
Descarga al sistema de alcantarillado público	0.5
Descarga a un cuerpo de agua dulce	0.5
Descarga a un cuerpo de agua marina	0.5

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Fuente: Libro IV Anexo I TULSMA

4.2 ESTADO DEL ARTE

A lo largo de los años se han desarrollado distintos tipos de técnicas para dar tratamiento a las aguas contaminadas con metales pesados, como por ejemplo la filtración por membrana, la cual es una tecnología eficiente y de fácil operación, pero generan muchos lodos, consiste en la separación de dos flujos distintos, agua filtrada y agua rechazo en la cual se encuentran sales y partículas que han sido

eliminadas del flujo de alimentación del equipo (Envitech, 2018). Otros métodos desarrollados son la ósmosis inversa, intercambio iónico, coagulación-floculación o adsorción con carbón activado, estos métodos son conocidos como convencionales debido a que son utilizadas de forma habitual y son considerados de altos costos energético y operacionales comparado con métodos no convencionales (Caviedes, 2015).

4.2.1 TRATAMIENTO DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON Cr (VI) POR MÉTODOS TRADICIONALES

Debido a la contaminación provocada por efluentes contaminados con metales pesados la ciencia ha tenido que desarrollar distintas metodologías para tratar estas aguas de origen industrial tales como: precipitación, intercambio iónico, filtración, óxido-reducción, tratamiento electroquímico, recuperación por evaporación y tecnologías de membranas, sin embargo, estos métodos resultan ser bastante costosos (Tejada, villabona, & Garcés, 2015).

A pesar de que el carbón activado es considerado como un material costoso en el tratamiento de aguas, es uno de los adsorbentes más utilizados dentro de la industria debido a su gran eficiencia (Caviedes, 2015). Sin embargo estudios recientes demuestran que se puede obtener carbón activado con base en material biológico de desecho para abaratar costos, como se menciona en la metodología propuesta por Meza, Sun y Recuay, donde sometiendo astillas de eucalipto a un tratamiento químico de lavado con H_3PO_4 o KOH en una relación 1:1, seguido de un proceso de carbonización durante una hora a $600^\circ C$, y finalizado con un lavado con agua destilada y secado a $80^\circ C$ durante 24 horas. Se obtiene como resultado final carbón activado, con lo que se puede remover eficientemente Cr (VI) de aguas contaminadas. (Meza, Sun, & Recuay, 2012)

Otra forma de remoción de Cr (VI) es el tratamiento electroquímico, el cual consiste en la reducción del Cr (VI) a Cr (III), mediante la aplicación de corriente eléctrica, el

método propuesto por Rodríguez M., utiliza aguas provenientes de la industria de galvanoplastia haciendo uso de un reactor por lote de electrodos rotarios de acero, mostrándose como una forma alternativa de tratamiento. La reducción la lleva a cabo el ion ferroso (Fe^{2+}) el cual es liberado debido al desgaste del ánodo por el paso de corriente directa a través de los electrodos para esto se utilizó agua sintética preparada con dicromato de potasio y las pruebas fueron efectuadas por lote en reactores electroquímicos con volúmenes de 8, 12 y 16 litros, en donde se introdujeron 14 electrodos, 7 ánodos y 7 cátodos paralelos con forma de anillo con 11.5 cm de diámetro interior y colocados alternadamente, como fuente energética se utilizó corriente directa aplicando 5 Amperios y voltajes entre 2.75 y 4.5 voltios, las pruebas fueron realizadas a 150 rpm y pH 2 y para precipitar el Cr^{3+} y el Fe^{3+} se ajustó el pH a 8.5 finalmente se determina Cr (VI) del sobrenadante. (Rodríguez M. , 2006)

4.2.2 TRATAMIENTO DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON CROMO POR MÉTODOS NO TRADICIONALES.

Debido al incremento en los últimos años de los desechos agroindustriales se ha pensado utilizar estos como materia prima para la elaboración de nuevos materiales adsorbentes por lo que la bio-adsorción se ha transformado en un procedimiento de tratamiento alternativo a efluentes industriales contaminados con Cr (VI). (Rodríguez M. , 2015)

El uso de materiales de origen vegetal como bioadsorbentes en la remoción de metales pesados en efluentes industriales ha tomado campo en el ámbito ambiental, por lo que distintas investigaciones en remoción de Cromo han demostrado resultados favorables haciendo uso de diversos tipos de biomásas (Losada, 2015).

El trabajo realizado por Duarte E. tiene como objetivo sintetizar quitosano a partir del exoesqueleto de camarón para ser utilizado en la remoción de iones de Cr (III),

para lo cual se usaron 10 Kg de cascaras de camarón los cuales fueron molidos y tamizados para ser sometidos a un proceso de despigmentación química para obtener quitina con ayuda de solventes como éter de petróleo, agua y acetona en proporciones 15/10/75 en un matraz con constante agitación durante 2 h, se filtró la mezcla y se secó a 50°C por 6 h. El producto obtenido se lleva a descalcificación con HCl 1 M por 3 h con agitación constante, luego se filtró y lavó el producto con agua destilada hasta alcanzar un pH neutro. Posteriormente, se lleva a cabo una desproteización química para lo cual se hace uso de NaOH al 4.5% en una relación masa/volumen de disolución 1/5, este proceso es realizado durante 3 horas a 65°C con agitación constante; el producto es lavado con agua destilada hasta eliminar el exceso de base. Luego, para la obtención del quitosano se realiza una modificación química de la quitina donde se eliminan unidades de acetilo para lo cual se colocan 10 g de quitina en un matraz y se adicionan 100 ml de una solución de NaOH al 50% a 95°C, el sistema se mantiene en reflujo con agitación constante durante 180 minutos, finalmente el producto se lava con agua destilada hasta eliminar la alcalinidad del medio. Bajo este procedimiento se logra obtener un rendimiento del adsorbente de quitosano a partir del exoesqueleto del camarón del 29% a los 40 minutos, poniendo en contacto 0.2 g de bioadsorbente con 50 ml de solución 240-260 mg/L de Cr(III), a un pH 4 y 150 rpm (Duarte, 2009).

En el estudio realizado por Espinosa G. se utiliza cáscara de plátano verde, cáscara de plátano maduro, pepa de mango, pepa de aguacate y cáscara de naranja como bioadsorbente en la remoción de Cr (VI), para lo cual se sometieron a limpieza y secado durante 48 h a 60°C, posteriormente se molieron y tamizaron con la finalidad de incrementar el área superficial, se utilizó una solución de $K_2Cr_2O_7$ de 100 mg/L a pH 1.5 durante 4 h, con lo cual se obtuvieron porcentajes de remoción del metal bastante aceptables siendo para del 99.35% para la pepa de mango, 99.80% para la pepa de aguacate, 99.90% para la cáscara de plátano verde, 99.65% para la cáscara de plátano maduro y 94.66% para la cáscara de naranja, demostrando una alternativa que contribuye con la gestión de residuos peligrosos utilizando material orgánico que puede ser producido por una cafetería (Espinosa, 2015).

En el estudio realizado por Rengel M. se utilizan restos de poda de supirrosa (*Lantana cámara*) como material adsorbente empleado en biofiltros, para lo cual se recolectaron tallos los cuales son cortados para facilitar el secado durante dos semanas, se usan tallos rectos que alcanzan una granulometría entre 13 y 15 cm y tallos irregulares que fueron molidos para alcanzar una granulometría de 0.212 mm, posteriormente el material se seca a 105°C por 24 horas, los biofiltros fueron hechos con botellas PET recicladas y fueron rellenas en 4 etapas, 5 cm de grava 0.150 mm, 5 cm arena 0.180 mm, supirrosa, 3 cm de viruta. Para la experimentación se utilizó una solución de $K_2Cr_2O_4$ con una concentración de 20 mg/L de Cr (VI). Finalmente los biofiltros presentan remociones entre 89% y 93% con los tallos entre 13 y 15 cm, y para los biofiltros con material de tamaño 0.212 mm presentó remociones entre 95% y 98%, demostrando una alta eficiencia del sistema en la remoción de Cr (VI) el cual puede ser empleado en curtiembres artesanales (Rengel, 2018).

4.2.3 TRATAMIENTO CON *Moringa oleífera* DE EFLUENTES CONTAMINADOS CON METALES PESADOS

Durante los últimos años se ha revalorizado los residuos vegetales de la *Moringa oleífera* (cáscaras de la semilla) para implementarlos como bioadsorbentes en la eliminación de metales pesados como el Cd, Zn, Ni, Pb y Cu , en medio acuoso (García, 2012). Así como también se han obtenido resultados favorables en la remoción de Mn (II) utilizando las vainas activadas de la planta de *Moringa oleífera* como un tratamiento no convencional.

El uso eficiente de ciertas partes de la planta de *Moringa oleífera* es evidenciado en el trabajo de Sharma, donde el uso de polvo de la semilla de esta planta logra remover un 85.1% de Cd (II) en medio acuoso, a un pH 6.5, en un tiempo óptimo

de 40 minutos de contacto utilizando 4 gramos de bioadsorbente en 200 ml de una solución madre. (Sharma, 2006).

Otra de las investigaciones que logra remoción con *Moringa oleífera* es la de Bhatti, quien expone la remoción de Zn (II) en medio acuoso utilizando las vainas de esta planta, logrando resultados favorables tras triturar y realizar un pretratamiento al bioadsorbente, que consistió en empapararlo con distintas soluciones de ácidos (H_2SO_4 , HCl, H_3PO_4) y bases (NaOH, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$), obteniendo una eficiencia de 91.52% de adsorción del ion con el pretratamiento del material con NaOH y posterior lavado con agua destilada, a pH neutro, un tamaño de partícula menor a 0.255 mm y dosis del adsorbente de 0.5 g/L. El autor menciona que el NaOH al ser una base fuerte logra eliminar gran cantidad de iones H^+ de la superficie de la biomasa por lo que alcanza con facilidad una carga negativa en las paredes del esta, logrando una fuerte atracción sobre los iones Zn (II) en la solución acuosa (Bhatti, 2006).

Otro contaminante que se ha logrado remover con éxito en medio acuoso es el Ni(II), utilizando corteza de la planta de *Moringa oleífera* para lo cual se seca con aire el material, se tritura y mediante un proceso de secado y lavado hasta no obtener color en el agua de lavado, se logra acondicionar el material. Los parámetros tomados a consideración para la máxima eficiencia fueron el pH 6, dosis de 0.4 g de bioadsorbente por litro de solución de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de 1000 mg/L, obteniendo así 98.02% de adsorción del contaminante (Reddy, 2010).

Adicionalmente al uso de semillas, vaina y corteza, el uso de hojas como material bioadsorbente ha sido utilizado en la remoción de Pb (II) en medio acuoso. Las hojas son utilizadas luego de una modificación química del material. Este tratamiento previo consta de un molido y tamizado del material para luego lavarlo con NaOH 0.1N. Posteriormente, el bioadsorbente es clarificado con agua destilada y mezclado con ácido cítrico en una relación de 1g de hojas trituradas en 7ml de

ácido cítrico para luego dejarse secar a 50°C y finalmente lavar el ácido cítrico con agua destilada. La dosis óptima utilizada en los ensayos es de 0.04 gramos de adsorbente seco, en 100 mililitros de agua contaminada con Pb(II) a un pH 5, obteniéndose un porcentaje de remoción del contaminante del 99% (Reddy, Harinath, Seshaiyah, & Reddy, 2010).

El uso de los desechos de *Moringa oleífera* en la remoción de Mn (II) en sistemas acuosos demuestran también ser eficientes, sometiendo vainas de *Moringa oleífera* a un tratamiento hidrotérmico a 60°C y con solución de hidróxido de sodio 0.1 M, para posteriormente proceder a un secado a 60°C por dos horas, molienda y tamizado del material para los respectivos análisis, alcanzando eficiencias superiores a 80% de remoción a los 5 minutos de contacto, con una dosis de 0.25g en 25ml de solución, a pH neutro (Rodríguez M. 2015).

Bajo este contexto se logra evidenciar que varias de las partes de la planta de *Moringa oleífera* como las semillas, cascaras, vainas, pueden ser utilizados de una forma satisfactoria como adsorbentes en la remoción de metales pesados en medio acuoso para usarlos como una alternativa de tratamiento de efluentes de distintas industrias.

4.2.4 TRATAMIENTO DE AGUAS CONTAMINADAS CON CROMO UTILIZANDO *Moringa oleífera* COMO MATERIAL BIOADSORBENTE

La semilla de la *Moringa oleífera* es un material que puede ser utilizado como adsorbente de iones Cr (III) y Cr (VI), demostrando eficiencias entre el 94 y 99.9% en remoción de Cr (III) y eficiencias del 47% de remoción para Cr (VI), la metodología de Ghebremchael usa la semilla triturada, restos de semilla sin aceite y carbón activado preparado con la cáscara de la semilla, a los que proporciona un tratamiento de lavado en agua destilada y secado a 65°C durante un día para

posteriormente ser triturada y tamizada a tamaños de partícula distintos, los ensayos los realiza en pruebas Batch usando dosis de adsorbente entre 0.5 y 6 gramos, pH entre 6 y 9, a una velocidad de 175 rpm (Ghebremichael, 2010).

Dando tratamiento a la semilla pelada de *Moringa oleífera* es posible remover Cr (III), para lo que se debe secar el material por 36 horas a 60°C, posteriormente se debe moler el material para luego extraer el aceite presente en este con la ayuda de n-hexano (C₆H₁₄), posteriormente el biomaterial es secado por 24 horas a 70°C y tamizado para obtener el tamaño de partícula adecuado para los ensayos correspondientes, así, se puede lograr una eficiencia de remoción de Cr (III) superior al 80% a un pH 5 utilizando agua sintética de CrCl₃ bajo las siguientes condiciones: mezcla a 200 rpm durante 24 horas, utilizando 50 mg de bioadsorbente en 50 ml de solución (Meneghel, 2013).

La remoción de Cr (VI) haciendo uso de cáscaras de *Moringa oleífera* como bioadsorbente consiste en preparar las cáscaras mediante un proceso de lavado hidrotérmico, secado, molido y tamizado, poniendo en contacto 10 g de bioadsorbente con 100 mililitros de una muestra sintética de K₂Cr₂O₇, obteniendo resultados óptimos a los 20 minutos de contacto, a un pH igual a 3 y 200 rpm, exponiendo el uso de este material en procesos de remoción de metales como una alternativa económica y de fácil alcance (Losada, 2015). Bajo este contexto y considerando que las semillas y las hojas de la planta de *Moringa oleífera* son comerciales, en este estudio se analiza el uso de las cáscaras de la semilla y la vaina de la planta como restos no aprovechados de la poda y cosecha del árbol, para utilizarlos como adsorbente en la eliminación de Cr (VI), variando condiciones de dosis de adsorbente, tamaño de partícula y tiempo de contacto, con el fin de encontrar la condición de máxima eficiencia en la remoción de dicho contaminante.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

La materia prima utilizada en el presente estudio fue restos de poda y cosecha de *Moringa oleífera*, los cuales son considerados como una parte no comercial de la planta, en una plantación de la provincia de Manabí.

El estudio fue realizado con la ayuda de un sistema discontinuos por lotes debido a la facilidad de: i) toma de muestras para caracterización del efluente (volumen de muestra) y, ii) operación del sistema. Los ensayos de laboratorio realizados, contemplan pruebas colorimétricas en lugar de otros métodos como cromatografía o espectrofotometría de gases debido a que estos últimos son más costosos y requieren equipo especializado.

5.1 SELECCIÓN DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera*

El material utilizado para el estudio fue la cáscara de la semilla y la vaina de la planta de *Moringa oleífera*. La preparación de las cáscaras y las vainas de la planta consistió en pelar la Moringa de forma manual para separar las vainas de las semillas enteras y posteriormente, las semillas de las cáscaras, como se puede apreciar en la Figura 3.1.

FIGURA 5.1 RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE *Moringa oleífera*.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.2 SECADO Y TRITURADO

El material fue secado en una estufa a 110°C durante 24 horas para eliminar la humedad que pueda existir y evitar la formación de una pasta al momento de la trituración.

Las cáscaras y vainas de la *Moringa oleífera* fueron trituradas manualmente en un molino continuo casero como se muestra en la Figura 3.2.

FIGURA 5.2 MOLIENDA DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE *Moringa oleífera*.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Posteriormente el material fue clasificado en distintos tamaños de partículas por los tamices 40 (0.420 mm), 50 (0.297 mm) y 70 (0.297 mm) con ayuda de un tamizador automático como se indica en la Figura 3.3.

FIGURA 5.3 TAMIZADO AUTOMÁTICO DE LOS TRES TAMAÑOS DE PARTÍCULAS



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.3 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL ADSORBENTE

La caracterización físico-química del material fue realizada con los restos de poda y cosecha de la *Moringa oleífera* triturada, para lo cual se consideraron los parámetros de humedad, lignina, celulosa, hemicelulosa y holocelulosa, determinados por los métodos señalados en la norma ASTM D2216, ASTM D1106, ASTM 1109, respectivamente, cuyos procedimientos son redactados en el anexo No.4.

La determinación de la morfología del material adsorbente fue realizada en el Laboratorio de Caracterización Térmica de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Escuela Politécnica Nacional, mediante pruebas de microscopía

electrónica de barrido (SEM), utilizando un equipo marca BRUKER, modelo XFlash 6/10, identificando la forma, el tamaño, distribución de poros y sitios activos del material.

5.4 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL

Se utilizó 5 g del material que pasó por el tamiz #50 (0.297 mm), para cada alternativa de acondicionamiento detalladas en los siguientes numerales, a excepción del Acondicionamiento E, cuya metodología se detalla en el numeral correspondiente.

5.4.1 Acondicionamiento A

Consiste en el secado en una estufa durante 24 horas a 110 °C, con la finalidad de remover la humedad dentro de las partículas del material triturado y activar el material adsorbente.

5.4.2 Acondicionamiento B

Consiste en lavar el material con agua a 91°C (temperatura de ebullición en Quito), repitiendo el lavado 3 veces. Para ello, se fabricó una bolsa con papel filtro y se sujetó con pinzas como se indica en la Figura 3.4 hasta que el material haya desprendido la mayor cantidad de color. Posteriormente, el material fue secado en una estufa a 110°C durante 24 horas según la metodología propuesta por Reddy (Reddy, 2010).

FIGURA 5.4 LAVADO DE MORINGA OLEÍFERA CON AGUA A 91°C



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.4.2.1 Acondicionamiento C

Consiste en lavar el material por 20 minutos en 500 ml de una solución de NaOH 0.5 N, para lo cual se hizo una bolsa con papel filtro y se sujetó con pinzas como se indica en la Figura 3.5. Posteriormente, se realiza un segundo lavado con agua destilada, para finalmente ser llevado a una estufa para su secado a 110°C durante 24 horas, según la metodología propuesta por Parlikar (Parlikar, 2013).

FIGURA 5.5 LAVADO DE MORINGA OLEÍFERA CON SOLUCIÓN DE NaOH



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.4.2.2 Acondicionamiento D

Consiste en lavar el material con 500 ml de una solución de HCl 1M, para lo cual se hizo una bolsa con papel filtro y se sujetó con pinzas como se indica en la Figura 3.6, a continuación se realiza un segundo lavado con agua destilada para finalmente ser secado en una estufa de 110°C durante 24 horas, tomando como base la metodología propuesta por Bhatti (Bhatti, 2006).

FIGURA 5.6 LAVADO DE *Moringa oleífera* CON SOLUCIÓN DE HCl



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.4.2.3 Acondicionamiento E

Se pesaron 20 g del material que pasó por los tamices #40, #50 y #70 (tamaño igual y menor a 0.420 mm), para luego ser sometido a un lavado con H₃PO₄ concentrado en una relación 1:1 ácido – moringa, para lo cual se colocó el material triturado en un vaso de precipitación de 1 L y se empapó de agua destilada, posteriormente se

colocó el ácido y homogenizó con ayuda de una varilla de agitación, luego el material fue llevado a secado en una estufa a 60°C por 48 horas, finalmente el material se calcinó a 450°C durante 1 hora con la ayuda de una mufla como se indica en las Figuras 3.7 y 3.8 según el procedimiento descrito por Rodríguez. (Rodríguez Y. , 2012)

FIGURA 5.7 MORINGA OLEÍFERA LAVADA CON H₃PO₄



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

FIGURA 5.8 CARBÓN ACTIVADO CON BASE EN RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE MORINGA OLEÍFERA.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.5 DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD ADSORBENTE DEL MATERIAL

Durante la experimentación fue utilizado un espectrofotómetro marca Hach para realizar la medición de las concentraciones de Cr (VI) por método colorimétrico.

5.5.1 PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN ACUOSA DE Cr (VI)

Para la preparación de la solución acuosa de Cr (VI) se disolvieron 0.40 g de K_2CrO_4 en 20 litros de agua destilada, para obtener así una concentración inicial de 0.55 mg de Cr (VI) en un litro como se muestra en la Figura 3.9.

FIGURA 5.9 SOLUCIÓN ACUOSA DE Cr (VI)



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

5.5.2 PRUEBA 1: SOLUCIÓN ACUOSA DE Cr (VI)

Las pruebas experimentales en la presente investigación fueron realizadas con ayuda de un reactor discontinuo (Batch) utilizando un equipo de prueba de jarras con vasos de precipitación de un litro, según se muestra en la Figura 3.10.

FIGURA 5.10 EQUIPO DE PRUEBA DE JARRAS CON VASOS DE PRECIPITACIÓN DE UN LITRO.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Para determinar el acondicionamiento de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* más eficiente, se tomaron datos a los tiempos 0, 10, 30 y 60 minutos, utilizando una dosis de adsorbente de 4 g/L, a pH 7 y una velocidad de agitación de 150 rpm para los acondicionamientos A, B, C y D. Para el acondicionamiento E se utilizó una dosis de 1.1 g/L de adsorbente.

5.5.3 PRUEBA 2: AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL

La prueba experimental con agua residual fue realizada con ayuda de un reactor discontinuo (Batch) utilizando un equipo de prueba de jarras con un vaso de precipitación de un litro, según se muestra en la Figura 3.11 con lo que se analizó al material bajo condiciones reales.

Para la aplicación práctica se utilizó agua de curtiembre después del proceso de curtido de una industria ubicada en la parroquia Picaihua ubicada en Ambato, cuya concentración de Cr (VI) fue de 5.53 mg/L.

La medición fue realizada a los 10, 20 y 30 minutos bajo las siguientes condiciones experimentales: pH 4.03, dosis de adsorbente 1.5 gramos, velocidad de agitación 150 rpm.

FIGURA 5.11 PRUEBA EN REACTOR DISCONTINUO CON AGUA DE INDUSTRIA CURTIEMBRE ARTESANAL



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Después de realizados los ensayos de laboratorio pertinentes en el presente estudio se obtuvieron desechos líquidos y sólidos contaminados con Cr (VI), como restos de agua con $K_2Cr_2O_4$, la *Moringa oleífera* en polvo y carbón activado a base de *Moringa oleífera*, mismos que devueltos a un contenedor y almacenados en la bodega del Laboratorio Docente de Ingeniería Ambiental de la facultad de Ingeniería Ambiental de la Escuela Politécnica Nacional.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El presente capítulo presenta los resultados y la discusión de los resultados obtenidos en la caracterización del bioadsorbente estudiado y su eficiencia de remoción de Cr (VI), así como los resultados de la aplicación práctica.

6.1 CARACTERIZACIÓN DEL ADSORBENTE.

6.1.1 CONTENIDO DE HUMEDAD, LIGNINA, CELULOSA Y HEMICELULOSA

En la Tabla 4.1 se exponen los resultados de la caracterización del biomaterial, donde el porcentaje de humedad de los restos de poda y cosecha de *Moringa oleífera* utilizados es de 3.53 % por lo que se puede concluir que las cáscaras de la semilla y las vainas de la planta poseen baja capacidad para retener agua.

Por otra parte, los restos de poda y cosecha de *Moringa oleífera* presentan un porcentaje de lignina de 31.49%. Este porcentaje demuestra que la cascara de la semilla y la vaina de la planta presentan un buen refuerzo y una alta rigidez de sus tejidos vegetales (Lagunes, 2015). Tomando en cuenta que el rango típico de lignina en maderas se encuentra entre 25 y 35%, se puede concluir que la *Moringa oleífera* presenta los valores típicos para maderas blandas (Montaño, 2014).

Los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* presentan un porcentaje de holocelulosa de 46.76%, demostrando que posee un porcentaje alto de este compuesto, por lo que se puede afirmar que el material utilizado posee un alto contenido de carbohidratos (López, 2018).

Considerando que, en las maderas, los rangos más comunes de celulosa se encuentran entre 45 y 50% y de hemicelulosa entre 25 y 35%, se puede observar que los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* exhiben valores típicos para maderas blandas, ya que presentan un porcentaje de celulosa de 48.45% y hemicelulosa de 33.77% (Montaño, 2014).

TABLA 6.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE LA PLANTA DE MORINGA OLEÍFERA

Constituyentes	Porcentaje (%)
Humedad	3.53
Lignina	31.49
Holocelulosa	46.76
Celulosa	48.45
Hemicelulosa	33.77

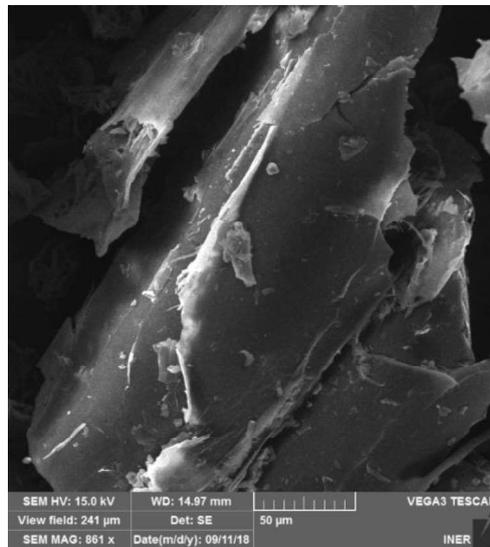
ELABORACIÓN: Puente, 2018

6.1.2 MORFOLOGÍA

6.1.2.1 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).

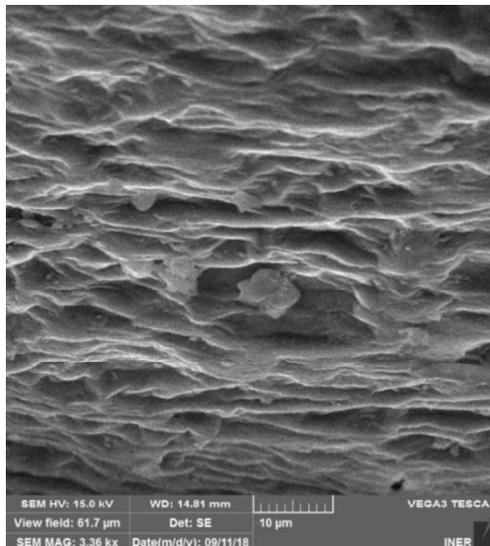
En las Figuras 4.1 y 4.2 se puede observar las fotomicrografías realizada a los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* triturados sin activar a una escala de 50 y 10 um en donde se puede apreciar que la forma que presenta el material adsorbente es bastante regular, además se puede evidenciar que se encuentra constituida por fibras en su gran mayoría.

FIGURA 6.1 FOTOMICROGRAFÍA DE RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *MORINGA OLEÍFERA* SIN ACTIVAR (ESCALA 50um)



ELABORACIÓN: Puente, 2018

FIGURA 6.2 FOTOMICROGRAFÍA DE RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *MORINGA OLEÍFERA* SIN ACTIVAR (ESCALA 10UM)

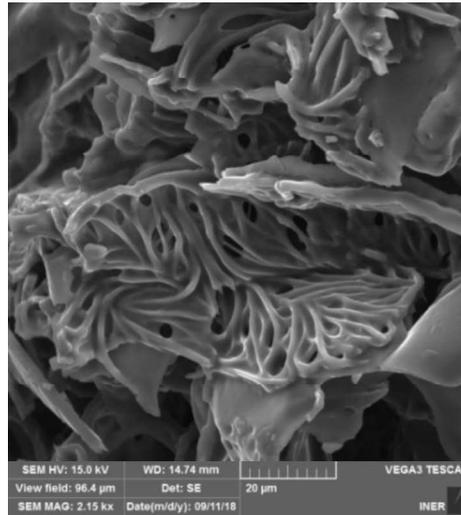


ELABORACIÓN: Puente, 2018

En las Figuras 4.3 y 4.4 pueden ser apreciadas las fotomicrografías de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleifera* carbonizada a una escala de

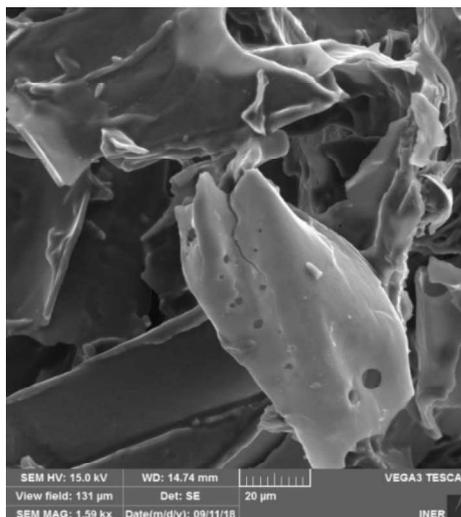
20 μm , en donde se pueden evidenciar las formas irregulares del material además de la presencia de poros en la superficie los cuales facilitan el proceso de adsorción ya que proporcionan un área superficial mayor.

FIGURA 6.3 FOTOMICROGRAFÍA DE *MORINGA OLEÍFERA* CARBONIZADA (Escala 20 μm)



ELABORACIÓN: Puente, 2018

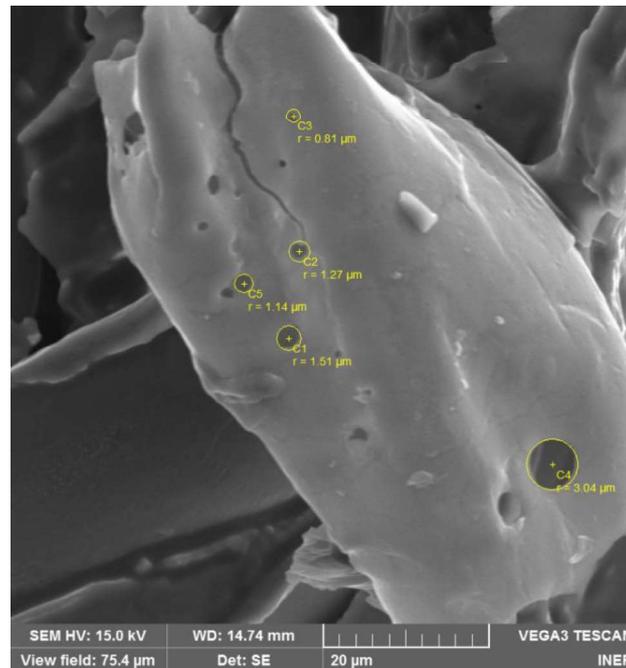
FIGURA 6.4 FOTOMICROGRAFÍA DE *MORINGA OLEÍFERA* CARBONIZADA (Escala 20 μm)



ELABORACIÓN: Puente, 2018

La Figura 4.5 indica la presencia de poros en la superficie del material, con un radio entre 0.81 μm , y 3.04 μm .

FIGURA 6.5 FOTOMICROGRAFÍA *Moringa oleífera* CARBONIZADA (Escala 20 μm)



ELABORACIÓN: Puente, 2018

6.2 PRUEBAS EN BATCH

6.2.1 ACONDICIONAMIENTO A

En la Tabla 4.2 se puede evidenciar que los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* sometidos al Acondicionamiento A presentan una remoción máxima de 5.01% del contaminante en estudio a los 30 minutos, y posteriormente se incrementa nuevamente la concentración.

TABLA 6.2 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera* COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO A

Tiempo (min)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.19	0.00	0.00
10	5.04	0.04	2.89
30	4.93	0.07	5.01
60	5.05	0.04	2.70

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

6.2.2 ACONDICIONAMIENTO B

La Tabla 4.3 muestra que no existe adsorción del contaminante por parte de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* sometidos al Acondicionamiento B, por lo que se descarta el acondicionamiento del material bajo estas condiciones para la remoción de Cr(VI).

TABLA 6.3 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera* COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO B

Tiempo (min)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.61	0.00	0.00
10	5.61	0.00	0.00
30	5.61	0.00	0.00
60	5.61	0.00	0.00

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

6.2.3 ACONDICIONAMIENTO C

En la Tabla 4.4 se expone las remociones del contaminante obtenidas por parte de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* sometidos al Acondicionamiento C. Para las condiciones mencionadas existe un porcentaje

máximo de remoción de 9.72% a los 30 minutos, para después de esto desorber, lo que demuestra que el adsorbente no retiene el contaminante.

TABLA 6.4 EL PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera* COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO C

Tiempo (min)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.45	0.00	0.00
10	5.29	0.04	2.94
30	4.92	0.13	9.72
60	5.23	0.05	4.04

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

6.2.4 ACONDICIONAMIENTO D

En la Tabla 4.5 se muestra la remoción de Cr (VI) obtenida de los ensayos realizados con los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* sometidos al Acondicionamiento D. Su punto máximo de adsorción se da a los 30 minutos con 13.21% de remoción, para después desorber.

TABLA 6.5 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera* COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO D

Tiempo (min)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.45	0.00	0.00
10	4.87	0.15	10.64
30	4.73	0.18	13.21
60	4.75	0.18	12.84

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

6.2.5 ACONDICIONAMIENTO E

La Tabla 4.6 demuestra que existe mayor remoción del contaminante en el acondicionamiento E respecto a las otras alternativas, obteniéndose una remoción del 48.31% a los 60 minutos.

TABLA 6.6 PORCENTAJE DE REMOCIÓN DE Cr (VI) EN MEDIO ACUOSO UTILIZANDO RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera* COMO ADSORBENTE BAJO EL ACONDICIONAMIENTO E

Tiempo (min)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.34	0.00	0.00
10	4.14	1.03	22.47
30	3.15	1.89	41.01
60	2.76	2.22	48.31

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

6.2.6 ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.

6.2.6.1 TIEMPO DE EQUILIBRIO

En la Tabla 4.7 se muestran los valores experimentales de adsorción de 5.74 mg/L de Cr (VI) inicial, a pH 7, temperatura ambiente, dosis de adsorbente 1.5 gramos y velocidad de agitación de 150 rpm, con los que se puede determinar el tiempo de equilibrio el cual se da a los 60 minutos, obteniéndose un porcentaje de adsorción del contaminante de 97.91%.

En las Figuras 4.6 y 4.7 se pueden observar de manera gráfica el tiempo de equilibrio en función de la concentración inicial de Cr (VI) y capacidad de adsorción del material, respectivamente. Se puede apreciar que en los primeros 10 minutos existe una mayor adsorción del contaminante, esto es debido a que existen mayor cantidad de sitios activos en la superficie del adsorbente. A los 20 minutos estos sitios activos empiezan a disminuir lo que ocasiona un cambio en la pendiente de

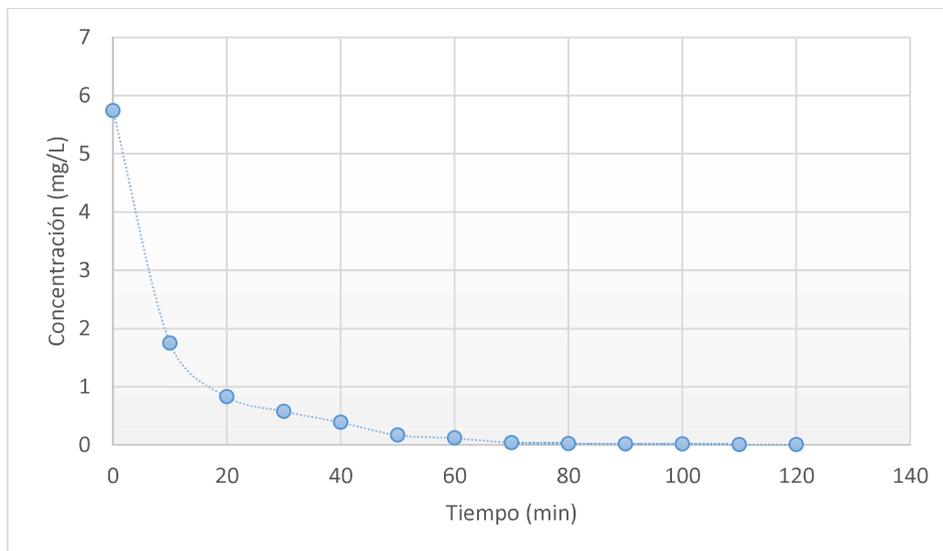
la gráfica, entre los 30 y 40 minutos ya se cumple la norma establecida de 0.5 mg/L de Cr (VI) para descargas de agua al sistema público de alcantarillado y a los 50 minutos los sitios activos del material se encuentran prácticamente saturados. Además, se puede observar, que el tiempo de equilibrio se da a los 60 minutos después de iniciado el proceso, debido a que luego de este tiempo la curva toma una forma horizontal constante, lo que indica que luego de este punto la capacidad de adsorción del contaminante disminuye considerablemente demostrando de esta forma la saturación del adsorbente.

TABLA 6.7 TIEMPO DE EQUILIBRIO DE *Moringa oleífera* CARBONIZADA COMO ADSORBENTE DE Cr (VI) EN SOLUCIÓN ACUOSA.

Tiempo (minutos)	Concentración Final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.740	0.00	0.00
10	1.750	2.66	69.51
20	0.830	3.27	85.54
30	0.580	3.44	59.90
40	0.390	3.57	93.21
50	0.170	3.71	97.04
60	0.120	3.75	97.91
70	0.040	3.80	99.30
80	0.025	3.81	99.56
90	0.018	3.82	99.70
100	0.017	3.82	99.70
110	0.006	3.82	99.90
120	0.007	3.82	99.88

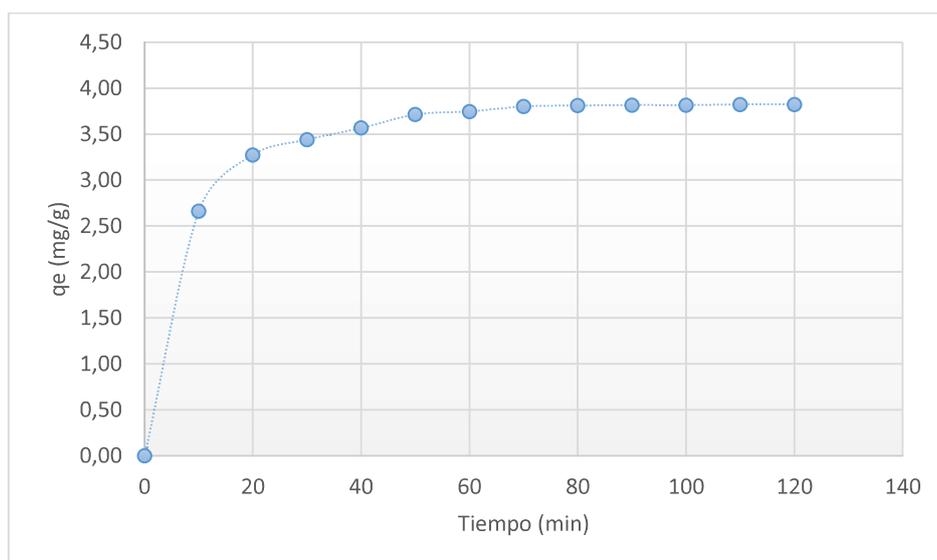
ELABORACIÓN: Puente, 2018.

FIGURA 6.6 TIEMPO DE EQUILIBRIO DE *MORINGA OLEÍFERA* CARBONIZADA COMO ADSORBENTE EN SOLUCIÓN ACUOSA EN FUNCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN INICIAL DE Cr (VI).



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

FIGURA 6.7 TIEMPO DE EQUILIBRIO EN FUNCIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE *MORINGA OLEÍFERA* CARBONIZADA COMO ADSORBENTE DE Cr (VI) EN SOLUCIÓN ACUOSA.



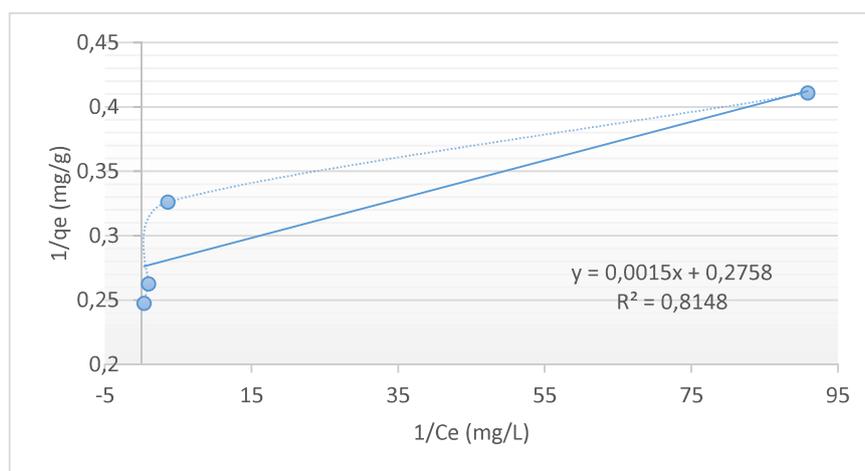
ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Para el tiempo de equilibrio de 40 minutos bajo las condiciones experimentales descritas la capacidad de adsorción de la *Moringa oleífera* carbonizada es máxima, y su valor es de 3.6 miligramos de Cr (VI) por cada 1.5 g de adsorbente.

6.2.6.2 ISOTERMA DE LANGMUIR.

Para poder realizar el modelo isotérmico de Langmuir y obtener sus constantes, es necesario linealizar los datos de equilibrio la *Moringa oleífera* carbonizada como adsorbente de Cr (VI) en solución acuosa, como se puede observar en la Figura 4.8.

FIGURA 6.8 LINEALIZACIÓN DE LA ISOTERMA DE LANGMUIR.



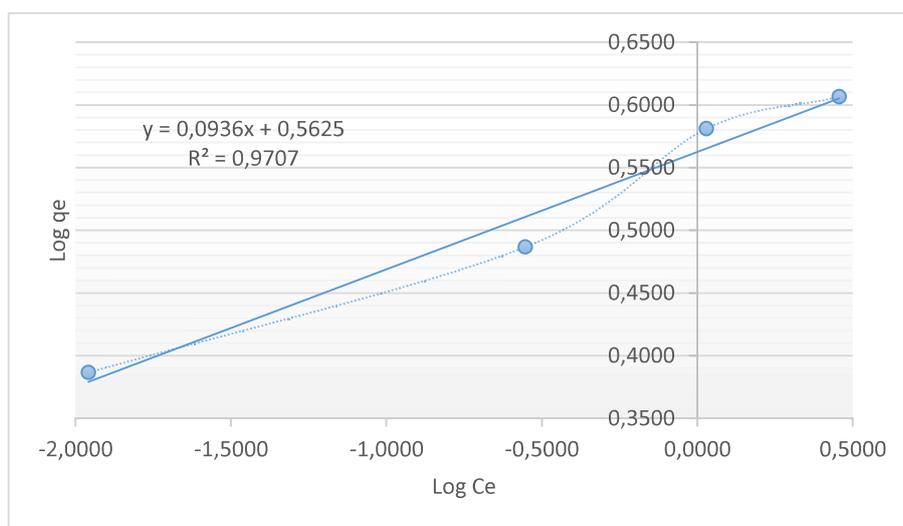
ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Este modelo isotérmico presenta una correlación lineal de 0.81.

6.2.6.3 ISOTERMA DE FREUNDLICH.

Para poder realizar el modelo isotérmico de Langmuir y obtener sus constantes es necesario linealizar los datos de equilibrio la *Moringa oleifera* carbonizada como adsorbente de Cr (VI) en solución acuosa, como se puede apreciar en la Figura 4.9.

FIGURA 6.9 LINEALIZACIÓN DE LA ISOTERMA DE FREUNDLICH.



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Este modelo isotérmico presenta una correlación lineal de 0.97.

Dentro de la Tabla 4.8 se pueden observar las constantes de adsorción obtenidas de los modelos isotérmicos de Freundlich y Langmuir.

TABLA 6.8 CONSTANTES DE ADSORCIÓN PARA LOS MODELOS ISOTÉRMICOS DE FREUNDLICH Y LANGMUIR.

LANGMUIR	qm. (mg/g)	666.7
	b (L/g)	183.9
	R²	0.8148
FREUNDLICH	N	10.7
	Kf(mg/g)	3.7
	R²	0.9707

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

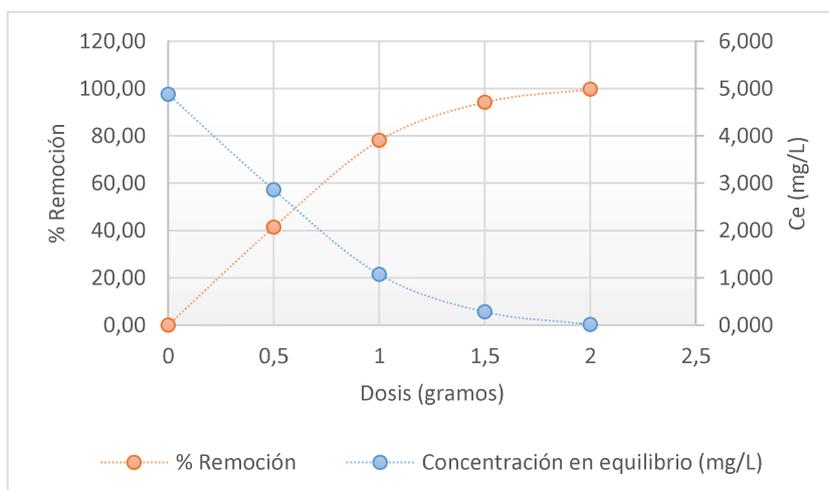
En vista a las constantes de adsorción obtenidas en los modelos de Freundlich y Langmuir se puede concluir que la *Moringa oleífera* carbonizada, utilizada como adsorbente de Cr (VI) en medio acuoso se ajusta de una mejor manera al modelo isotérmico de Freundlich, ya que este posee un elevado coeficiente de correlación lineal, lo que expone que existe adsorción en multicapa, y que la superficie del adsorbente es considerada como heterogénea durante el proceso.

6.3 ANÁLISIS DE EFICIENCIAS DE REMOCIÓN PARA CADA UNO DE LOS CAMBIOS DE VARIABLE.

6.3.1 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE.

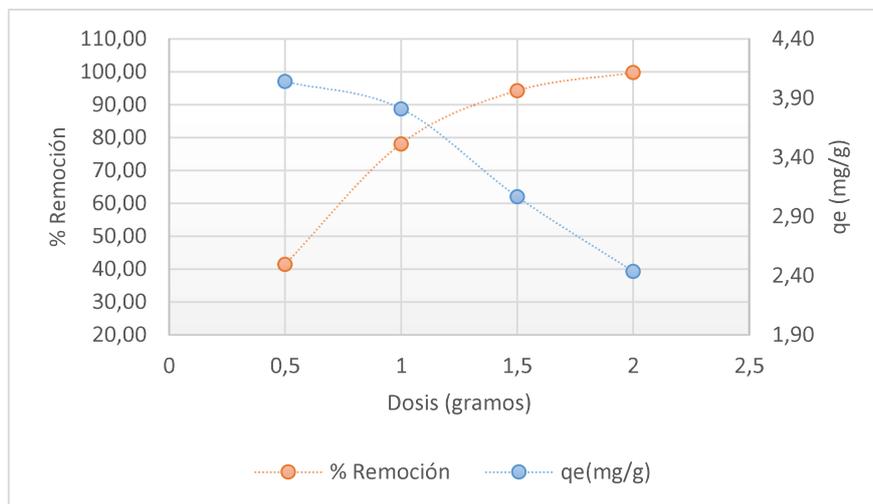
En las Figuras 4.10 y 4.11 se muestra el efecto de la dosis de adsorbente en la remoción de Cr (VI) con *Moringa oleífera* carbonizada en función de la concentración final de Cr (VI), como el de la capacidad de remoción del material bajo las siguientes condiciones experimentales: concentración inicial de Cr (VI) de 4.88 mg/L, pH 7, velocidad de agitación 150 rpm y tiempo de contacto 60 minutos.

FIGURA 6.10 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) *Moringa oleífera* CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CONCENTRACIÓN EN EQUILIBRIO (C_e).



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

FIGURA 6.11 EFECTO DE LA DOSIS DE ADSORBENTE EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON *Moringa oleífera* CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN (q_e).



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

La dosis óptima de adsorbente en la remoción de Cr (VI) con *Moringa oleífera* carbonizada hallados de forma experimental es de 1.5 gramos, donde se encontró una eficiencia del 94% de remoción del contaminante bajo las condiciones descritas.

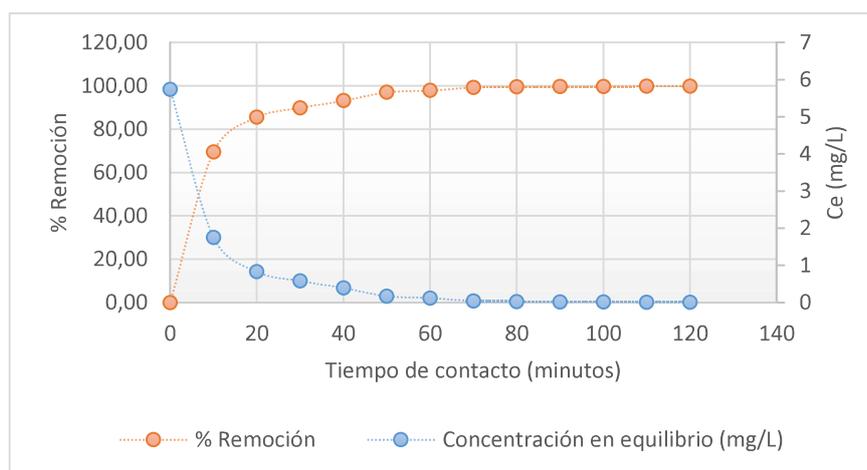
Se puede observar que el incremento de adsorbente aumenta la superficie en donde se puede adsorber el contaminante por lo que se encuentran más sitios activos disponibles.

La dosis óptima de 1.5 gramos de adsorbente favorece una remoción más rápida con lo cual se puede llegar a elevados porcentajes de remoción en tiempos cortos.

6.3.2 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO.

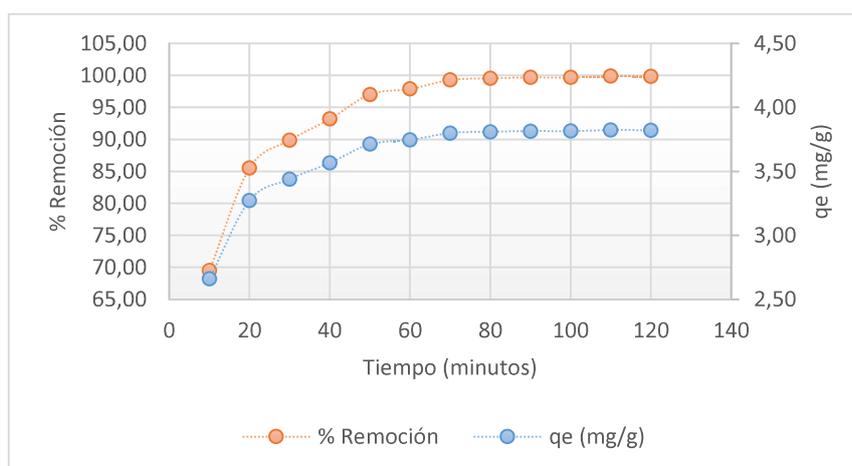
Las Figuras 4.12 y 4.13 indica el efecto del tiempo de contacto en la adsorción de Cr (VI) con *Moringa oleífera* carbonizada bajo las siguientes condiciones: concentración inicial de Cr (VI) de 5.74 mg/L, pH 7, dosis de adsorbente 1.5 g, velocidad de agitación 150 rpm.

FIGURA 6.12 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON *Moringa oleífera* CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CONCENTRACIÓN EN EQUILIBRIO (Ce).



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

FIGURA 6.13 EFECTO DEL TIEMPO DE CONTACTO EN LA ADSORCIÓN DE Cr (VI) CON *Moringa oleífera* CARBONIZADA TOMANDO EN CUENTA LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN (qe).



ELABORACIÓN: Puente, 2018.

El tiempo de contacto óptimo para la adsorción de Cr (VI) con *Moringa oleífera* carbonizada hallado de manera experimental es de 60 minutos en donde se puede observar que se tiene un 98% de eficiencia de remoción del contaminante.

El equilibrio de adsorción se logra a los 60 minutos después de haber comenzado el proceso de remoción ya que luego de este punto la remoción del contaminante se ve disminuida considerablemente hasta que ya no haya sustracción del ion Cr (VI) llegando a su capacidad máxima de adsorción de 3.8 mg por cada gramo de adsorbente.

Se puede observar que en los primeros minutos del proceso la tasa de adsorción es mucho mayor, esto se debe a que en la superficie del adsorbente se encuentran mayor cantidad de sitios activos sin saturar, por lo que al aumentar el tiempo de contacto estos sitios activos van disminuyendo hasta llegar a los 60 minutos donde se alcanza el equilibrio y donde la adsorción del contaminante disminuye.

6.4 APLICACIÓN PRÁCTICA.

En la Tabla 4.9 se muestran los porcentajes de remoción de Cr (VI) con *Moringa oleífera* carbonizada donde se puede observar que a los 30 minutos de contacto con el agua problema se cumple el límite máximo establecido en la legislación ecuatoriana vigente, teniendo concentraciones del contaminante menores a los 0.5 mg/L, junto con un porcentaje de remoción del 96%, por lo que se puede recomendar la metodología en industrias de curtiembre artesanal en el Ecuador.

TABLA 6.9 RESULTADOS DE ADSORCIÓN PARA Cr (VI) UTILIZANDO UNA MUESTRA REAL DE AGUA DE CURTIEMBRE UTILIZANDO CARBON ACTIVADO GRANULAR A BASE DE LOS RESTOS DE PODA Y COSECHA DE *Moringa oleífera*.

Tiempo	Ce ₁ (mg/L)	Ce ₂ (mg/L)	% Remoción ₁	% Remoción ₂	% Remoción Promedio
10	1.14	1.30	79.39	76.49	77.94
20	0.69	0.55	87.52	90.05	88.79
30	0.19	0.16	96.56	97.11	96.84

ELABORACIÓN: Puente, 2018.

Considerando que los valores diarios promedio de un efluente de industria de curtiembre artesanal son de 13 m³ (Arcos, 2017), para proporcionar un tratamiento adecuado a este tipo de agua residual son necesarios al menos 20 kilogramos diarios de carbón activado granular a base de los restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera*.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 CONCLUSIONES

- La caracterización morfológica superficial por microscopía electrónica de barrido (SEM) realizada al carbón activado a base de restos de poda y cosecha de la planta de *Moringa oleífera* muestra que su estructura superficial posee una forma irregular y con porosidades, además de presentar sitios activos sin saturar, característica esencial de un adsorbente.
- Los valores para lignina, celulosa y hemicelulosa de los restos de poda y cosecha de la *Moringa oleífera* son 31.49%, 48.45% y 33.77% respectivamente, indicando que se encuentran en los rangos promedio para maderas, lo que demuestra que el material utilizado en el proyecto es poco biodegradable y señala que las partes de la planta utilizadas no son comerciales y tampoco pueden ser utilizadas para compostaje, por lo que en el proyecto se usan los desechos de la planta.
- El tamaño de partícula óptimo es igual o menor a 0.420 mm en los ensayos, debido a que para la activación del material se tomaron en cuenta todas las partículas que pasaron el tamiz número 40, asegurando que exista mayor cantidad de área superficial en el material adsorbente.
- De la construcción de las isothermas de adsorción de Freundlich y Langmuir se puede concluir que el material adsorbente responde de una mejor manera al modelo isotérmico de Freundlich, por lo que se concluye que el mecanismo de adsorción se da en multicapa.

- De las pruebas en laboratorio se puede evidenciar que con el material bioadsorbente se llega a obtener hasta un 98% de remoción del contaminante a los 60 minutos, además de alcanzar rangos inferiores al de la norma ecuatoriana de 0.5 mg/L Cr (VI) entre los 30 y 40 minutos de tratamiento.
- Se puede considerar la *Moringa oleífera* carbonizada como alternativa para el tratamiento terciario de efluentes de la industria de la curtiembre artesanal que sobrepasen los límites permisibles de Cr (VI) en la legislación vigente, debido a que la producción del material es de bajo costo además de presentar una alta capacidad de adsorción de Cr (VI), llegando a porcentajes de remoción hasta del 97%.
- Considerando que el efluente de una industria de curtiembre artesanal es de 13 m³/día, la cantidad de material necesario para tratar este volumen de agua es de 20 Kg/día de *Moringa oleífera* carbonizada a base de restos de poda y cosecha de la planta.
- Los acondicionamientos A, B, C y D no presentan eficiencias aceptables para la remoción de Cr (VI) debido a que no retienen el contaminante en la superficie del material adsorbente además de que desorben muy rápidamente debido a que no existe en la superficie del adsorbente la cantidad suficiente de sitios activos como para lograr la remoción.

7.2 RECOMENDACIONES

- Se recomienda tomar en cuenta las dosis óptimas de adsorbente en la aplicación práctica para evitar la sedimentación del material y además disminuir la formación de lodos.

- Es recomendable implementar un sistema de gestión de desechos de *Moringa oleífera* para la obtención de los restos de poda y cosecha de la planta utilizados en la realización del presente proyecto.
- Se recomienda incrementar el estudio realizado variando otros parámetros como el pH, temperaturas, y velocidades de agitación para aumentar el campo de estudio ya que se podría hallar formas más eficientes de utilización del material adsorbente.

BIBLIOGRAFÍA

- Andrade, C. (2015). *TRATAMIENTO DE AGUAS CONTAMINADAS CON CRUDO UTILIZANDO QUITOSANO COMO ADSORBENTE*. QUITO: Universidad Central del Ecuador.
- Anwar, F. (2007). Moringa Oleifera: A Food Plant with Multiple Medical Uses. *WILEY InterScience*, 17-25.
- Arcos, D. (2017). *ANÁLISIS DE ALTERNATIVAS PARA EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES INDUSTRIALES DE CURTIEMBRES. CASO DE ESTUDIO: PICAIHUA, TUNGURAHUA*. Quito.
- Bhatti, H. N. (2006). Removal of Zn(II) ions from aqueous solution using Moringa Oleifera Lam. (horseradish tree) biomass. *ELSEVIER. Process Biochemistry*.
- Campusano, M. (2010). *DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE ENFRIAMIENTO POR ADSORCIÓN SOLAR*. Quito: Escuela Politécnica Nacional. Facultad de ingeniería mecánica.
- Carbajal, Á. (2012). Propiedades y funciones biológicas del agua. *Departamento de Nutrición, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense de Madrid*.
- Carbotecnia. (2014). www.carbotecnia.info. Obtenido de <https://www.carbotecnia.info/producto/carbon-activado-para-tratamiento-de-agua-mineral/>
- Caviedes, D. (2015). Tratamiento para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión. *Revista Ingeniería y Región*.
- Córdova, C. (2015). *DESODORIZACIÓN DE MINERAL TURPENTINE RECUPERADO, MEDIANTE ADSORCIÓN CON CARBÓN ACTIVADO*. Quito: UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR. FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA. CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA.

- Duarte, E. (2009). REMOCIÓN DE CROMO DE AGUAS RESIDUALES DE CURTIEMBRE USANDO QUITOSANO OBTENIDO DE DESECHOS DE CAMARÓN. *Scientia et Technica*.
- Envitech, C. (2018). *Condorchem Envitech*. Obtenido de Filtración por membranas: <https://condorchem.com/es/filtracion-por-membranas/>
- EPA. (2000). *Chromium Compunds*. United States of America.
- Esparza, E. (2001). CONTAMINACIÓN DEBIDA A LA INDUSTRIA CURTIEMBRE. *Revista de Química Vol XV*.
- Espinosa, G. (2015). Alternativas ambientales para la remoción de cromo hexavalente en residuos líquidos de laboratorios especializados de la Universidad de Nariño. *Maestría en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente Universidad de Manizales*.
- García, B. (2012). ESTUDIO DE LA DESCONTAMINACIÓN DE EFLUENTES LÍQUIDOS CON ELEVADA CONCENTRACIÓN DE METALES PESADOS MEDIANTE BIOADSORBENTES DE MORINGA OLEÍFERA. *Universidad Politécnica de Valencia*.
- Ghebremichael, K. (2010). Performance of Moringa oleifera as a biosorbent for chromium removal. *Water Science & Technology - WST*.
- Gordón, F. (2017). *APLICABILIDAD DEL COMPOSITO GOETHITA/ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO PARA REMOVER METALES PESADOS DE AGUAS CONTAMINADAS*. Quito.
- Lagunes, E. (2015). Función de la Lignina en la Interacción Planta-Nematodos Endoparásitos Sedentarios. *Revista Mexicana de FITOPATOLOGÍA*.
- López, M. (2018). *EVALUACIÓN DE LAS SEMILLAS DE Moringa Oleífera PARA LA REMOCIÓN DE FLUORUROS EN AGUAS DE CONSUMO HUMANO*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- Losada, L. (2015). REMOCIÓN DE CROMO HEXAVALENTE UTILIZANDO CÁSCARA DE MORINGA OLEÍFERA COMO BIO-ADSORBENTE. *Revista NOVA*.

- MAE. (2015). Acuerdo ministerial 061. Reforma del Libro VI del Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente. *Anexo I*.
- Martínez, M. (2013). *Remediación de agua contaminada con petróleo utilizando pennisetum clandestinum como bioadsorbente*. Quito: UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR, FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS, CARRERA DE QUÍMICA.
- Meneghel, A. P. (2013). BIOSORPTION AND REMOVAL OF CHROMIUM FROM WATER BY USING MORINGA SEED CAKE (*Moringa oleifera* Lam.). *Quim NOVA*, Vol 36.
- Meza. (2010). ADSORCIÓN DE PLOMO DE EFLUENTES INDUSTRIALES USANDO CARBONES ACTIVADOS CON H₃PO₄. *Rev Soc Quím Perú*.
- Meza, C. L., Sun, M., & Recuay, N. (2012). REMOCIÓN DE CROMO (VI) EMPLEANDO CARBONES PREPARADOS POR ACTIVACIÓN QUÍMICA A PARTIR DE LAS ASTILLAS DE EUCALIPTO. *Rev Soc Quím Perú*.
- Montaño, H. (2014). *Producción de Bioetanol a Partir de Material Lignocelulósico de Moringa Oleífera*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Ndabigengesere, A. (1995). ACTIVE AGENTS AND MECHANISM OF COAGULATION OF TURBID WATERS USING MORINGA OLEIFERA. *Pegamon. Wat. Res. Vol 29*, 703-710.
- Orellana, J. (2005). CARACTERÍSTICAS DEL AGUA POTABLE. *Ingeniería Sanitaria - UTN- FRRO*.
- Paredes, L. (2015). *BIOCOAGULACIÓN: TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES DE LA INDUSTRIA DE LA CURTIEMBRE*. Quito-Ecuador.
- Parlikar, A. (2013). Defluoridation Of Water by Moringa Oleifera - A Natural Adsorbent. *Internation Journal o Engineering Science and Innovative Technology (IJESIT)*.
- Pérez, A. (2010). Características y potencialidades de Moringa oleifera, Lamark. Una alternativa para la alimentación animal. *Pastos y Forrajes*, Vol. 33.

- Pollard, S. J. (1995). MICROPOROUS CARBONS FROM MORINGA OLEIFERA HUSKS FOR WATER PURIFICATION IN LESS DEVELOPED COUNTRIES. *Wat. Res. Vol 29*.
- Quiñones, É. (2014). Remediación de aguas contaminadas con cromo utilizando diferentes biomateriales residuales. *Revista Ciencia e Ingeniería al día*.
- Quishpe, Á. (2010). *TRATAMIENTO DE EFLUENTES LÍQUIDOS DE LA INDUSTRIA DE CURTIDO, MEDIANTE PRECIPITACIÓN QUÍMICA, ADSORCIÓN CON CARBÓN ACTIVADO Y RIZOFILTRACIÓN*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- Ramachandran, C. (1980). Drumstick (Moringa oleifera): A Multipurpose Indian Vegetable. *Economic Botany*, 276-283.
- Ramirez, E. (s.f.). APUNTES DE LA MATERIA PROCESOS Y OPERACIONES UNITARIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL. Mexico.
- Reddy. (2010). Biosorption of Ni(II) from aqueous phase by Moringa oleifera bark, a low cost biosorbent. *ELSEVIER*.
- Reddy, D. H., Harinath, Y., Sessaiah, K., & Reddy, A. (2010). Biosorption of Pb(II) from aqueous solutions using chemically modified Moringa oleifera tree leaves. *ELSEVIER*.
- Rengel, M. (2018). EVALUCIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE LA SUPIRROSA (Lantana camara) EN LA REMOCIÓN DE CROMO DE AGUAS DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA DE CURTIEMBRE. *PROYECTO PREVIO A LA TITULACIÓN DEL TITULO DE INGENIERIA AMBIENTAL ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL*.
- Rodríguez, M. (2006). EFECTOS DE LA CANTIDAD DE CROMO HEXAVALENTE Y EL pH EN LA REMOCIÓN DE CR6+ EN UN REACTOR ELECTROQUÍMICO DE ELECTRODOS ROTATORIOS. *ResearchGate*.
- Rodríguez, M. (2015). Un estudio de la remoción de manganeso (II) a partir de sistemas acuosos usando cápsulas de moringa oleífera como bioadsorbente. *Revista CENIC Ciencias Biológicas Vol 4*.

- Rodríguez, Y. (2012). ADSORBENTES A ASE DE CASCARILLA DE ARROZ EN LA RETENCIÓN DE CROMO DE EFLUENTES DE LA INDUSTRIA DE CURTIEMBRES. *Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial Vol. 10*.
- Sharma, P. (2006). Removal of cadmium from aqueous system by shelled Moringa oleífera Lam. seed powder. *SCIENCE DIRECT*.
- Tejada, C. (2017). REMOCIÓN DE CROMO HEXAVALENTE SOBRE RESIDUOS DE CACAO PRETRATADOS QUÍMICAMENTE. *Rev. U.D.C.A Act. & Div. Cient.*
- Tejada, villabona, Á., & Garcés, L. (2015). Adsorción de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biológico. *Tecno Lógicas, Vol. 18*.
- Vullo, D. (2003). MICROORGANISMOS Y METALES PESADOS: UNA INTERACCIÓN EN BENEFICIO DEL MEDIO AMBIENTE. *Revista Química Viva*.

ANEXOS

ANEXO NO.1

**DATOS EXPERIMENTALES Y EFICIENCIAS DE REMOCIÓN PARA LOS
DISTINTOS TIPOS DE ACTIVACIÓN DE *Moringa Oleífera*.**

a) Datos experimentales para activación A.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	q_e (mg/g)	% Remoción
0	5.19	0.00	0.00
10	5.04	0.04	2.89
30	4.93	0.07	5.01
60	5.05	0.04	2.70

b) Datos experimentales para activación B.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	q_e (mg/g)	% Remoción
0	5.61	0.00	0.00
10	5.61	0.00	0.00
30	5.61	0.00	0.00
60	5.61	0.00	0.00

c) Datos experimentales para activación C.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	q_e (mg/g)	% Remoción
0	5.45	0.00	0.00
10	5.29	0.04	2.94
30	4.92	0.13	9.72
60	5.23	0.05	4.04

d) Datos experimentales para activación D.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	q_e (mg/g)	% Remoción
0	5.45	0.00	0.00
10	4.87	0.15	10.64
30	4.73	0.18	13.21
60	4.75	0.18	12.84

e) Datos experimentales para activación E.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	q_e (mg/g)	% Remoción
0	5.34	0.00	0.00
10	4.14	1.03	22.47
30	3.15	1.89	41.01
60	2.76	2.22	48.31
90	2.64	2.33	50.56
120	2.16	2.74	59.55

ANEXO NO. 2

**DATOS EXPERIMENTALES DE LOS MODELOS ISOTÉRMICOS DE
ADSORCIÓN DE FREUNDLICH Y LANGMUIR.**

a) Datos experimentales del tiempo de equilibrio.

Tiempo (min)	Concentración final (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	5.74	0.00	0.00
10	1.75	2.66	69.51
20	0.83	3.27	85.54
30	0.58	3.44	89.90
40	0.39	3.57	93.21
50	0.17	3.71	97.04
60	0.12	3.75	97.91
70	0.04	3.80	99.3
80	0.025	3.81	99.56
90	0.0175	3.82	99.70
100	0.017	3.82	99.70
110	0.006	3.82	99.90
120	0.007	3.82	99.88

b) Datos experimentales de condiciones de equilibrio para la construcción de isothermas de adsorción.

Dosis (mg)	Concentración final (mg/L)	Concentración adsorbida (mg/L)	qe (mg/g)	% Remoción
0	4.880	0.000	-	-
0.5	2.860	2.020	4.04	0.35
1	1.070	3.810	3.81	0.93
1.5	0.280	4.600	3.07	3.57
2	0.011	4.869	2.43	96.91

c) Datos experimentales linealizados de modelos isotérmicos de Langmuir y Freundlich.

Langmuir		Freundlich	
1/Ce (L/mg)	1/qe (g/mg)	log Ce	log qe
0.350	0.248	0.456	0.606
0.935	0.262	0.029	0.581
3.571	0.326	-0.553	0.487
90.909	0.411	-1.959	0.386

ANEXO NO.3
PROCEDIMIENTO PARA REALIZAR HUMEDAD, LIGNINA, CELULOS Y
HEMICELULOSA

a) Determinación de humedad

1. Pesar dos muestras de un gramo de *Moringa oleífera*.
2. Colocar las muestras en la estufa previamente calentada a 105°C durante 24 horas.
3. Almacenar las muestras en un desecador hasta alcanzar temperatura ambiente.
4. Pesar y registrar el valor.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{masa inicial (g)} - \text{masa seca (g)}}{\text{masa seca (g)}} * 100$$

b) Determinación de lignina

1. Pesar un gramo de *Moringa oleífera* en un crisol previamente tarado.
2. Secar la muestra en la estufa durante 2 horas a 105°C y posteriormente enfriar en un desecador.
3. Trasladar la muestra seca a un vaso de precipitación con tapa y agregar lentamente mientras se mezcla, 15 ml de H₂SO₄ (72%), mantener la agitación constante durante un minuto.
4. Dejar reposar la mezcla durante 2 h, agitando frecuentemente, conservando la temperatura en un rango entre 18 a 20 °C para lo cual se puede colocar el vaso de precipitación en otro más grande con agua fría.
5. Lavar el material en un matraz Erlenmeyer de 1 L y agregar 560 ml de agua destilada para diluir a una concentración de 3% el H₂SO₄, llevar a ebullición durante 4 horas con ayuda de un baño maría y procurar mantener el volumen del agua constante, añadiendo agua perdida en la evaporación cuando sea necesario.
6. Dejar reposar y sedimentar el material insoluble.
7. Filtrar la muestra con ayuda de una placa filtrante, y lavar el recipiente con agua caliente.

8. Secar la muestra en la estufa a 105 °C durante 2 h, y posteriormente enfriar en un desecador.
9. Reportar los resultados como porcentaje en masa de lignina en madera no extraída y sin humedad.

$$\% \text{ Lignina} = \frac{\text{masa lignina (g)}}{\text{masa seca (g)}} * 100$$

c) Determinación de hemicelulosa

1. Pesar 2 g de *Moringa oleífera* en un Erlenmeyer.
2. Añadir 100 ml de NaOH al 1% de concentración.
3. Llevar a baño maría durante una hora y cubrir con un vidrio reloj, mezclar con un agitador a los 10, 15 y 25 minutos.
4. Filtrar la muestra con ayuda de una placa filtrante.
5. Lavar la muestra con 100 ml de agua destilada caliente
6. Lavar con 50 ml de ácido acético al 10%.
7. Lavar con 100 ml de agua destilada caliente.
8. Secar la muestra en una estufa a 105 °C durante 12 h y posteriormente dejar enfriar en un desecador.
9. Pesar y reportar el valor como porcentaje de hemicelulosa.

$$\% \text{ Hemicelulosa} = \frac{\text{masa seca (g)} - \text{masa hemicelulosa (g)}}{\text{masa seca (g)}} * 100$$

d) Determinación de holocelulosa

1. Pesar 2 g de *Moringa oleífera* en un Erlenmeyer.
2. Añadir 150 ml de agua destilada y colocar 0.2 ml de ácido acético al 10% de concentración, junto con 1 g de NaClO₂.

3. Poner a baño maría la mezcla y cubrir con un vidrio reloj, agitar de vez en cuando.
4. Durante las siguientes 5 h añadir 0.22 ml de ácido acético y 1 g de NaClO₂ en intervalos de 1 h.
5. Después de transcurrido el tiempo se debe bajar la temperatura a 10 °C con agua con hielo.
6. Filtrar la muestra con ayuda de una placa filtrante y luego lavar con 500 ml de agua destilada.
7. Secar en una estufa a 60 °C durante 12 h, posteriormente dejar enfriar en un desecador.
8. Pesar y reportar el valor como porcentaje de holocelulosa.

$$\% \text{ Holocelulosa} = \frac{\text{masa seca (g)} - \text{masa holocelulosa (g)}}{\text{masa seca (g)}} * 100$$

e) Determinación de celulosa

1. Pesar 1 gramo de holocelulosa en un Erlenmeyer.
2. Agregar 5 ml de una solución de NaOH 17.5% a 20 °C en baño maría durante 2 minutos.
3. Agregar 2.5 ml de NaOH 17.5% cada 5 minutos hasta completar los 12.5 ml incluyendo la cantidad inicial durante 30 minutos a temperatura ambiente.
4. Mezclar a 20 °C durante 45 minutos.
5. Calentar a 16 ml de agua destilada a 20 °C y agregar a la mezcla.
6. Agitar la mezcla durante 1 hora.
7. Filtrar la mezcla con ayuda de una placa filtrante.
8. Colocar 25 ml de una solución de NaOH 8.3% y posteriormente lavar con agua destilada.
9. Repetir el literal anterior dos veces más.
10. Apagar la bomba de succión y añadir 7.5 ml de ácido acético al 10%.
11. Retirar el ácido y dejar la muestra semi descubierta durante 3 minutos.

12. Lavar con agua destilada y llevar a secar en una estufa durante 12 h, posteriormente dejar enfriar en un desecador.
13. Pesar y reportar el valor como porcentaje de celulosa.

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{\text{masa seca (g)} - \text{masa celulosa (g)}}{\text{masa seca (g)}} * 100$$