

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

MAESTRÍA EN INGENIERÍA AMBIENTAL Y TECNOLOGÍAS SUSTENTABLES



MODIFICACIÓN DE FIBRAS NATURALES MEDIANTE LA APLICACIÓN DE RADIACIÓN UV PARA SU USO EN LA REMOCIÓN DE CONTAMINANTES DE MATRICES AMBIENTALES

T E S I S

QUE PARA OBTNER EL GRADO DE

MAESTRO EN INGENIERÍA AMBIENTAL Y TECNOLOGÍAS SUSTENTABLES

PRESENTA:

Q.I. ARQUIMIDEZ BERNARDO TOLENTINO ROJAS

ASESOR: DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA



Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería CUERNAVACA, MORELOS

SEPTIEMBRE 2020

Agradecimiento a CONACyT

Este proyecto se realizó en el Laboratorio de Química Analítica y Ambiental (Lab. 313) del Centro de Investigaciones Químicas (CIQ) de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM), bajo la asesoría del Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña con el apoyo financiero del Programa de Becas Nacionales de Posgrado, otorgado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT).

COMITÉ REVISOR.

- DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA
 - DR. MANUEL SALDAÑA MALDONADO
 - DRA. JOSEFINA VERGARA SÁNCHEZ
 - DRA. LOYDA ALBAÑIL SÁNCHEZ
 - DRA. MARIANA ROMERO AGUILAR

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS e INGENIERÍA



Programas educativos de calidad reconocidos por CIEES, CACEI y CONACYT SGC certificado en la norma ISO 9001:2015

Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería Secretaría de Investigación y Posgrado

FORMATO T-2 NOMBRAMIENTO DE COMISIÓN REVISORA Y DICTAMEN DE REVISIÓN

Cuernavaca, Mor., a 17 de agosto de 2020.

DRA JOSEFINA VERGARA SÁNCHEZ DR. MANUEL SALDAÑA MALDONADO DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA DRA LOYDA ALBAÑIL SÁNCHEZ DRA MARIANA ROMERO AGUILAR PROFESORES DE LA FCQeI P R E S E N T E

Por este conducto, me permito informarle que ha sido asignado como integrante de la Comisión Revisora de la tesis que presenta el <u>Q.I. BERNARDO ARQUÍMIDEZ TOLENTINO ROJAS</u> titulada: <u>"Modificación de fibras naturales mediante la aplicación de radiación UV para su uso en la remoción de contaminantes de matrices ambientales</u>, realizada bajo la dirección del <u>Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña</u> en el Programa Educativo de Maestría en Ingeniería Ambiental y Tecnologías Sustentables. Agradezco su valiosa participación en esta Comisión y quedo a sus órdenes para cualquier aclaración o duda al respecto.

A T E N T A M E N T E Por una humanidad culta

DRA. MARIA DEL CARMEN TORRES SALAZAR SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO DE LA FCQeI

DICTAMEN

DRA. MARIA DEL CARMEN TORRES SALAZAR SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO DE LA FCQeI P R E S E N T E

En respuesta a su amable solicitud para formar parte de la Comisión Revisora de la tesis mencionada y una vez realizada la revisión correspondiente, me permito informarle que mi VOTO es:.

DICTAMEN

NOMBRE	νοτο	FIRMA
Dra Josefina Vergara Sánchez	APROBADO	
Dr. Manuel Saldaña Maldonado	APROBADO	
Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña	APROBADO	
Dra. Loyda Albañil Sánchez	APROBADO	
Dra Mariana Romero Aguilar	APROBADO	

Se anexan firmas electrónicas

Av. Universidad 1001 Col. Chamilpa, Cuernavaca Morelos, México, 62209, Tel. (777) 329 70 00, Ext. 3025, 4993/ investigación.fcqei@uaem.mx

RECTORÍA

Una universidad de excelencia



Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

MARIA DEL CARMEN TORRES SALAZAR | Fecha: 2020-08-17 18:51:06 | Firmante

z5V0YoieF8AEo/vyBoJ+4BiwEUI1sT/M63BJrzRZ5oLM4uHjF1x/4+9FTvBIJBYgYa/vQ6wXUfPxGycjXyy171fZofeJXRv6ip7ODKX+mHIRP+IU+vnXN3ZynFs4PCxltZ6UoqiZsdBQ WW88IHRteJF7HNB2YDYshK5Kb6CVLPS26WYgWxUH1uED+5m7daCJLtvwKd0H+uX8AVZDiQ/LbMPBu8licWgDCN9oWD1PNI0kx5tb8P4xg/sTwW8IFQHOiAMhJ0yaEY+w0A j4P8J4WyPCW2Jz1Q47bBnypArxqBQbuAPBI1GlaWrXbg3w/YbjYj35Qzet74HfZWNUxm3emw==

> Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



VvPRHY

https://efirma.uaem.mx/noRepudio/G4BCQq4ZRUYPfgEUH1rMqHFyKn9utwBN



Una universidad de excelencia



Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA | Fecha: 2020-08-18 09:43:50 | Firmante

NAe1rdkZWQdMPLk/olOdXTAJOkMkV9nGWf/lscMfatgokRdXK4bP2A4r3HdFMDhMRHeCfoe1FhDjYYeL5a1GXWvAGvBl1hMRX8u4n22AEMBpigzpuEV/6yJrKCevm2xl2Cqqgt PH6KT4tg4YmH7jh20hjoFqbfTxjhANF0jYairxVq8ctHWeax3d+VsJEV9sSiOcDEwBKbEAkVnqXpL/Yo3JDB6DQXV/htze9IPWRi5rTdM4p1fnmtQ4Xe5x5bgHKLaHvM21ZzDZ3TZ/ WaOvgTX8hBS54f5oZi77rT8c+Skt4e9Ku7O8UaKyMRXAbBRa05PGB+JK0mqTK+ZIJXcWzw==

MARIANA ROMERO AGUILAR | Fecha: 2020-08-18 12:11:06 | Firmante

j+BZjQPCPXUDtMtc/K6MC10i8whWOexFcGU+ek7acZ4Rq2xX0ikzjzym4ixsnce/Rtulij9UKs7DWUWhX4RYZN8oEmsCwNSApiWRrbzWStA3uRjyrZX4Q3B/bcR147o2pAQDZz1 G0msFzvrKxju8NRioxeudjbXJMuUNiU2QyD0RSF4QsiUCQaVhYcQ/uzQ3/yj1zohWtGRfbENYrwhbLN7H3pUBgQT7TrENMeli7o6WisRYDAilmZllZPDfLYE2okM+V1+wjWh8+R5 gd92bJAHRS/Tjws6dlVSKLVYD4OKHSTJJ27X0L+vcTL3uFqkaGtC48S0MzZKAo4UIYKIFUQ==

LOYDA ALBAÑIL SANCHEZ | Fecha: 2020-08-18 21:12:28 | Firmante

QI2XLAN7EvDAyNkGM0FVAfmQ8rDNmMfj9x0dNragMRCjp9li6SBK57HeOjZDLxYzZzJYCoa1Srby5oGTF/4duSGjQvCx2VVfcA2XDLRHyREcY1NCJegqQUiecQRF5PncmT7Oa UH3j5H0cv7Ss65Wv6gj7Y8+kyull5016dcali0ra9+k2Y1SCESYiDT0ZBmY+BWFvt2Hn1QLd3vy8V9Nr+2G+LkKZeFuXk/vqZOBRqmf70wQVn2UiHEywByX2QvVB07hZ5ySIm84H 0x12R2VN3wG2Xv/ET119H+jld9fqNxdseZQ4GIP5m5sMUb9NkWAZqZN6s5nc3PQW7T2h3F4aw==

JOSEFINA VERGARA SANCHEZ | Fecha: 2020-08-19 17:12:41 | Firmante

GwiFuUBTNoB845SIP/rTEXoRH07QO2PsQHB+EFBvgrOGRag5+21V4D+0LnNe2hc3yS953RNG3sb0e/dld1AeNZh6txr/patFvSpGobnLGgUhUrdBuT6Cw55dbNZKXaxKGDGro Ybooel8UPQ0b+e+tomRvF3aQO0cnUVY3Vr/iTQ2O0aPc8PKAncrOwKtApZz5ZRuegF/rsefLd4Y6RDL2oJ6Fbr+hTNnSMOV8tkJocBdar0GMUx8xplgPfM6cfelpcpqBLtJ7MpmwX SgkBHjoKkX2feXSN8QfV51gZd5cq0YUCtSPx1VBrD/yw4bB6nbxNUDAK7gyefxWtJzx5/pJw==

MANUEL SALDAÑA MALDONADO | Fecha: 2020-08-24 14:09:26 | Firmante

ykE1nYoX/Qs21/uhWKv5SGX3EwB6ANX3/2udFXxJHmwO0ER39GCqU0PZdJjlY2XDcU/ebsmZoak+EU2cGR2iiwQlVglinwltghMtpwzlsWTJNaji6m8ouJEajcfPQo8UxDjGYHMw wcXrMFCHNF0BQG+Yk1CufUUUS9XWRL2VgXrc+lgDKw2J5xAaJXLRBi3MQZIM0N4aUqgzyHOmUVyu08f5DNM1DCpQYl2I4wo+DjpAA/e5+gWO+ybuA6h7cnt8uxCZr9rvploEc deuj2rsS/PfCH/X1R2G3edyTzg87Y3mEWuvNMdRtlR/62vaZGs6rX3LDxWMGXInYiD8ilZUGA==

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o

escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



4rs5bY

https://efirma.uaem.mx/noRepudio/8SEpkf6qQFev6QNopSLDKCgZq3Y6Sp1Z



Una universidad de excelencia

Dedicatoria

A mis padres y hermanos por su apoyo y confianza. Gracias por ayudarme a cumplir mis objetivos como persona y estudiante. A mi padre por brindarme los recursos necesarios y estar a mi lado apoyándome y aconsejándome siempre. A mi madre por hacer de mí una mejor persona a través de sus consejos, enseñanzas y amor.

Agradecimientos

A DIOS: Agradezco por este día, agradezco por poder ver y oír hoy. Has hecho tanto por mi y continúas bendiciéndome cada día. Gracias por la salud que me has dado, por la inteligencia, por la paciencia, por el amor de aquellos que me aprecian, gracias por la oportunidad constante que me das decrecer como persona y como ser humano.

DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA: Por brindarme su confianza para realizar este trabajo, por su tiempo, apoyo, enseñanzas y buenos consejos.

AL HONORABLE COMITÉ REVISOR: Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña, Dra. Josefina Vergara Sánchez, Dra. Loyda Albañil Sánchez, Dr. Manuel Saldaña Maldonado y Dra. Mariana Romero Aguilar: por el tiempo dedicado a la revisión de este trabajo, sus comentarios y sugerencias. Igualmente, por su paciencia, enseñanzas y amabilidad.

A MIS AMIGOS: Ivonne, Selina, Ian, Vero, Rebe, Polo, Emanuel, Brenda, Alain, Arrieta, Denis y Suset por la amistad que me brindaron estos años, su apoyo, los buenos momentos, el conocimiento compartido, buenos deseos, momentos felices y triunfos juntos.

A LA FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS E INGENIERIAS: Por mi formación durante el posgrado.

AL CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS (CIQ) y CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍAS Y CIENCIAS APLICADAS (CIICAP): Por haberme permitido realizar mi tesis, el uso de las instalaciones y a los técnicos académicos por su apoyo en la obtención información durante el análisis de muestras.

GRACIAS

Índice

ÍN	D	IC	E DE	E TABLAS	iv
ÍN	D	IC	E DE	E FIGURAS	v
L	[S '	ΤА	DE .	ABREVIATURAS	vii
1.		IN	ГRO	DUCCIÓN	8
2.		AN	TEC	CEDENTES	10
3.		MA	ARC	O TEÓRICO	14
	3.	1.	Fib	ras de Celulosa	14
	3.	2.	Téc	cnicas de Caracterización en Estado Sólido de Fibras Naturales	16
		3.2	.1.	Caracterización por espectroscopía FTIR	16
		3.2	.2.	Caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM)	17
		3.2	.3.	Caracterización mediante análisis termogravimétrico (TGA)	18
	3.	3.	Mo	dificación Superficial	19
	3.	4.	Pro	cesos Fotoquímicos con Radiación UV	20
	3.	5.	Mó	dulo De Young	20
		3.5	.1.	Elasticidad, plasticidad, y limitaciones de la ley de Hooke	21
	3.	6.	Use	o de Fibras Naturales en la Remoción de Contaminantes	22
		3.6	.1.	Adsorción	22
		3.6	.2.	Tratamiento de aguas naturales y parámetros del agua potable	23
		3.6	.3.	Tecnologías de remediación	23
	3.	7.	An	álisis de Hierro	24
		3.7 con	.1. Itenic	Método espectrofotométrico (3500-Fe D) de la fenantrolina para deter do de hierro	minar el 24
	3.	8.	Esp	pectrofotometría de Ultravioleta-Visible	25
		3.8	.1.	Fundamento de la espectroscopía	25
		3.8	.2.	Transmitancia y absorbancia	27
		3.8	.3.	Ley de Lambert-Beer	28
	3.	9.	Det	terminación de Dureza Total en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tra	tadas .29
		3.9	.1.	Principio del método para la determinación de dureza	30
4.		PL	ANI	TEAMIENTO DEL PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN	31
5.		JU	STIF	FICACIÓN	32
6.		HI	PÓT	'ESIS	33
7.		OB	JET	TVOS	33
	7.	1.	Obj	jetivo General	33
	7.	2.	Obj	jetivos Específicos	33

8.	DIS	SEÑO I	EXPERIMENTAL	4
9.	EST	[RAT]	EGIA EXPERIMENTAL	5
10.	N	IATE	RIALES Y MÉTODOS	б
1	10.1.	Micro	fotorreactor	6
1	0.2.	Mater	ia Prima3	б
]	10.3.	Escale	dado y Secado de las Fibras3	б
1	10.4.	Reduc	cción del Tamaño de Fibras3	б
1	10.5.	Tratar	niento de las fibras naturales con radiación UV3	7
I I I I C C C	En el oulver nuest oara c como el proc	micro rizadas ras sin ada exp el cam ceso	fotoreactor se colocaron las diferentes muestras de fibras naturales previament . Con ayuda de contenedores que permitieron distribuir homogéneamente la que estas se mezclaran. Se dejo funcionando el equipo durante el tiempo requerid perimento (inicialmente 6 días), así como se procuro evitar interferencias ambientale bio de temperatura o la contaminación externa manteniendo cerrado el equipo durant 	e .s o s e 7
]	10.6.	Carac	terización de las Fibras por Espectroscopía FTIR3	7
1	10.7.	Carac	terización de Fibras por Microscopía Electrónica de Barrido (FESEM)3	7
1	10.8.	Carac	terización Mediante Análisis Termogravimétrico (TGA)3	7
]	10.9.	Carac	terización Mediante la Determinación del Módulo de Elasticidad3	7
]	10.10	. Espec	trofotómetro UV-Visible	8
1	0.11.	. Remo	ción del Colorante Índigo Carmín (IC)3	8
]	0.12.	. Métoc	lo Espectrofotométrico de la Fenantrolina (hierro total)3	8
	10.1	12.1.	Instrumental	8
	10.1	12.2.	Reactivos	8
	10.1	12.3.	Procedimiento	9
]	0.13.	. Deter	minación De Dureza Total4	1
	10.1	13.1.	Disolución amortiguadora4	2
	Dise	oluciór	n de EDTA4	2
	10.1	13.2.	Procedimiento	2
	10.1	13.3.	Cálculos4	3
11.	R	RESUL	TADOS	4
1	1.1.	Prepa	ración y Conservación de Muestras4	4
1	1.2.	Espec	troscopía FTIR4	5
1	1.3.	Micro	scopía Electrónica de Barrido (FESEM)4	7
	11.3	3.1.	Análisis morfológico4	7
	11.3	3.2.	Análisis químico elemental (EDS)5	2
1	1.4.	Anális	sis Termogravimétrico (TGA)5	4

1	1.5. Prueb	bas Mecánicas	55
	11.5.1.	Preparación de compósito grenetina-celulosa	55
	11.5.2.	Determinación del módulo de elasticidad	58
1	1.6. Aplic	aciones de las Fibras Modificadas para la Remoción de Contaminantes	61
	11.6.1.	Remoción del Colorante Índigo Carmín	61
	11.6.2.	Remoción de Hierro	64
	11.6.3.	Remoción de la Dureza	65
12.	DISCU	SIÓN	67
13.	CONC	LUSIONES	69
14.	BIBLI	OGRAFÍA Y FUENTES CONSULTADAS	70

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Bandas de absorción FTIR características de fibra de celulosa	15
Tabla 2. Región visible en el espectro electromagnético.	27
Tabla 3. Clasificación del agua en función de la concentración de CaCO3 mg/L	29
Tabla 4. Diseño experimental: Exposición de fibras al tratamiento con radiación UV en un	tiempo
inicial y otros periodos de tiempo diferente con tres réplicas.	34
Tabla 5. Bandas características FTIR de celulosa en las diferentes fibras naturales	46
Tabla 6. EDS de fibras naturales antes y después del tratamiento con radiación UV	52
Tabla 7. Datos recopilados por el equipo de tensión PASCO	59
Tabla 8. Datos para la curva patrón de hierro	64
Tabla 9. Comportamiento de remoción de hierro con fibra modificada y sin modificar	65
Tabla 10. Determinación de la dureza para aguas tratadas con fibras irradiadas por 6 días	66
Tablada 11. Remoción de dureza de agua enriquecida a 100 ppm	66

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura de celulosa.	14
Figura 2. Espectro infrarrojo de celulosa	15
Figura 3. Objeto en tensión	21
Figura 4. Diagrama de esfuerzo-deformación para un metal dúctil	22
Figura 5. Diagrama de niveles de energía en una molécula.	26
Figura 6. Espectro electromagnético	26
Figura 7. Transmitancia y absorbancia de un compuesto	27
Figura 8. Sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).	30
Figura 9. Estrategia experimental.	35
Figura 10. Microfotorreactor.	44
Figura 11. Escaldado de fibras naturales.	44
Figura 12. Fibras de plátano, piña y nopal en proceso de secado a temperatura ambiente	44
Figura 13. Fibras naturales expuestas a irradiación UV.	44
Figura 14. Espectros FTIR de cáscara de piña con y sin exposición UV	45
Figura 15. Espectros FTIR de fibra de nopal con y sin exposición UV.	45
Figura 16. Espectros FTIR de fibra de plátano con v sin exposición UV.	46
Figura 17. Espectro FTIR de cáscara de Piña. Tiempo de exposición 0. 1 v 2 días (en o	orden
descendente).	
Figura 18. Micrografías FESEM de fibras de plátano sin radiación UV (FP) y detalles superfic	iales.
g	
Figura 19. Micrografías FESEM de fibras de plátano con radiación (FP-UV6) y de	talles
superficiales	48
Figura 20. Micrografías FESEM de fibras de piña sin radiación UV (FPi) y detalles superfic	iales.
Figura 21. Micrografías FESEM de fibras de piña con radiación (FPi-UV6) y detalles superfic	iales.
Figura 22. Micrografías FESEM de fibras de Nopal sin radiación (FN) y detalles superficiales	51
Figura 23. Micrografías FESEM de fibras de Nopal con radiación (FN-UV6) y detalles superfic	iales
rigara 25. Microgramas i Estim de noras de Nopar con radiación (110 e 76) y detanes superne	51
Figura 24 Análisis químico elemental de fibras de nonal con diferentes tiempos de exposición	1 52
Figura 25 Análisis químico elemental (EDS) de C y O en fibras de Piña expuestas a radiación	n UV
r igura 23. Amansis quínico cicincitar (EDS) de e y o en notas de 1 ma explositas a facilación	53
Figura 26 Análisis químico elemental FDS de C y O en fibras de nonal expuestas a radiación	n HV
r igura 20. Analisis quínico clementar EDS de C y O en noras de nopar expuestas a radiación	53
Figura 27 Análisis químico elemental de C y Ω en fibras (Hoia de Piña) expuestas a radiación	h HV
r igura 27. Tinansis quinneo elementar de C y O en rioras (rioja de 1 ma) expuestas a radiación	54
Figura 28 Termograma de las fibras de Hoia de Piña	
Figura 20. Termograma de las fibras de nopal natural	
Figura 20. Termograma de las fibras de Cáscara de Piña	55
Figure 31. Molde de probete (10cm de longitud y 0.5 cm de enche)	55
Figure 31. Molue de ploteta (10011 de longitud y 0.5 011 de allello)	
rigura 52. rioceuninento para la obtención de Probetas a partir de compositos Grenetina-Celt	105a.
Figure 22 Determinación de módulo de electricidad e compósitos de Granatina Eibra	
Figura 55. Determinación de modulo de elasticidad a compositos de Grenetina-Fibra	
Figura 54. Komphiliento incorrecto de probetas.	
Figura 55. Aparato de Estuerzo/Deformación.	
Figura 50. Nodulo de Young de cascara de pina natural (sin radiación)	

Figura 37 Diagrama de esfuerzo-deformación de Hoja de Piña	60
Figura 38. Diagrama de esfuerzo-deformación de cáscara de piña	60
Figura 40. Diagrama de esfuerzo-deformación de cáscara de piña con irradiación (6 días)	61
Figura 39. Diagrama de esfuerzo-deformación de Nopal	61
Figura 41. Barrido espectral para el colorante índigo carmín, matriz equivalente y mezcla	62
Figura 42. Comparación de adsorción de fibras irradiadas y no irradiadas con UV	63
Figura 43. Comparación del porcentaje de remoción	64
Figura 44. Curva de calibración para hierro.	64

LISTA DE ABREVIATURAS

Å	Ángstrom
ATR	Reflectancia Total Atenuada
CAc	Ácido Acético
CNTs	Nanotubos De Carbono
DSC	Calorimetría Diferencial de Barrido
DTA	Análisis Térmico Diferencial
E	Módulo De Elasticidad Longitudinal (En Pa)
EDS	Análisis Por Energía De Dispersión De Rayos X
FESEM	Microscopía Electrónica De Barrido De Emisión De Campo
FP	Fibras de Plátano
FRP	Polímeros Fibra-Reforzados
FTIR	Espectroscopía Infrarroja de Transformada de Fourier
ha	Hectárea
HDPE	Polietileno De Alta Densidad
HIPS	Poliestireno De Alto Impacto
HP	Hipoclorito (3%)
NM	Nanomateriales
NP	Nanopartículas
OX-B	Solución Oxidante Seguida De Tratamiento Alcalino
PET	Tereftalato De Polietileno
PVC	Policloruro de Vinilo
PVD	Deposición Física de Vapor
$q_{m \acute{a} x}$	Máxima Capacidad De Adsorción
t	Tonelada
TGA	Análisis Termogravimétrico
UV	Ultravioleta
W	Watt
δ	Esfuerzo de Tensión (en Pa)
3	Deformación (adimensional)
μm	Micrómetro

1. INTRODUCCIÓN

Uno de los mayores problemas ambientales que enfrenta la sociedad actual, es el manejo de los residuos, específicamente los agroindustriales que no son manejados de manera adecuada, en muchos casos son desechados en rellenos sanitarios o incinerados, lo que los convierte en una de las principales fuentes de contaminación de agua, suelo y aire, además de impactos negativos en la salud humana una vez que se descomponen. Recientemente algunos estudios se han enfocado en el aprovechamiento de este tipo de residuos, ya sea como materias primas en otros procesos, obtención de subproductos o productos con valor agregado, con la intención de reducir el impacto ambiental que ocasionan dichos residuos.

Por ejemplo, el interés por el tratamiento y acondicionamiento de fibras sintéticas tuvo sus inicios desde hace ya más de 80 años, cuando se desarrollaron materiales compuestos de matriz polimérica que usan fibras de alta rigidez y resistencia longitudinal como las de boro, carbono, aramida y fibra de vidrio, las cuales pueden ser usadas como elemento de reforzamiento para mejorar propiedades mecánicas de polímeros, debido a la transferencia de carga que ocurre desde la matriz polimérica a la fibra (Masuelli, 2013). Estos materiales se han utilizado en múltiples aplicaciones estructurales como fuselaje de helicópteros, botes, transbordadores espaciales, implementos deportivos, carros e incluso puentes (Mohanty, et al., 2002).

Se han realizado innumerables estudios en gran variedad de fibras naturales tales como lino, cáñamo, yute, sisal, fibra de coco, banano, fique, heno, entre muchas otras (Joseph K, 1996) que son diferentes tejidos que se usan para la producción de microfibras. También se ha reportado la producción de microfibras de celulosa, a partir de bagazo de caña de azúcar y el efectivo aumento de su hidrofobicidad mediante modificación superficial con silanos de cadena alifática. Varios métodos de deslignificación de las microfibras fueron analizados por su capacidad para producir fibras con un alto nivel de celulosa expuesta a la superficie, usando espectroscopía vibracional (FTIR), microscopía electrónica (SEM, por sus siglas en inglés) y su comportamiento de degradación térmica (TGA, por sus siglas en inglés), (Luna Vera, et al., 2014).

La celulosa tiene la propiedad fisicoquímica característica de tener una fuerte capacidad de adsorción, por lo que es un adsorbente adecuado en ambas formas: natural y después de una modificación (Suhas, et al., 2016).

Por otro lado, las nanofibras de celulosa tienen un gran potencial en la remoción de

contaminantes como las tecnologías para el tratamiento de agua. Por ejemplo, en la remediación ambiental y las membranas de filtración para agua, incluyendo su elevada proporción de área superficial-volumen, bajo impacto ambiental, alta resistencia, y funcionabilidad (Wells Carpenter, et al., 2015).

Se han llevado a cabo comparaciones directas entre las nanofibras de celulosa y nanotubos de carbono (CNTs) en cuanto a sus propiedades físicas y químicas, así como costos de producción para mostrar el potencial de las nanofibras de celulosa como un reemplazo sostenible de los CNTs en las tecnologías para el tratamiento de agua (Wells Carpenter, et al., 2015). Cabe mencionar que el uso de residuos en la remoción de contaminantes no tiene el objetivo de sustituir las técnicas y materiales existentes, más bien representan un complemento o alternativas ambientalmente amigables.

Los materiales de celulosa representan una nueva clase de materiales sustentables con reconocido potencial por ser natural, abundante, sustentable y por su capacidad adsorbente a nivel de nanoescala (Voisin, et al., 2017). Los métodos de adsorción basados en carbón activado aparecieron como una alternativa a las técnicas tradicionales. Recientemente, residuos industriales y agrícolas, materiales a base de carbono, arcillas, adsorbentes naturales e inorgánicos y varios microorganismos han demostrado una eficiencia comparable a los adsorbentes convencionales para la eliminación de contaminantes (Bellatin, et al., 2014).

La adsorción con carbón activado es el método comúnmente usado para la depuración de agua, pero debido a su alto costo se sigue en la búsqueda de materiales de menor costo con similar o mayor eficiencia. La biosorción ofrece las ventajas de operación a bajo costo, reducción del volumen de lodos químicos y biológicos, además de que sólo utiliza materia muerta proveniente de microorganismos. Este proceso también permite la regeneración del biosorbente y la recuperación del adsorbato (Bellatin, et al., 2014).

Ante este problema, se justifica la búsqueda de tecnologías limpias con nuevos y/o adsorbentes mejorados alternativos.

Trabajos previos han demostrado cómo los grupos carboxilo, sulfonato y fosfonato pueden insertarse sobre la celulosa para la adsorción selectiva de contaminantes (Klein, 2000) en la remediación del agua (Isogai, et al., 2011).

Por lo anterior en este trabajo se pretendió la modificación estructural y funcional de fibras naturales mediante la aplicación de radiación Ultravioleta-Visible para mejorar su capacidad como adsorbente

y su uso en la remoción de contaminantes de matrices ambientales. Se evaluaron metodologías para el pretratamiento, acondicionamiento, modificación, obtención de microfibras de celulosa mediante tratamientos superficiales y aplicaciones como adsorbentes de contaminantes ambientales.

2. ANTECEDENTES

La aplicación de nanomateriales para la remoción de contaminantes deriva de sus propiedades emergentes: resistencia mecánica, gran relación superficie-volumen, funcionalidad de superficie y de la amplia disponibilidad de algunos de los materiales (Lamichhane, 2016).

Los materiales de celulosa representan una nueva clase de materiales sustentables con reconocido potencial por ser natural, abundante, sustentable y por su capacidad adsorbente a nivel de nanoescala (Voisin, et al., 2017).

Por ejemplo, se ha investigado el uso de hojas de té verde molidas, en la remoción de los colorantes Amarillo 57 (AM 57), Azul básico 99 (AZB99) y Rojo ácido 18 (RA 18), a partir de soluciones acuosas a temperatura ambiente, mediante experimentos de desorción discontinuos. La presencia de iones disminuye la capacidad de adsorción de los tres colorantes (Bellatin, et al., 2014).

Algunos autores mencionan que las fibras lignocelulósicas tienen baja abrasividad, lo cual causa menor desgaste en los equipos de procesamiento, ayudando al moldeado (Ishizaki , et al., 2006). Por otro lado, nuevos enfoques en la modificación de las propiedades de los materiales han sido observados debido a la creciente preocupación por el deterioro ambiental y la constante búsqueda para el uso de relleno en materiales poliméricos (Li X, 2007).

Un estudio de la estructura molecular de las fibras lignocelulósicas permite conocer su estructura química y, por lo tanto, justificar un mejor uso como relleno en una matriz polimérica, dando origen a compuestos con propiedades mejoradas (Suddell & J., 2002).

Así luego, la incorporación de fibras naturales en compuestos como agentes de reforzamiento (Savastano & Pimentel, 2000) se considera también una alternativa para minimizar la acumulación de residuos. Por ejemplo, la fibra de plátano (FP) similar a otras fibras naturales son renovables, biodegradables y más económicas que las fibras sintéticas (Carbono, aramida y vidrio) (Mello, et al., 2015).

Debido a la versatilidad que presentan las microfibras de celulosa a obtener funcionalidad para remoción de contaminantes, se conocen estudios de modificaciones superficiales usando silanización. Por ejemplo, a partir del bagazo de caña de azúcar se produjeron microfibras que exhiben repelencia al agua tras su pretratamiento y modificación superficial con hexadeciltrimetoxisilano. Fueron estudiados tres pretratamientos para llevar a cabo deslignificación, remoción de hemicelulosa y exposición superficial de celulosa: tratamiento con hipoclorito 3% (HP), mezcla clorito de sodio y ácido acético (CAc) y una solución oxidante de hipoclorito-peróxido de hidrógeno seguida de tratamiento alcalino (OX-B). La lignina y hemicelulosa fueron efectivamente removidas de las fibras de bagazo con el tratamiento OX-B, el cual produjo fibras desagregadas de 567 \pm 115 µm de largo. Otros tratamientos como el HP producen menor cantidad de fibras, con menor longitud, 296 \pm 32 µm. La efectividad del tratamiento seleccionado, OX-B, permitió obtener un material lignocelulósico a partir de bagazo de caña de azúcar, fácilmente modificable e impermeable al agua cuyas características suponen su efectividad como elemento de reforzamiento en materiales compuestos de matriz polimérica (Luna Vera, et al., 2014).

Entretanto, los polímeros, termoestables y termoplásticos, tienen diferentes niveles de interacción con las fibras naturales debido a diferencias en su estructura química (Kuruvilla J, 1996). La existencia de enlaces químicos interfaciales entre la fibra y una matriz pueden ser considerados como el principal factor de compatibilidad (Guimarães JL, 2009).

Por otra parte, se ha demostrado que las membranas y los filtros basados en celulosa eliminan iones metálicos, colorantes, metales y microbios (Ma, et al., 2012) (Salama, et al., 2015) (Thakur & Voicu, 2016). Los contaminantes orgánicos, tales como aceites y ciclohexenos, también se han eliminado utilizando una matriz de celulosa modificada con funcionalidades hidrofóbicas u oleófilas (Zhang, et al., 2014). Por ejemplo, Amany y colaboradores (2017) observaron que al modificar la celulosa químicamente con diferentes sustituyentes se podía mejorar su eficiencia de remoción y sus propiedades fisicoquímicas.

Sin embargo, otras investigaciones han estudiado uso de celulosa proveniente de desechos como el bagazo de caña de azúcar modificado químicamente y sin modificación para la eliminación de iones metálicos como el Mn^{2+} , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} a partir de una solución acuosa, y se ha encontrado que la biomasa natural tiene una capacidad de adsorción máxima más alta que los adsorbentes modificados (Ioannis, et al., 2017).

La radiación luminosa del sol es una fuente potencial de energía abundante y disponible de fuentes naturales, capaz de estimular reacciones fotoquímicas en la estructura molecular de fibras naturales, cambiando sus propiedades mecánicas, y simultáneamente, actúa como un método

limpio para modificar la superficie de fibras naturales. Por esta razón, el estudio de reacciones fotoquímicas de materia orgánica es un área de intensa investigación (Matusita K, 1984) (Porter, 1983) (Rabek, 1995) (Rowell RM, 2000). A pesar de su relevancia, el mecanismo de degradación inducido por fotones en polímeros o fibras naturales, el cual desencadena cambios en sus propiedades físicas y químicas aún no es comprendido completamente (Simons JK, 1994). En un estudio reportado, la radiación UV causó cambios en la estructura química y propiedades mecánicas en fibras de plátano (FP) (Mello, et al., 2015). Se ha comprobado que la radiación UV fue capaz de incrementar significativamente la resistencia a la tensión de dichas fibras, cuando se aplicó en niveles admisibles (Benedetto, et al., 2015). Benedetto y colaboradores explican que las FP irradiadas por 7 días mostraron más alta resistencia a la tensión (89.77 MPa) y módulo de elasticidad (E) (238.94 MPa) que las FP naturales ya que presentaron cerca de 69.99 MPa para la resistencia a la tensión y 87.40 MPa de módulo de elasticidad (E). De alguna manera, esta mejora evidente en las propiedades mecánicas de FP irradiadas por 15 días no fue observado y FP UV15 presentaron bajos valores a la resistencia de tensión (cerca de 44 MPa). También, se notó la reducción en la deformación elástica para ambas fibras irradiadas, UV7 y UV15. Las pruebas de tensión no indicaron diferencias significativas entre el comportamiento mecánico de muestras tomadas de las fibras internas (tallo) y externas (pseudotallo) de las vainas, incrementando de esta manera, el número de fibras que pueden ser extraídas. Entretanto, los resultados del análisis térmico para una muestra natural (sin tratamiento) y FP irradiadas con luz UV presentaron diferentes datos de salida, pero la energía de activación (Ea) involucrada en el proceso de degradación térmica de la muestra de fibra natural (188.2 kJ.mol⁻¹) fue similar a la reportada en la literatura (Benedetto, et al., 2015).

Las fibras irradiadas por UV presentaron un pico atípico en DTA, lo cual representa una nueva reacción exotérmica, y puede estar asociada a la reorganización de la estructura química después de su exposición. Lo cual fue confirmado por análisis FT-IR, el cual indicó que la reacción fotoquímica causada por la incidencia de fotones en las FP permitió cambiar en las bandas características de transmitancia de la estructura de FP. Estos cambios están asociados con la formación de estructuras aromáticas causadas por ciclación con el rompimiento de los enlaces más débiles en la estructura de FP y eso podría promover el anclaje químico con una matriz polimérica (Mello, et al., 2015).

La radiación UV ha probado ser un método limpio y con un costo de producción bajo para el mejoramiento mecánico de FP, pretendiendo su uso para la producción de compósitos con

mejores propiedades mecánicas y térmicas. El estudio también puede ayudar a la producción científica basado en procesos fotoquímicos y fenómenos en fibras lignocelulósicas (Mello, et al., 2015).

3. MARCO TEÓRICO

3.1. Fibras de Celulosa

Con la excepción del algodón, los principales componentes de las fibras naturales son: celulosa, hemicelulosa y lignina; y en menor concentración pectina, ceras y sustancias solubles en agua. La celulosa es el polisacárido más abundante y el principal componente de las plantas leñosas. En promedio, las plantas contienen 33% de celulosa, mientras que el producto de los árboles maderables contiene 50% y el algodón 90%. Las fibras son un constituyente esencial de los tejidos vegetales, cuya función es darles resistencia estructural (Martines Lopez, et al., 2018). La celulosa es un polisacárido con estructura ($C_6H_{10}O_5$)₂₀₀. Se forma por condensación lineal mediante la unión de moléculas de β -glucopiranosa mediante enlaces β -1,4-O-glucosídico (**Figura 1**). Al hidrolizarse totalmente se obtiene glucosa. Las moléculas de celulosa lineales están unidos lateralmente por enlaces de hidrógeno; contienen en su estructura tres hidroxilos de alcohol (OH⁻) que forman uniones de hidrógeno con su estructura (intramolecular), con otra celulosa (intermolecular), o bien con grupos hidroxilos provenientes del medio (Martínez Barrera & Barrera Díaz, 2015), (Horlo & Imamura, 1962), (Norimoto, 1977).



Figura 1. Estructura de celulosa.

(Autor)

En la **Figura 2** se muestra el espectro infrarrojo de fibras de celulosa en el que se pueden apreciar las bandas de absorción características de este polímero, mismas que son enumeradas en la **Tabla** 1. La región de 1700 a 800 cm⁻¹ se relaciona con la estructura de las fibras (Jasso, 2009).



Figura 2. Espectro infrarrojo de celulosa.

(Jasso, 2009)

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignación
3424	Tensión OH
2890	Tensión CH
1638	OH (agua absorbida)
1421	Deformación CH ₂
1376	Flexión CH
1322	Aleteo CH ₂
1159	Tensión asimétrica
	COC
1068	Tensión CO
1022	Tensión CO

Tabla 1. Bandas de absorción FTIR características de fibra de celulosa.

(Jasso, 2009)

3.2. Técnicas de Caracterización en Estado Sólido de Fibras Naturales

3.2.1. Caracterización por espectroscopía FTIR

Es una técnica que se fundamenta en la absorción de radiación infrarroja de frecuencias características que excitan los modos vibracionales de las moléculas. Este fenómeno permite identificar los grupos funcionales presentes en diferentes tipos de muestras orgánicas e inorgánicas en estado sólido, líquido o semilíquido (aceites) (Medina, 2018).

Se hace pasar un haz de luz infrarroja a través de la muestra y por interacción con las moléculas del compuesto presentan dos movimientos básicos, vibraciones de alargamiento (stretching) y de doblamiento (bending). Las frecuencias de dichas vibraciones no sólo dependen de la naturaleza de los enlaces mismos, también son afectadas por toda la molécula y su alrededor, y es una propiedad característica de un compuesto orgánico.

Se pueden analizar muestras orgánicas con aspecto de polvo, líquidos, sólidos, recubrimientos ultradelgados, fibras, entre otras.

El procesamiento de la muestra se puede realizar mediante dos métodos: Transmisión y Reflectancia Total atenuada (ATR). Para la primera requiere de la utilización de KBr grado espectroscópico y seco para la preparación de pastillas delgadas o portacelda con ventanas de cloruro de sodio y por Reflectancia Total Atenuada (ATR) no requiere el KBr o portacelda con ventanas de cloruro de sodio únicamente se coloca la muestra sobre el accesorio smart iTR y se procesa la muestra (Medina, 2018).

3.2.2. Caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) se basa en el principio de la microscopía óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones. Con esto se consigue hasta los 100 Å, resolución muy superior a cualquier instrumento óptico.

Su funcionamiento consiste en hacer incidir un barrido de haz de electrones sobre la muestra, la cual, generalmente esta recubierta (a menos que sea conductora) con una capa muy fina de oro o carbón, lo que le confiere propiedades conductoras. La técnica para su preparación se denomina "sputtering" o pulverización catódica.

Al alcanzar el haz la superficie de la muestra se generan principalmente las siguientes partículas

- Electrones retrodispersados (e₁)

- Electrones secundarios (e₂)

Además de radiación electromagnética (rayos X) y otras partículas menos significativas.

El microscopio se encuentra internamente equipado con unos detectores que recogen la energía y la transforman en las siguientes imágenes y datos:

- Detector de electrones secundarios: (SEI Secundary Electron Image) con los que obtenemos las imágenes de alta resolución.
- Detector de electrones retrodispersados: (BEI Backscattered Electron Image) Con menor resolución de imagen, pero mayor contraste para obtener la topografía de la superficie.
- Detector de energía dispersiva: (EDS Energy Dispersive Spectrometer) detecta los rayos
 X generados y permite realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra (Fernández, 2012).

Se pueden obtener así, imágenes de todo tipo de materiales estructurales con un mínimo de preparación previa y observar directamente todo tipo de superficies con una gran profundidad de foco. Ésta es una característica privativa de los instrumentos electrónicos que permite la obtención de micrografías en foco de superficies irregulares como una superficie de fractura.

El microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM), es un instrumento que al igual que el SEM es capaz de ofrecer una amplia variedad de información procedente de la superficie de la muestra, pero con mayor resolución y con un rango de energía mucho mayor. El funcionamiento es igual al de un SEM convencional; se barre un haz de electrones sobre la superficie de la muestra mientras que en un monitor se visualiza la información que nos interesa en función de los detectores disponibles (Universitat Politècnica de València, 2017).

3.2.3. Caracterización mediante análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés) es una técnica comúnmente utilizada para estudiar las reacciones de determinación de las características de la devolatilización y los parámetros cinéticos, tales como la energía de activación y el factor pre–exponencial, así como la influencia de la temperatura y velocidad de calentamiento en el desarrollo de las reacciones de descomposición térmica y los mecanismos de reacción. En los procesos de termoconversión la información relativa a la distribución de los productos y el desarrollo cinético se obtiene, en general, por dos vías clásicas:

• A partir de la curva de pérdida de masa, o curva termogravimétrica.

• A partir de la dinámica de formación de los productos en reactores de pirolisis a pequeña escala. El análisis térmico es un grupo de técnicas en la cual una propiedad de una muestra es monitoreada con relación al tiempo o temperatura, en una atmósfera específica, a un régimen programado de temperatura. El análisis termogravimétrico permite registrar la pérdida de masa en función de la temperatura con relación al tiempo, hasta temperaturas mayores a 200 °C, bajo condiciones controladas de velocidad de calentamiento y diferentes atmósferas de reacción; obteniéndose por esta vía las curvas denominadas TG o termogramas y las curvas de análisis termogravimétrico diferencial (DTG, por sus siglas en inglés) (Manals-Cutiño, 2011).

3.3. Modificación Superficial

En la búsqueda de fibras naturales que reúnan las especificaciones necesarias para su uso como material de refuerzo en compósitos poliméricos, existe un gran interés por mejorar características tales como costo, densidad, biodegradabilidad e impacto ambiental de dichos polímeros fibroreforzados (FRP) (Luz, 2007) (Vilay, 2008) (Ashori, 2008). Así mismo, hay una gran expectativa porque dichas mejoras puedan alcanzarse y puedan reemplazar en parte a las fibras sintéticas comúnmente usadas en materiales FRP (Stupenengo, 2011). Estas ofrecen claros beneficios, como su baja densidad, módulos de elasticidad similares a los de las fibras sintéticas, bajo costo de producción, sobre todo por ser materiales abundantemente disponibles y renovables. Su uso, está fuertemente respaldado por iniciativas como la de la Unión Europea en la que se exigió que para el 2015 el 95% de los materiales presentes en automóviles, fueran reciclables (Li X, 2009).

Por ejemplo, el bagazo de caña de azúcar es el residuo agroindustrial más abundantes en el planeta, con una producción entre 101 y 340 millones de toneladas por año (Huang, 2012), esto le permite ser un material que puede ser reutilizado para la producción de fibras naturales usadas para reforzar el polipropileno, poliéster, PET reciclado, PVC, HIPS y HDPE, usando agentes y/o tratamientos compatibilizantes cómo aluminatos, mercerización (tratamiento con NaOH), uso de Etilen y metil acrilato como copolímeros y cloruro de bencilo (Vilay, 2008) (Benini, 2011) (Mulinari, 2009). Asimismo, el uso de silanos como agentes compatibilizantes es novedoso en microfibras de bagazo de caña, con el objeto de mejorar su adhesión a matrices poliméricas.

Existen estudios en los cuales se han analizado la capacidad de reforzamiento de otras fibras naturales obtenidas del lino, cáñamo, yute, sisal, fibra de coco, banano, fique, heno, entre muchas otras, usando a su vez una extensa variedad de matrices poliméricas entre las que se destacan polietileno, polipropileno, poliestireno, resinas de poliéster y caucho natural (Joseph K, 1996) (Chen HL, 1994) (Coutinho FMB, 1997) (La Mantia FP, 2007) (Khalil HPSA, 2000) (Lovely M, 2004) (La Mantia, 2011).

3.4. Procesos Fotoquímicos con Radiación UV

Los procesos fotoquímicos son idóneos en la síntesis química, principalmente para reacciones rápidas y selectivamente; entre las cuales se encuentran muchas síntesis orgánicas. Seleccionando distintas lámparas o utilizando tecnología filtrante, se puede estrechar la gama espectral y realizar de manera selectiva una reacción química. La fotoquímica sintética se realiza tanto en reactores de lotes como en reactores de flujo continuo y se puede aplicar tanto a nivel macro como micro.

Los procesos fotoquímicos son idóneos en la síntesis química, para ejecutar reacciones rápida y selectivamente. Seleccionando distintas lámparas o utilizando tecnología filtrante, se puede estrechar la gama espectral y realizar de manera selectiva una reacción química. La fotoquímica sintética se realiza en reactores de lotes de flujo continuo, y se puede aplicar tanto a nivel macro como micro (Heraeus, 2018).

En contraposición con los procesos térmicos, las reacciones inducidas por la luz se realizan a temperatura ambiente, por lo que se pueden procesar incluso sustancias sensibles e inestables. El riesgo y el porcentaje de desecho se minimizan.

La utilización de microfotorreactores permite una reacción adaptada a las necesidades y hace posible incluso procesar sustancias críticas como, por ejemplo, sustancias explosivas (Heraeus, 2018).

3.5. Módulo De Young

El esfuerzo genera el cambio de forma de los materiales, es una característica de la fuerza de estiramiento (tensión), y se basa en la "fuerza por unidad de área". La deformación es otra propiedad que resulta en la aplicación de la fuerza, entonces, depende del esfuerzo. Cuando el esfuerzo y la deformación son pequeños, su relación es lineal (proporcional), cuya constante de proporcionalidad corresponde al módulo de elasticidad o Módulo de Young. Significa que, si se jala con mayor fuerza, el objeto se estirará más; y si se aplasta con mayor fuerza (compresión) se comprimirá más, así como también en ensayos de flexión. Existe deformación elástica (cuando el material regresa a su forma original) y deformación plástica (cuando el material sufre deformaciones permanentes). Lo anterior se puede resumir en la Ley de Hooke como sigue:

$\frac{Esfuerzo}{Deformación} = Módulo \ de \ elasticidad \ (ley \ de \ Hooke)$

Cuando una barra se estira de sus extremos, se le están aplicando fuerzas en sus extremos de igual magnitud, pero direcciones opuestas a los extremos (**Figura 3**). Este objeto, originalmente tiene longitud l_0 y área transversal A. Pero cuando se le aplica la fuerza perpendicular F_{\perp} al área transversal, sufre una deformación proporcional en toda su estructura, debido al estiramiento paralelo a la fuerza aplicada. De estos parámetros se puede definir al **esfuerzo de tensión**, o fuerza por unidad de área, el cual tiene unidades de presión (Pa); la deformación por tensión es el estiramiento Δl entre la longitud original l_0 , es adimensional pues ambas tienen unidades de longitud, es decir, es un número puro (Young & Freedman, 2009).



(Young & Freedman, 2009)

El esfuerzo de tensión y la deformación de tensión se representan de la siguiente manera:

$$\delta = \frac{F_{\perp}}{A}$$
 (Esfuerzo de tensión)
 $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ (Deformación de tensión)

3.5.1. Elasticidad, plasticidad, y limitaciones de la ley de Hooke

En mediciones experimentales se puede observar que la curva de esfuerzo contra deformación no es lineal, si no se experimenta tanto la elasticidad como la plasticidad, con cierta deformación en su transición, hasta llegar a la fractura. Como se mencionó anteriormente, el módulo de elasticidad o Ley de Hooke sólo es válido para fuerzas muy pequeñas, mientras que, para fuerzas mayores, el material se deforma permanentemente. En la **Figura 4** se observa el diagrama esfuerzo-deformación en donde se muestra los procesos por los que pasa un material al ser sometido a una deformación por tensión (Young & Freedman, 2009).



Figura 4. Diagrama de esfuerzo-deformación para un metal dúctil. (Young & Freedman, 2009)

3.6. Uso de Fibras Naturales en la Remoción de Contaminantes

3.6.1. Adsorción

Es un concepto importante para las tecnologías de remediación, así como una propiedad muy estudiada que presentan las fibras naturales. Se define como la retención sobre la superficie de una sustancia sólida o líquida, de gases, líquidos o coloides, como resultado de la acción de fuerzas electroquímicas (Espasa Calpe, 1998). Por ejemplo, el carbón activado tiene gran capacidad de adsorción, por tener gran superficie interna (hasta 600 m² por gramo). La sustancia capaz de adsorber se denomina adsorbente. La fuerza de adsorción aumenta por enfriamiento y disminuye por calentamiento. El fenómeno contrario se denomina desorción (Redondo, Manuel Jimenez, 1972). La adsorción es un fenómeno espontáneo debido a la existencia de fuerzas no compensadas en la interfase sólido-fluido (línea de división entre fases). Adicionalmente, en el campo de la retención y eliminación del parámetro "q" que mide la capacidad de adsorción del adsorbato sobre la superficie del sólido, expresado en mg de adsorbato/g de adsorbente. Las isotermas más usadas son: Isoterma de Langmuir e Isoterma de Freundlich. El mecanismo de adsorción se describe como una serie de etapas consecutivas para el transporte del adsorbato desde la solución hasta su posición final en el sitio activo (Bellatin, et al., 2014).

3.6.2. Tratamiento de aguas naturales y parámetros del agua potable.

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial (NMX-AA-072-SCFI, 2001) la cual puede ser tratada mediante la remoción de contaminantes para cumplir con parámetros establecidos y determinar su uso. Por ejemplo, como agua potable.

Se denomina potable o de consumo humano al agua bebible en el sentido que puede ser consumida por personas y animales sin riesgo de contraer enfermedades. El término se aplica al agua que ha sido tratada para su consumo humano según las normas de calidad especificadas por las autoridades locales e internacionales que establece valores máximos y mínimos para el contenido en minerales, diferentes iones como cloruros, nitratos, nitritos, amonio, calcio, magnesio, fosfato, arsénico, etc., además de los organismos patógenos. Los controles sobre el agua potable suelen ser más severos que los controles aplicados sobre las aguas minerales embotelladas (NMX-AA-072-SCFI, 2001). Tomando en consideración las consecuencias de no potabilización involucran parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos; en el aspecto fisicoquímico, puede decirse que las fuentes de contaminación de agua son producidas en su mayoría por desechos industriales de distintas áreas, como pueden ser: textil, agrícola, química, minera, entre otros. Incorporando sustancias y elementos que son altamente perjudiciales a la salud en cantidades que se encuentren arriba de los valores permitidos; entre estos elementos se encuentran los metales: arsénico, cadmio, cianuro, cromo, manganeso, mercurio, plomo, hierro entre otros (García Méndez & Mergar Santiago, 2011).

3.6.3. Tecnologías de remediación

Se han desarrollado para la eliminación de contaminantes que incluyen metales pesados, colorantes, pesticidas, fertilizantes, ácidos orgánicos y compuestos halogenados y fenólicos, entre otros. Técnicas como la precipitación, coagulación, floculación, incineración, intercambio iónico, osmosis inversa, filtración por membrana, electroquímica, fotoelectroquímica, procesos de oxidación avanzada y métodos biológicos han demostrado diferentes grados de eficiencia de remediación. Algunos inconvenientes de estos métodos son: baja eficiencia de eliminación, alta producción de lodos residuales, alto costo de energía, generación de subproductos tóxicos, así como la adición de químicos potencialmente más nocivos para el medio ambiente (Trujillo Reyes, et al., 2014).

3.7. Análisis de Hierro

El hierro es un contaminante que se encuentra frecuentemente en el agua potable. La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA, por sus siglas en inglés) lo clasifica como contaminante secundario. Esto significa que la USEPA ha fijado que el hierro es un contaminante secundario, que su presencia es considerado estético, y no de salud. Por ejemplo, si se tiene hierro en un exceso de 0.3 mg/L en agua potable, probablemente será notorio el color salobre, el sedimento oxidado, el sabor amargo o metálico, las manchas marrón-verdes. Cuando el hierro viene en contacto con oxígeno, cambia a un compuesto rojizo que pueda oxidar los accesorios de cuarto de baño y el lavadero. Se encuentra naturalmente en las rocas o puede ser introducido por los materiales de plomería. Actualmente, no existen estudios que demuestren un efecto en la salud humana por los altos contenidos de hierro en el agua potable (García Méndez & Mergar Santiago, 2011).

En aguas superficiales la concentración de hierro por lo general es menor a 1 mg/L, las aguas subterráneas, por el contrario, pueden tener altas cantidades de hierro, comúnmente hasta 10 mg/L, raras veces hasta 50 mg/L.

3.7.1. Método espectrofotométrico (3500-Fe D) de la fenantrolina para determinar el contenido de hierro

Consiste en dar un tratamiento a la muestra, el cual reduce al hierro a estado ferroso, por ebullición con ácido clorhídrico e hidroxilamina y se trata con 1,10-fenantrolina, hasta obtener un pH entre 3.2 a 3.3, dando la formación de un complejo rojo-naranja, siendo este un quelato de tres moléculas de fenantrolina por cada átomo de hierro ferroso; la solución coloreada obedece a la ley de Beer (García Méndez & Mergar Santiago, 2011).

3.8. Espectrofotometría de Ultravioleta-Visible

La remoción de colorantes mediante fibras naturales requiere la utilización de técnicas analíticas que permitan su determinación cualitativa y cuantitativa, así como su caracterización fisicoquímica. Uno de los métodos más sencillos, accesibles, útiles y utilizados es la espectroscopía, en general, y la espectroscopía ultravioleta-visible, en particular.

3.8.1. Fundamento de la espectroscopía

El fundamento de la espectroscopía se basa en la capacidad de las moléculas para absorber radiaciones, entre ellas las radiaciones dentro del espectro UV visible. Las longitudes de onda que una molécula puede absorber y la eficiencia con la que se absorben dependen de la estructura atómica y de las condiciones del medio (pH, temperatura, fuerza iónica, constante dieléctrica), por lo que dicha técnica constituye un valioso instrumento para la determinación de absorbancias de distintas muestras (Díaz, et al., 2017).

Las moléculas pueden absorber energía luminosa y almacenarla en forma de energía interna. Esto permite poner en funcionamiento ciclos vitales como la fotosíntesis en plantas. Cuando la luz (considerada como energía) es absorbida por una molécula se origina un salto desde un estado energético basal o fundamental, E₁, a un estado de mayor energía (estado excitado), E₂. Y sólo se absorberá la energía que permita el salto al estado excitado (**Figura 5**). Cada molécula tiene una serie de estados excitados (o bandas) que la distingue del resto. Como consecuencia, la absorción que a distintas longitudes de onda presenta una molécula. Esto es, su espectro de absorción constituye una seña de identidad de esta. Por último, la molécula en forma excitada libera la energía absorbida hasta el estado energético fundamental (Díaz, et al., 2017).



Figura 5. Diagrama de niveles de energía en una molécula. (Díaz, et al., 2017)

En espectroscopía el término luz no sólo se aplica a la forma visible de radiación electromagnética, sino también a las formas UV e IR, que son invisibles. En espectrofotometría de absorbancia se utilizan las regiones del ultravioleta (UV cercano, de 195-400 nm) y el visible (400-780 nm) como se muestra en la **Figura 6**.



Figura 6. Espectro electromagnético (Díaz, et al., 2017).

La región UV se define como el rango de longitudes de onda de 195 a 400 nm. Es una región de energía muy alta. Provoca daño al ojo humano, así como quemadura común. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su máxima absorbancia en la región UV, por lo que ésta es muy importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos. Diversos factores como pH, concentración de sal y el disolvente que alteran la carga de las moléculas, provocan desplazamientos de los espectros UV. La fuente de radiación ultravioleta es una lámpara de deuterio.

En la región visible apreciamos el color visible de una solución y que corresponde a las longitudes de onda de luz que transmite, no que absorbe. El color que absorbe es el complementario del color que transmite. Por lo tanto, para realizar mediciones de absorción es necesario utilizar la longitud de onda en la que absorbe luz la solución coloreada. La fuente de radiación visible suele ser una lámpara de tungsteno y no proporciona suficiente energía por debajo de 320 nm (Díaz, et al., 2017).

Longitud de onda	Color de luz que se absorbe	Color de luz que se
aproximada(nm)		transmite
390-435	Violeta	Amarillo verdoso
435 - 490	Azul	Amarillo
490 - 580	Verde	Rojo
580 - 595	Amarillo	Azul
595 - 650	Naranja	Azul verdoso
650 - 780	Rojo	Verde azulado

Tabla 2. Región visible en el espectro electromagnético.

(Díaz, et al., 2017)

3.8.2. Transmitancia y absorbancia

Cuando un rayo de luz de una determinada longitud de onda de intensidad I_o incide perpendicularmente sobre una disolución de un compuesto químico que absorbe luz o **cromóforo**, el compuesto absorberá una parte de la radiación incidente (I_a) y dejará pasar el resto (I_t), de forma que se cumple: $I_o = I_a + I_t$



Figura 7. Transmitancia y absorbancia de un compuesto.

La **transmitancia** (**T**) de una sustancia en solución es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector una vez que ha atravesado la muestra, $I_{t,}$ y la cantidad de luz que incidió sobre ella, $I_{t,}$ y se representa normalmente en tanto por ciento: % T=(I_t / I_0) * 100

La transmitancia nos da una medida física de la relación de intensidad incidente y transmitida al pasar por la muestra. La relación entre %T y la concentración no es lineal, pero asume una relación logarítmica inversa.

La **absorbancia** (**A**) es un concepto más relacionado con la muestra puesto que nos indica la cantidad de luz absorbida por la misma, y se define como el logaritmo de 1/T, en consecuencia:

$$A = \log 1/T = -\log T = -\log I_t / I_o$$

Cuando la intensidad incidente y transmitida son iguales (Io = It), la transmitancia es del 100% e indica que la muestra no absorbe a una determinada longitud de onda, y entonces A vale

$$log 1 = 0.$$

La cantidad de luz absorbida dependerá de la distancia que atraviesa la luz a través de la solución del cromóforo y de la concentración de éste.

Además, la "*atenuación del haz*" puede ocurrir como consecuencia de la dispersión causada por moléculas grandes y, a veces, porque lo absorben las paredes del recipiente. Por lo que, para compensar ese efecto, la potencia del haz transmitido por la solución del analito se compara con la potencia del haz transmitido por una celda idéntica que contiene sólo solvente (blanco). Por lo tanto, transmitancia y absorbancia experimentales se aproximan de manera notable a la transmitancia y absorbancia verdaderas (Skoog, 2008).

3.8.3. Ley de Lambert-Beer

Esta ley expresa la relación entre absorbancia de luz monocromática (de longitud de onda fija) y concentración de un cromóforo en solución:

$$A = log I/Io = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

La absorbancia de una solución es directamente proporcional a su concentración -a mayor número de moléculas mayor interacción de la luz con ellas-; también depende de la distancia que recorre la luz por la solución -a igual concentración, cuanto mayor distancia recorre la luz por la muestra más moléculas se encontrará-; y por último, depende de ε , una constante de proporcionalidad - denominada coeficiente de extinción- que es específica de cada cromóforo (Díaz, et al., 2017).
3.9. Determinación de Dureza Total en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas

Tradicionalmente, la "dureza" del agua se definía en función de la capacidad de los cationes presentes en el agua para sustituir a los iones sodio o potasio de los jabones y formar productos poco solubles que causan depósitos sólidos en los lavabos o en las tuberías. Muchos cationes de cargas múltiples comparten esta indeseable propiedad. Sin embargo, la concentración de iones calcio y magnesio en el agua natural excede con mucho la de cualquier otro ion metálico. Por consiguiente, la dureza se expresa ahora según la concentración de carbonato de calcio que es equivalente a la concentración total de todos los cationes multivalentes en una muestra (Skoog, et al., 2005).

La determinación de la dureza es una prueba analítica útil, que mide la calidad del agua para usos doméstico e industrial. Es una prueba de importancia para la industria, ya que al calentar el agua dura precipita el carbonato de calcio, el cual ocluye calderas y tuberías.

Habitualmente, la dureza del agua se determina mediante una valoración con EDTA después de tamponar la muestra a pH=10. El magnesio, que forma con el EDTA los complejos menos estables de todos los cationes multivalentes en muestras de agua típicas, no se valora hasta no haber añadido reactivo suficiente para que se formen los complejos con todos los demás cationes de la muestra. Por lo tanto, un indicador de iones magnesio, como la calmagita o negro de eriocromo T, puede servir como indicador en las valoraciones de la dureza del agua. Es frecuente incorporar una pequeña concentración del quelato de magnesio-EDTA al tampón o al valorante, a fin de garantizar que los iones magnesio sean suficientes para el funcionamiento apropiado del indicador (Skoog, et al., 2005).

CLASIFICACIÓN DE AGUA	DUREZA
BLANDA	0-75 mg CaCO ₃ /L
POCO DURA	75-150 mg CaCO ₃ /L
DURA	150-300 mg CaCO ₃ /L
MUY DURA	>300 mg CaCO ₃ /L

Tabla 3. Clasificación del agua en función de la concentración de CaCO₃ mg/L. (Skoog, et al., 2005)

3.9.1. Principio del método para la determinación de dureza

El método se basa en la formación de complejos por la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético (**Figura 8**) con los iones calcio y magnesio. El método consiste en una valoración empleando un indicador visual de punto final, el negro de eriocromo T (NeT), que es de color rojo en la presencia de calcio y magnesio y vira a azul cuando estos se encuentran acomplejados o ausentes. El complejo del EDTA con el calcio y el magnesio es más fuerte que el que estos iones forman con el negro de eriocromo T, de manera que la competencia por los iones se desplaza hacia la formación de los complejos con EDTA desapareciendo el color rojo de la disolución y tornándose azul.



Figura 8. Sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).

Reacción volumétrica: $Ca(II) + Mg(II) + EDTA \rightarrow Ca(II)-EDTA + Mg(II) - EDTA$

Reacción en el punto final:Mg (II)-NeT + EDTA \rightarrow Mg (II)-EDTA + NeT
Rojo vinosoAzul

(NMX-AA-072-SCFI-2001, 2001)

4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN

A pesar de sus ventajas, el uso de fibras naturales como material de reforzamiento reviste también varios desafíos derivados fundamentalmente de la alta afinidad de la celulosa por el agua. Uno de ellos es la baja adhesión a polímeros hidrofóbicos (PE y PP) y otro es la gran adsorción de agua dentro del material compuesto, lo que la hace dimensionalmente inestable (Gao, 2012). Como solución a estas limitaciones se han dado diversas soluciones como lo es el aprovechamiento de sus propiedades como adsorbentes de diversos contaminantes.

La adsorción con carbón activado, lodos residuales, zeolitas, quitosán, sílice y desechos agrícolas han mostrado potencial para la eliminación de contaminantes de medios acuosos. Recientemente, los sistemas nanoescala [nanopartículas (NP) soportados en diferentes adsorbentes inorgánicos] han mostrado beneficios adicionales para la eliminación / degradación de varios contaminantes. De acuerdo con la literatura, las NP mejoran la capacidad de adsorción de los materiales adsorbentes y facilitan la degradación de los contaminantes a través de las reacciones de redox. A pesar de los resultados notables de algunos nanomateriales (NM), el análisis de la literatura deja clara la necesidad de más estudios. Existe poca información sobre la regeneración y reutilización de los NM, su aplicación a gran escala y su eficiencia en las aguas residuales industriales reales y los suelos contaminados. Además, poco se sabe sobre el ciclo de vida de los NM, la liberación de iones metálicos, la eliminación de los NM cargados de contaminantes y sus impactos en los diferentes ecosistemas (Trujillo Reyes, et al., 2014).

En este proyecto de investigación, se desarrolló un proceso de obtención de adsorbentes naturales a partir de residuos agroindustriales provenientes del estado de Morelos, se empleó un acondicionamiento previo para su efectiva modificación superficial, así como se definió un proceso en el que se evitó el uso de sustancias químicas; es decir, aplicación de radiación UV.

5. JUSTIFICACIÓN

El presente trabajo "Modificación de Fibras Naturales Mediante la Aplicación de Radiación UV para su Uso en La Remoción de Contaminantes de Matrices Ambientales", es parte de la investigación que realiza el Cuerpo Académico de Química y Física del Ambiente en el Centro de Investigaciones Químicas (CIQ) sobre los fenómenos físicos y químicos que ocurren en el ambiente, a través de la medición de propiedades de manera directa en campo, en el laboratorio o simuladas mediante el uso de herramientas informáticas.

Los avances y estudios obtenidos en este proyecto muestran que los residuos agrícolas pueden ser utilizados como materia prima para la generación de productos con valor agregado, con la intención de reducir el impacto ambiental que ocasionan. Se pretende darles uso como adsorbentes en la remoción de contaminantes, una vez modificados mediante la aplicación de radiación UV.

La radiación UV ha probado ser un método limpio y con un costo accesible para el mejoramiento mecánico de fibras, producir compósitos con mejores propiedades mecánicas, térmicas y funcionales.

Por lo tanto, se evaluaron metodologías para el acondicionamiento, modificación y obtención de microfibra de celulosa mediante tratamientos superficiales como la aplicación de radiación UV, y la caracterización y análisis mediante el uso técnicas instrumentales tales como: FT-IR, TGA, DTA y FESEM.

6. HIPÓTESIS

La modificación de fibras agroindustriales mediante el uso de radiación UV, propiciará cambios en las estructuras químicas originales de la fibra en diferentes niveles para ser utilizadas en la remoción de algunos contaminantes del agua.

7. OBJETIVOS

7.1. Objetivo General

Modificar fibras naturales de origen agroindustrial mediante la aplicación de radiación UV para su uso en la remoción de contaminantes del agua.

7.2. Objetivos Específicos

- Inactivar enzimas y levaduras que aceleran la descomposición de residuos mediante un escaldado.
- Extraer y conservar las muestras de fibras naturales
- Caracterizar las muestras con y sin tratamiento UV por medio de la Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Análisis Termogravimétrico (TGA), Módulo de Elasticidad (E) y Resonancia Magnética Nuclear RMN
 ¹³C
- Realizar ensayos con las fibras modificadas y sin modificar, en la remoción de contaminantes (Colorante índigo carmín, hierro y dureza).

8. DISEÑO EXPERIMENTAL

La propuesta de esta investigación consistió en identificar los cambios físico-químicos en la estructura de la celulosa para diferentes residuos agroindustriales irradiados con luz UV y, por lo tanto, sus cambios en propiedades mecánicas, características estructurales y microestructurales variando el tiempo de exposición a la radiación dentro de un microfotorreactor, buscando las condiciones óptimas y caracterizar cada etapa al utilizar diferentes variables como: tiempo de exposición, cantidad de muestra, tamaño de las partículas de muestra, así como la distribución interna de las muestras en el fotorreactor, entre otras (**Tabla 4**).

 Tabla 4. Diseño experimental: Exposición de fibras al tratamiento con radiación UV en un tiempo inicial y otros periodos de tiempo diferente con tres réplicas.

Tipo de fibra natural	Tiempo de Exposición a radiación UV						
	T ₀	T ₁	T ₂	T ₃			
Nopal (FN)	FN ₀	FN ₁	FN ₂	FN ₃			
	FN ₀	FN ₁	FN ₂	FN ₃			
	FN ₀	FN ₁	FN ₂	FN ₃			
Plátano (FP)	FP ₀	FP ₁	FP ₂	FP ₃			
	FP ₀	FP_1	FP ₂	FP ₃			
	FP ₀	FP ₁	FP ₂	FP ₃			
Piña (FPi)	Fpi ₀	Fpi ₁	Fpi ₂	Fpi ₃			
	Fpi ₀	Fpi ₁	Fpi ₂	Fpi ₃			
	Fpi ₀	Fpi ₁	Fpi ₂	Fpi ₃			

 $FN_0 = Fibra$ de nopal irradiado a un tiempo 0, $FN_1 = Fibra$ de nopal irradiado a un tiempo 1, $FN_2 = Fibra$ de nopal irradiado a un tiempo 2, $FN_3 = Fibra$ de nopal irradiado a un tiempo 3.

 $FP_0 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 0, $FP_1 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 1, $FP_2 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 2, $FP_3 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 3.

 $FPi_0 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 0, $FPi_1 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 1, $FPi_2 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 2, $FPi_3 = Fibra$ de piña irradiado a un tiempo 3.

9. ESTRATEGIA EXPERIMENTAL

La estrategia experimental se muestra en la Figura 9.



Figura 9. Estrategia experimental.

10. MATERIALES Y MÉTODOS

10.1. Microfotorreactor

Microfotorreactor construido con dos lámparas de luz ultravioleta con una longitud de onda de 254nm (Germicidal modelo: G15T8, 15 W, General Electric).

10.2. Materia Prima

Nopal fresco (FN), Cáscara de Plátano (FP), Cáscara de Piña (FPi) y hojas de piña.

10.3. Escaldado y Secado de las Fibras

Inicialmente se identificaron las condiciones en las que abundan los residuos agroindustriales, se lavaron con abundante agua. Posteriormente se calentaron en vapor los trozos de fibras durante unos pocos minutos (mediante un baño maría termostático). Esto se llevó a cabo para inactivar ciertos compuestos que alteran el color y la firmeza de las fibras frescas y también para destruir microorganismos.

Para escaldar las fibras en vapor, se utilizó un calentador, un recipiente de acero inoxidable con una tapa y una bandeja de acero inoxidable perforada. Se vertió un poco de agua en el recipiente, se colocó la tapa y se calentó hasta que el agua entrara en ebullición vigorosa para eliminar el aire del recipiente y generar suficiente vapor antes de introducir las fibras. Las cáscaras de piña, plátano y nopal se colocaron en forma de monocapa sobre la bandeja del escaldador. Se sacó rápidamente la tapa del recipiente, se colocó la bandeja y, luego se repuso la tapa. Los trozos se expusieron al vapor durante 1.5 minutos, teniendo cuidado de que la bandeja no tocara el agua en ebullición. Trascurrido el tiempo, los trozos de fibras se sacaron del baño de vapor y se vertieron rápidamente en agua fría durante un par de minutos para su enfriamiento, minimizando así los daños que causa el tratamiento térmico. Los trozos de fibra se extrajeron del agua fría y se escurrieron, colocándolos luego en un balde limpio hasta su secado total.

10.4. Reducción del Tamaño de Fibras

Cada una de las fibras obtenidas, completamente secas fueron sometidas a un proceso de molienda usando un molino de cuchillas, en lotes de cinco minutos cada una.

10.5. Tratamiento de las fibras naturales con radiación UV.

En el microfotoreactor se colocaron las diferentes muestras de fibras naturales previamente pulverizadas. Con ayuda de contenedores que permitieron distribuir homogéneamente las muestras sin que estas se mezclaran. Se dejo funcionando el equipo durante el tiempo requerido para cada experimento (inicialmente 6 días), así como se procuró evitar interferencias ambientales como el cambio de temperatura o la contaminación externa manteniendo cerrado el equipo durante el proceso.

10.6. Caracterización de las Fibras por Espectroscopía FTIR.

Se tomaron espectros infrarrojos con un espectrómetro NICOLET 6700 FT-IR, con rango de trabajo entre 4000 cm⁻¹ a 500 cm⁻¹. Los espectros fueron tomados en el modo de Reflectancia Total Atenuada (ATR) donde únicamente se coloca la muestra sobre el accesorio smart iTR y se procesa la muestra.

10.7. Caracterización de Fibras por Microscopía Electrónica de Barrido (FESEM)

El análisis morfológico de las muestras se realizó usando un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo marca BRUKER. Se usó el modo de alto vacío y un voltaje de 5.0 kV. Para el análisis por energía de dispersión de rayos X (EDS) el voltaje fue de 10 kV. Este equipo permite analizar muestras sin un recubrimiento previo de oro por Deposición Física de Vapor (PVD).

10.8. Caracterización Mediante Análisis Termogravimétrico (TGA)

El análisis Termogravimétrico fue realizado en un instrumento DSC-TGA (mod. SDT Q600). Se usaron crisoles de alúmina de 70μ L para contener la muestra cuya masa estuvo en el orden de los 2 mg. El rango de temperaturas estudiado fue de 25 °C a 600 °C.

10.9. Caracterización Mediante la Determinación del Módulo de Elasticidad

Para determinar el módulo de elasticidad (E), esfuerzo de tensión (δ) y deformación (ϵ) se utilizó un aparato de Esfuerzo/Deformación PASCO AP8221 que incluye sensor de fuerza y sensor de desplazamiento rotativo, así como un equipo de adquisición de datos USB 750 marca PASCO CI7599, Muestras laminares (Probetas) de las diferentes fibras, Software PASCO CAPSTONE y un ordenador portátil con graficador y manejo de datos en tablas.

10.10. Espectrofotómetro UV-Visible

La espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración. Para hacer este tipo de medidas se empleó un espectrofotómetro modelo 752 Biotraza, en el que se puede seleccionar la longitud de onda de la luz que pasa por una solución y medir la cantidad de luz absorbida por la misma.

10.11. Remoción del Colorante Índigo Carmín (IC)

Para este análisis se prepararon soluciones de 50 mL con una concentración de 50 ppm del colorante IC, se pesaron porciones de 500 mg de fibra con tratamiento y sin tratamiento UV. Se obtuvo la matriz equivalente para cada solución en vasos de precipitado de 100 mL, mezclando 500 mg de fibra en 50 mL de agua desionizada con agitación durante 1 hora.

10.12. Método Espectrofotométrico de la Fenantrolina (hierro total)

10.12.1. Instrumental

a) Equipo:

- Espectrofotómetro.
- Balanza analítica

b) Materiales de vidrio, lavados con ácido: Todo el material de vidrio se lavó con ácido clorhídrico concentrado (HCl) y se enjuagó con agua destilada antes de utilizarlo, con objeto de eliminar depósitos de óxido de hierro.

Materiales de vidrio: Clase "A".

10.12.2. Reactivos

Se utilizaron reactivos bajos en hierro, para preparar las soluciones se empleó agua desionizada.

a) Ácido clorhídrico concentrado; HCl.

b) Solución de hidroxilamina: Se disolvieron 10 g de NH₂OH. HCl EN 100 mL de agua.

c) Solución tampón de acetato de amonio: Se disolvieron 250 g de $NH_4C_2H_3O_2$ en 150 mL de agua, posteriormente se añadieron 700 mL ácido acético concentrado (glacial).

d) Solución de acetato de sodio: Se disolvieron 200 g de NaC₂H₃O₂.3H₂O en 800 mL de agua.

e) Solución de fenantrolina: Se disolvieron 100 mg de monohidrato de 1,10-fenantrolina, $C_{12}H_8N_2.H_2O$, en 100 mL de agua por agitación y calentamiento a 80 °C. El calentamiento es innecesario si se añaden al agua dos gotas de HCl concentrado. (Nota: un mililitro de este reactivo es suficiente para no más de 100 μ g Fe).

f) Soluciones de hierro patrón: Se preparó a partir de un estándar de hierro, a una concentración de 10 ppm de hierro.

10.12.3. Procedimiento

Preparación de la solución patrón de hierro de 200ppm

Se preparó una solución estándar de hierro de 200 ppm.

En un vaso de precipitados se agregaron 50 mL de agua, lentamente se adicionaron 10 mL de ácido sulfúrico concentrado (98%) y se disolvió 0.747 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado [Fe (NH₄)₂ (SO₄)₂.6H₂O]. Se adicionó solución de permanganato de potasio (KMnO₄) gota a gota hasta que persistió un color rosado pálido. Posteriormente se transfirió cuantitativamente a un matraz aforado de medio litro y se aforó con agua desionizada libre de hierro.

Preparación de la solución patrón de hierro de 10ppm

Se purgó y midió con una pipeta aforada 5 mL de solución patrón de 200 ppm y se transfirió a un matraz aforado de 100 mL el cual se aforó con agua libre de hierro.

Curva de calibración para hierro

Se preparó una serie de patrones de 0.05, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 y 1.50 ppm a partir de la solución patrón preparada de 10 ppm, de la siguiente manera.

Inicialmente se marcaron 8 matraces aforados de 50 mL como se indica: Blanco, (0.05, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1, 1.5) ppm. Se adicionaron 10 mL de agua destilada a cada uno, con bureta de 25 mL se adicionaron (0.5, 2, 4, 6, 8, 10 y 15) mL de solución patrón de 10 ppm a cada balón correspondiente, al blanco no se le adicionó solución patrón. Posteriormente se agregó 1 mL de hidroxilamina y se agitó, se agregaron 2.5 mL de solución reguladora de acetato de amonio y 2.5 mL de solución reguladora de acetato de sodio, se agitó y se agregó 1 mL de orto-fenantrolina, inmediatamente se aforó con agua desionizada y se tomó un tiempo de 15 minutos para que se desarrollara totalmente el color. Con el equipo calibrado a una longitud de onda ajustada se procedió a la medición (510 nm).

Remoción de hierro total:

- Se prepararon 50 mL de disolución enriquecida (0.6ppm) de Fe^{2+} .
- Se añadió 1 g de fibra de piña con tratamiento y sin tratamiento UV. Posteriormente se puso en agitación constante durante 30 y 60 minutos.
- Se añadieron 2 mL de HCl concentrado y 1 mL de solución NH₂OH.HCl (solución de hidroxilamina). Se añadieron unas cuantas perlas de ebullición y se calentó hasta ebullición. Para asegurar la disolución de todo el hierro, se continuó con la ebullición hasta que el volumen se redujo entre 15 y 20 mL.
- Luego se enfrió hasta temperatura ambiente y se traspasó a un matraz volumétrico de 50 mL.
- Se añadieron 10 mL de solución tampón de NH₄C₂H₃O₂ (acetato de amonio) y 4 mL de solución fenantrolina y se diluyó con agua hasta la señal.
- Se homogenizó la solución cuidadosamente y se dejó al menos durante 10 a 15 minutos para que se desarrollara el color al máximo.
- Finalmente se realizaron las lecturas de la muestra a 510 nm, en el espectrofotómetro.

10.13. Determinación De Dureza Total

Equipo

• Balanza analítica con precisión de 0.1 mg

Materiales

• Bureta de 25 mL o 50 mL

Todos los productos químicos usados en este método fueron grado reactivo.

Características del agua:

- a) Resistividad: 0.2 megohm-cm (min.) a 25 °C
- b) Conductividad: 5.0 µS/cm (máx.) a 25 °C. y

c) pH: 5.0 a 8.0

Reactivos

- Cloruro de amonio (NH₄Cl)
- Cloruro de magnesio hexahidratado (MgCl₂•6H2O)
- Amoniaco concentrado (NH₃)
- Sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidratado (EDTA)
- Sal de Magnesio de EDTA
- Sulfato de magnesio heptahidratado (MgSO₄•7H₂O)
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Indicador de negro de eriocromo T
- Aminoetanol (libre de aluminio y metales pesados).
- Rojo de metilo
- Carbonato de calcio anhidro (CaCO₃)
- Ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- Cloruro de sodio (NaCl)
- Ácido nítrico (HNO₃)
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄)
- Acido perclórico (HCl₂O₇)

10.13.1. Disolución amortiguadora

Se pesó aproximadamente y con precisión 3.38 g de NH₄Cl y disolvió en 28.6 mL de NH₃. Se añadió aproximadamente 0.25 g de sal de magnesio de EDTA y diluyó hasta 50 mL con agua desionizada. Se conservó la disolución amortiguadora en un recipiente de vidrio; se debe desechar la disolución cuando haya transcurrido más de un mes de su fecha de preparación o cuando al añadirse 1 mL o 2 mL a la muestra, ésta no pueda producir un pH de 10.0 ± 0.1 . Se tapó herméticamente para evitar pérdidas de amoniaco o adsorción de dióxido de carbono (CO₂).

Disolución de EDTA (aproximadamente 0.01 M).

Se pesó aproximadamente y con precisión 1.8612 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético dihidratada; disolvió en agua y diluyó a 0.5 L. Se puede valorar con una disolución de carbonato de calcio (NMX-AA-072-SCFI, 2001).

10.13.2. Procedimiento

Tratamiento previo de muestras de aguas contaminadas

Si la muestra contiene partículas o materia orgánica requiere un tratamiento previo al análisis. Se llevó a cabo una digestión con ácido nítrico - ácido sulfúrico o ácido nítrico - ácido perclórico y ajustó posteriormente el pH de la disolución a un valor de 9, utilizando disolución de amoniaco.

Titulación de muestras:

- Se colocaron 50 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Se añadió 1 mL de disolución amortiguadora. Generalmente 1 mL es suficiente para alcanzar un pH de 10.0 a 10.1.
- Se añadió una cantidad adecuada del indicador eriocromo negro T. La muestra tomó un color vino rojizo.
- Se tituló con la disolución de EDTA 0.01 M agitando continuamente hasta que desaparecieron los últimos matices rojizos. En el punto final la muestra cambia de color rojizo a azul.

10.13.3. Cálculos

Se calculó la dureza total como se indica en la siguiente ecuación:

Dureza total expresada como CaCO3

$$mg/L = \{(A - B) * C * 1, 000\} / D$$

Donde:

A son los mL de EDTA gastados en la titulación en la muestra;

B son los mL de EDTA gastados en la titulación en el blanco (si fue utilizado);

C son los mg de CaCO₃ equivalentes a 1 mL de EDTA, y

D son los mL de muestra.

Expresar la dureza total como mg/L CaCO3 con la precisión correspondiente (NMX-AA-072-SCFI, 2001).

11. RESULTADOS

11.1. Preparación y Conservación de Muestras

El objetivo de escaldar las fibras lignocelulósicas fue promover la inactivación de enzimas y levaduras que aceleran su descomposición (**Figura 11**), se realizó como paso previo al proceso de conservación y secado. De esta manera lograr una modificación superficial mediante la exposición a radiación UV durante diferentes lapsos de tiempo y generar una posible modificación química de las fibras con nuevos grupos funcionales que puedan servir como adsorbentes, desinfectantes (peróxido) o desarrollar afinidad por metales. Se requiere de la reacción de los principales grupos funcionales presentes en los azúcares que componen la celulosa.



Figura 10. Microfotorreactor.



Figura 13. Fibras naturales expuestas a irradiación UV.



Figura 11. Escaldado de fibras naturales.



Figura 12. Fibras de plátano, piña y nopal en proceso de secado a temperatura ambiente.

La **Figura 10** muestra el prototipo del microfotorreactor utilizado, compuesto por un par de lámparas germicidal de luz UV.

La Figura 13 y Figura 12 muestran la exposición de muestras por duplicado y el secado, respectivamente.

11.2. Espectroscopía FTIR

En la **Figura 14, Figura 15** y **Figura 16** se presentan los espectros FTIR de las diferentes fibras, previo al tratamiento con radiación UV, así como después de una exposición durante 6 días. Los resultados muestran bandas características alrededor de 3269 cm⁻¹ y 3290 cm⁻¹ correspondientes al movimiento de estiramiento O-H y C-H. El mismo comportamiento se encontró para las bandas típicas asociadas con absorciones de celulosa alrededor de 1430, 1375, 1115, 1108, 1030, y 895 cm⁻¹, las cuales corresponden a deformaciones asimétricas de C-H, deformaciones asimétricas de C-O-C, estiramiento asimétrico del anillo de glucosa, estiramiento de C-O y C-O-C del enlace β -glucosídico entre glucosas, respectivamente (Luna Vera, et al., 2014).

Es importante notar la banda asociada con absorciones de C=O de hemicelulosa (xilanos) entre 1731 y 1733 cm⁻¹, lo que indica que está presente en todas las muestras, aunque en una proporción mínima.



Figura 14. Espectros FTIR de cáscara de piña con y sin exposición UV.



Figura 15. Espectros FTIR de fibra de nopal con y sin exposición UV.



Figura 16. Espectros FTIR de fibra de plátano con y sin exposición UV.

Tabla 5. Bandas características FTIR de celulosa en las diferentes fibras naturales.

		Tiempo de exposición					
		То			T1 (UV6)		
	Grupo	o Nopal Plátano Piña N nal (cm^{-1}) (cm^{-1}) (cm^{-1})		Np-UV6	Pl-UV6	Pi-UV6	
	funcional			(cm ⁻¹)	(cm^{-1})	(cm^{-1})	(cm^{-1})
Celulosa	OH	3273	3277	3288	3269	3290	3276
	СН	2918	2918	2918	2917	2917	2918
	C-O-C	1315	1373	1374	1315	1374	1374
Hemicelulosa	C=O	1732	1733	1731	1732	1731	1733
Lignina	C=C	1608	1601	1627	1601	1623	1594

La **Figura 17** representa una comparación entre los espectros FTIR de la cáscara de piña sometida a diferentes tiempos de exposición. Así como también se indican las zonas vibracionales de los grupos funcionales presentes de interés OH, C-H, C=O, CH₃, CH₂, C-O-C, C-OH (

Tabla 5). Se puede inferir un cambio en la proporción de grupos funcionales que componen dicha muestra debido al incremento en la intensidad de la banda en 1727 cm⁻¹ y la disminución en1624 cm⁻¹ correspondiente a grupos C=O, lo que hace a la cáscara de piña un buen candidato en un proceso de



Figura 17. Espectro FTIR de cáscara de Piña. Tiempo de exposición 0, 1 y 2 días (en orden descendente).

modificación mediante radiación UV.

11.3. Microscopía Electrónica de Barrido (FESEM)

11.3.1. Análisis morfológico

La **Figura 18** muestra micrografías FESEM de fibras de plátano sin exposición a radiación UV, sus detalles superficiales, morfológicos y de relieve. Se observan libres de partículas amorfas similares a cortezas, así como las cavidades típicas en una fibra natural.



Figura 18. Micrografías FESEM de fibras de plátano sin radiación UV (FP) y detalles superficiales.

La **Figura 19** muestra micrografías de fibra de plátano sometida a 6 días de radiación UV. Se observa la aparición de cambios en su morfología, partículas amorfas que no presentaban las fibras no expuestas y la aparición de grietas con deformaciones, proporcionando un relieve áspero, lo que sugiere un cambio estructural significativo después de la exposición (Mello, et al., 2015).



Figura 19. Micrografías FESEM de fibras de plátano con radiación (FP-UV6) y detalles superficiales.

La **Figura 20** y **Figura 21** muestran las micrografías FESEM de fibras de piña con y sin exposición a la radiación, donde se observa de manera similar a lo encontrado en las fibras de plátano. Ocurre un cambio en la apariencia amorfa inicial de las fibras respecto a las sometidas al tratamiento donde su apariencia es áspera y con un cierto grado de orden.



Figura 20. Micrografías FESEM de fibras de piña sin radiación UV (FPi) y detalles superficiales.



Figura 21. Micrografías FESEM de fibras de piña con radiación (FPi-UV6) y detalles superficiales.

La **Figura 22** y **Figura 23** muestran los detalles superficiales de la fibra de nopal con y sin tratamiento UV, donde la fibra sin tratamiento tiene un aspecto amorfo y presenta poca porosidad. En contraste con la fibra irradiada donde su morfología cambia notablemente y su aspecto poroso se manifiesta. Este aspecto áspero y de desfibrilación permite crear espacios que podrían llenarse con algún elemento afín, es decir la morfología de la fibra puede ayudar a tener una funcionalidad como adsorbente.



Figura 22. Micrografías FESEM de fibras de Nopal sin radiación (FN) y detalles superficiales.



Figura 23. Micrografías FESEM de fibras de Nopal con radiación (FN-UV6) y detalles superficiales.

11.3.2. Análisis químico elemental (EDS)

La **Tabla 6** muestra un análisis químico elemental de las fibras con y sin tratamiento UV. Al hacer la comparación entre ellas, se observan un incremento en el porcentaje de contenido de Oxígeno, el más alto fue en la piña (pasó de 33.45 % a 42.56%) y Nopal (de 32.56% a 47.95%). Derivado de esta observación se propuso una modificación en estas fibras, se planteó entonces ampliar el tiempo de exposición.

Espectro	C (%)	N (%)	O (%)	Na (%)	Mg (%)	Al (%)	Si (%)	P (%)	S (%)	Cl (%)	K (%)	Ca (%)
Piña	61.89	3.25	33.45				0.44			0.22	0.74	
Nopal	65.42		32.56		0.5	0.07		0.06		0.17	0.53	0.68
Plátano	57.74		39.96							0.42	1.88	
PiñaUV6	56.6		42.56			0.16	0.06		0.05	0.13	0.45	
NopalUV6	46.75		47.95		0.77			0.1		0.17	0.77	3.49
PlátanoUV6	55.64		40.75	0.02	0.1	0.13	0.79			0.44	2.154	

Tabla 6. EDS de fibras naturales antes y después del tratamiento con radiación UV.

La Figura 24. Análisis químico elemental de fibras de nopal con diferentes tiempos de exposición.Figura 24 muestra el comportamiento de las fibras naturales a la exposición UV durante diferentes periodos de tiempo y se pudo observar el día 6 como el periodo con más cambios en la composición porcentual de la fibra de

	Tiempo		
EDX Nopal	(Días)	% C	%0
70	0	62.6	33.8
60	2	65.7	32.7
40	3	56.8	40.1
30	5	57.0	41.1
10	6	51.9	43.1
0 2 4 6 8 10 12	8	54.3	38.2
DIAS	9	59.5	35.6
──── Contenio de C ──── contenido de O	11	49.7	37.3

Figura 24. Análisis químico elemental de fibras de nopal con diferentes tiempos de exposición.

nopal.

En el caso de la piña (**Figura 25**) los resultados revelan en el día 6 un % C de 67.5 y % O de 25.7; el contenido de % O más bajo desde el inicio de la exposición, sin embargo, después del día 6 hasta el día 12 se observa un incremento en el % O, contrario a lo que pasó con el % C, lo que sugiere una modificación

de la fibra en un tiempo específico.



Figura 25. Análisis químico elemental (EDS) de C y O en fibras de Piña expuestas a radiación UV.

En el caso del nopal (**Figura 26**) los resultados revelan en el día 6 un % C de 64.3 y de % O de 34.2; sin embargo, después del día 6 hasta el día 12 se observa una disminución en el contenido de C, contrario a lo que pasó con el % O, mostró un ligero incremento y prácticamente así se mantuvo hasta el final, lo que sugiere la presencia de grupos funcionales con un mayor contenido de oxígeno.



Figura 26. Análisis químico elemental EDS de C y O en fibras de nopal expuestas a radiación UV.

Para la hoja de piña (**Figura 27**) al día 7 el % C fue de 59.7 y de % O de 39.6; posteriormente en el día 8 se presentó una leve disminución en el % de O (33 %); sin embargo, el contenido de C incrementó levemente.



Figura 27. Análisis químico elemental de C y O en fibras (Hoja de Piña) expuestas a radiación UV.

11.4. Análisis Termogravimétrico (TGA)

Adicionalmente se estudió el comportamiento de estabilidad térmica de las muestras naturales después de los diversos tratamientos previos a la irradiación. La **Figura 28, Figura 30** y **Figura 29**, muestran los resultados de análisis por TGA. Para todas las muestras existe una pérdida de masa que inicia aproximadamente a 50 °C, el cual es atribuido a la pérdida de agua. A partir de los 200 °C las muestras exhiben comportamientos individuales. Las pérdidas de masa entre 220 y 280 °C, se asocia con la rápida degradación de hemicelulosa la cual ocurre a temperaturas menores que la celulosa (220-315 °C) (Luna Vera, et al., 2014). Esto ocurre con la cáscara de piña donde el termograma (**Figura 30**) indica la presencia de hemicelulosa, así como la ausencia de esta en las otras dos muestras de fibra.

Cabe mencionar que la biomasa lignocelulósica, es una mezcla compleja de polímeros de carbohidratos conocidos como celulosa, hemicelulosa, lignina y pequeñas cantidades de otras sustancias como extractables y cenizas, los cuales están contenidos en la pared celular de las plantas en variadas proporciones.



FFigura 30. Termograma de las fibras de Cáscara de Piña.



Figura 29. Termograma de las fibras de nopal natural.

11.5. Pruebas Mecánicas

11.5.1. Preparación de compósito grenetina-celulosa

Para la caracterización de las fibras naturales mediante el módulo de elasticidad longitudinal (E) o módulo de Young, se obtuvo una serie de probetas a partir de un patrón estándar proporcionado por el equipo tensor PASCO AP8221 (**Figura 31**). Inicialmente no fue posible determinar el módulo E para ninguna de las fibras debido a la deformación causada durante el proceso de secado y exposición al tratamiento de irradiación (**Figura 32**). Se optó por obtener una serie de compósitos que mantuvieran un aspecto homogéneo y permitiera la comparación entre probetas de un mismo tipo de fibra con variaciones en el tiempo de irradiación. El material que se eligió para la mezcla fue la grenetina debido a su propiedad hidrofílica y afinidad con la celulosa (hidrofílica) para formar compósitos estables. La proporción ideal de la mezcla se consiguió experimentalmente y se describe a continuación.



Figura 31. Molde de probeta (10cm de longitud y 0.5 cm de ancho).



Figura 32. Procedimiento para la obtención de Probetas a partir de compósitos Grenetina-Celulosa.

La probeta (compósito) que tuvo mejor comportamiento durante la determinación del módulo de elasticidad, se preparó con 3 mL de agua, 1 g de grenetina y 1 g de la fibra correspondiente.

El procedimiento consistió en mezclar la fibra con grenetina, se hidrató y dejó reposar durante 10 min, a continuación, se fundió la mezcla en baño maría de 80 °C, procurando eliminar cualquier irregularidad superficial como burbujas de aire y formando una película delgada en la base de un recipiente (molde), se enfrió y posteriormente recortó el contorno indicado. Cabe mencionar que debido a la deshidratación del compósito, la longitud original de la probeta se reduce hasta 1.8 cm por lo que se contempló dicho fenómeno para que las piezas pudieran ser sujetadas correctamente por el equipo de tensión.

Las probetas con mejor aspecto se consiguieron en la mezcla con fibra de cáscara de piña mientras que

para los compósitos hechos con la hoja de la piña se utilizó 1g de grenetina, 0.3 g de fibra y 3 mL de agua. Esto fue porque las fibras no se pueden pulverizar completamente, debido a que tiene fibras más largas y se debe procurar que la superficie de las probetas sea lisa.

Se produjeron probetas con cada tipo de fibra: nopal, piña, plátano y grenetina como blanco de referencia. La **Figura 33** muestra las probetas de compósitos fracturados de diferentes maneras.



Figura 33. Determinación de módulo de elasticidad a compósitos de Grenetina-Fibra.

Pese a que se obtuvieron "buenos" resultados para producir probetas homogéneas, las mezclas: grenetina/nopal, grenetina/cáscara de piña, y grenetina/plátano sufrieron fractura (**Figura 34**) en los extremos al momento de ser sujetadas por las abrazaderas del equipo. Lo que impidió la determinación del módulo de elasticidad. La probeta "blanco" (grenetina) rebasó la capacidad máxima de tensión (50 N), establecida por el equipo y sólo se pudo realizar el ensayo en la probeta grenetina/hoja de piña, debido a que su superficie fue más homogénea y no tenía puntos de fractura donde hubiera concentración de esfuerzos, además contenía fibras más largas lo que le permitió soportar mayores tensiones.



Figura 34. Rompimiento incorrecto de probetas.

11.5.2. Determinación del módulo de elasticidad

Para determinar experimentalmente el módulo de elasticidad (E) en el equipo PASCO (**Figura 35**) se realizó el siguiente cálculo:

- Dimensiones de las probetas.
- Número de vueltas de la manivela, necesarias para desplazar el pistón de un extremo a otro.



Figura 35. Aparato de Esfuerzo/Deformación.

Se colocó la probeta a los extremos de cada abrazadera y se giró la manivela lentamente (para mejorar la calidad de los datos grabados). La información recopilada por los sensores es enviada a una compuradora (**Tabla 7**):

- Desplazamiento del pistón (en radianes)
- Fuerza aplicada a las probetas (en Newtons.)

Es necesario adicionar otra columna con la información de:

• Desplazamiento (en metros)

Haciendo la conversión y utilizando la relación de 1 vuelta a mm Posteriormente se determinó:

•
$$\delta = \frac{F_{\perp}}{A}$$
 (Esfuerzo de tensión)

Así como:

• $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ (Deformación de tensión)

n	ángulo (rad)	Fuerza (N)	Longitud (m) l	Esfuerzo de Tensión	Deformación (x)
1	0	0.11	0	977.78	0
2	0	0.11	0	977.78	0
3	0	0.11	0	977.78	0
4	0	0.11	0	977.78	0
5	0	0.11	0	977.78	0
6	0	0.1	0	888.89	0
7	0.122	0.11	1.9E-05	977.78	1.9E-04
8	0.175	0.11	2.7E-05	977.78	2.7E-04
9	0.175	0.11	2.7E-05	977.78	2.7E-04
10	0.209	0.11	3.2E-05	977.78	3.2E-04
11	0.314	0.11	4.8E-05	977.78	4.8E-04
12	0.384	0.11	5.9E-05	977.78	5.9E-04
13	0.454	0.11	7.0E-05	977.78	7.0E-04
14	0.489	0.11	7.5E-05	977.78	7.5E-04
15	0.524	0.11	8.1E-05	977.78	8.1E-04
792	41.452	0.12	643.6E-5	1066.6	643.6 E-04

Tabla 7. Datos recopilados por el equipo de tensión PASCO.

Al graficar la información obtenida se visualiza el módulo de elasticidad (E) de la cáscara de piña natural (**Figura 36**) a partir de la ley de Hooke, se observó el siguiente comportamiento.

 $\frac{Esfuerzo}{Deformación} = Módulo \ de \ elasticidad \ (ley \ de \ Hooke)$



Figura 36. Módulo de Young de cáscara de piña natural (sin radiación).

En los diagramas de Esfuerzo-Deformación que se obtuvieron de las fibras naturales con y sin irradiación se observó poca reproducibilidad para el esfuerzo de tensión δ (la razón de la fuerza al área de sección transversal), debido a la escasa uniformidad que adquieren las probetas durante el proceso de secado, pero necesario para un rompimiento óptimo, sin embargo, se puede observar un patrón de ruptura particular y característico que permite la diferenciación para cada tipo de fibra. El comportamiento elástico se observó en todos los estudios (**Figura 37, Figura 38, Figura 39 y Figura 40**), seguido de un comportamiento plástico el cual solamente lo presenta la cáscara de piña tanto irradiada y no irradiada (**Figura 38 y Figura 40**), y finalmente un punto de fractura típico para materiales sometidos a tensión.

Así pues, cada fibra presenta rangos de deformación diferente, lo que demuestra que la radiación UV causó cambios en la estructura química y propiedades mecánicas. Dichas modificaciones pueden ser aprovechados en aplicaciones como materiales de refuerzo (Mello, et al., 2015) o probar su eficiencia como materiales adsorbentes.



6000 5000 4000 2000 1000 0 0.01 0.02 0.03 0.04 0.05 Deformaciión

Figura 37 Diagrama de esfuerzo-deformación de Hoja de Piña.

Figura 38. Diagrama de esfuerzo-deformación de cáscara de piña.



Figura 40. Diagrama de esfuerzo-deformación de Nopal.



Figura 39. Diagrama de esfuerzo-deformación de cáscara de piña con irradiación (6 días).

11.6. Aplicaciones de las Fibras Modificadas para la Remoción de Contaminantes

11.6.1. Remoción del Colorante Índigo Carmín

Determinación de longitudes de onda de máxima absorción

Previo a realizar ensayos para la remoción de colorantes, se llevó a cabo un barrido espectral de la solución coloreada con índigo carmín (IC) para determinar la longitud de onda en la cual la muestra presenta la máxima absorción.

La **Figura 41** muestra la absorbancia que presentan tres soluciones coloreadas a diferentes longitudes de onda del espectro UV-visible (400-700 nm).

Solución índigo carmín (50 ppm): $\lambda_{max} = 610$ nm

*Matriz equivalente o "blanco": $\lambda_{max} = 400 \text{ nm}$

Mezcla del colorante índigo carmín y matriz equivalente (50:50): $\lambda_{max} = 400 \text{ nm}$





*Para el proceso de adsorción de un colorante a partir de fibras naturales se requiere tomar en cuenta la aportación de color por parte de la fibra a la solución, así como el comportamiento que tiene la mezcla con el colorante en el proceso. A esto se le conoce como matriz equivalente y sirve para diferenciar la interferencia o cambios en la λ_{max} en la mezcla de nuevas soluciones coloridas.

La matriz equivalente se obtuvo a partir de la cáscara de piña en agitación constante durante 1 hora con agua desionizada. Durante el proceso de modificación y caracterización, la cáscara de piña fue la que mostró consistentemente mayores efectos de la radiación UV sobre su superficie y propiedades fisicoquímicas, lo que probó ser un buen candidato para realizar pruebas de remoción y determinar la eficiencia de las fibras después de un tratamiento con radiación UV.

Remoción del colorante índigo carmín (IC)



Figura 42. Comparación de adsorción de fibras irradiadas y no irradiadas con UV.

La **Figura 42** muestra el comportamiento de adsorción para dos soluciones tratadas con fibra de piña. Los resultados mostrados en la **Figura 43**, indican en términos generales que los porcentajes de remoción del colorante son casi similares, a excepción del resultado que se observó en la fibra que no fue expuesta a la radiación UV, en los 20 y 30 minutos de contacto entre la fibra y el colorante, lo que sugiere que la fibra puede ser utilizada sin un tratamiento previo, para este tipo de contaminante. Dicho comportamiento probablemente se debe a que el colorante posee en su estructura sulfito de sodio, una vez que el sodio se desprende de la molécula original, las interacciones (repulsión) entre el SO_3^- y los grupos CO o COO⁻ incrementados en la fibra tratada, disminuyen la eficiencia en la remoción del colorante.



Figura 43. Comparación del porcentaje de remoción.

11.6.2. Remoción de Hierro

Curva patrón

Se utiliza un criterio estadístico para aceptar un comportamiento como lineal. Es un coeficiente de correlación (R^2) cercano a uno (1)

Como se muestra en la Figura 44.



Tabla 8. Datos para la curva patrón de hierro

Figura 44. Curva de calibración para hierro.
La **Tabla 9** contiene el porcentaje de remoción para cuatro muestras estudiadas, utilizando para cada una su respectiva matriz equivalente ("blanco"). Se prepararon soluciones enriquecidas con 0.6 ppm de Fe²⁺ (50 mL) agregando 0.5 g de fibra de pina con irradiación y sin irradiación durante periodos de 30 y 60 minutos. Los resultados revelan que para un tiempo de exposición de 30 minutos entre la fibra con la solución de hierro, los porcentajes de remoción fueron similares (50 % y 53 %), para la fibra irradiada y sin irradiar, respectivamente; sin embargo en el minuto 60, hubo una mejor remoción del colorante (62 %), con la fibra irradiada, lo que sugiere que en la modificación de la fibra probablemente se generaron una mayor proporción de especies aniónicas que actúan como ligandos y tienen afinidad por metales (Wang & Chen, 2008) (quizás RCOO-, R, O₂, O₂⁻, O₂²⁻; R = radical alquil), lo que es congruente con el análisis elemental que revela un incremento en el % O.

	TIEMPO	Y (ABS)	% RECUPERACIÓN	%REMOCIÓN
M. EQ.	0	0.123	100	0
CON UV	30	0.062	50	50
	60	0.047	38	62
SIN UV	30	0.058	47	53
	60	0.076	62	38

Tabla 9. Comportamiento de remoción de hierro con fibra modificada y sin modificar.

11.6.3. Remoción de la Dureza

Inicialmente se determinó la dureza del "agua de la llave", dando como resultado 38 ppm, posteriormente se pesó 1 g de fibra de piña irradiada por seis días y se le adicionaron 50 mL de agua de la llave, esto con la intención de evaluar los posibles aportes de la fibra a la dureza total. Dicha solución se agitó durante 60 minutos, cada diez minutos se determinó la dureza, los resultados se muestran en la **Tabla 10**. Para determinar el aporte de dureza desde la fibra, se realizó la resta entre los valores obtenidos cada diez minutos menos el valor de la dureza del agua de la llave (38 ppm). Estos resultados revelan que efectivamente hay un aporte significativo de la fibra de CaCO₃ (promedio 73.3 ppm).

MUESTRA	TIEMPO	DT (PPM	
	(MIN)	CACO₃)	
0 (LLAVE)	0	38	
1	10	105	
2	20	102	
3	30	117	
4	40	119	
5	50	123	
6	60	102	
*M _{EDTA} =	0.01	*V _{muestra} (mI)=	50

Tabla 10. Determinación de la dureza para aguas tratadas con fibras irradiadas por 6 días.

Posteriormente para evaluar la eficiencia de remoción de la dureza con la fibra de piña irradiada y sin irradiar, se preparó una solución de $CaCO_3$ de 100 ppm, de esta solución se tomaron 50 mL y se adicionaron a un matraz que contenía 1 g de fibra sin tratar, de igual forma se realizó con fibra tratada. En la **Tablada 11** se muestran los resultados.

Los resultados indican que la fibra sin irradiar presenta mejor eficiencia para remover la dureza del agua (Ca⁺⁺ y Mg⁺⁺) que la fibra irradiada, lo que sugiere en principio la presencia de menos sitios activos en la fibra tratada (R-CO⁻, R-COO⁻) que pudieran retener los iones de Ca y Mg; sin embargo también hay que considerar que probablemente los cambios en la morfología descrita anteriormente pudiese haber incidido en la retención de dichos especies, dado que el proceso de adsorción se debe a interacciones químicas (quimisorción) y/o físicas (fisisorción). Este comportamiento fue similar al observado en un estudio realizado con fibra de caña (Ioannis, et al., 2017).

Muestra	Agitación (min)	DT inicial	DT final	DT removida
Estándar adicionado	0	100	100	0
Sin Tratamiento 1	30	173	128	45
Sin Tratamiento 2	60	173	122	51
Con Tratamiento 1	30	173	148	25
Con Tratamiento 2	60	173	140	33

Tablada 11. Remoción de dureza de agua enriquecida a 100 ppm.

*M_{EDTA}=0.01*Vmuestra(ml)=50

DT inicial: DT estándar de 100 ppm + DT aportada por la fibra (73 ppm) **DT final**: DT después de la exposición a la fibra **DT removida**: DT inicial menos DT final

12. DISCUSIÓN

La preparación de las muestras lignocelulósicas previo a su utilización en el proceso es un paso importante, debido a que este permite preservar adecuadamente dichas muestras por varias semanas sin que se descompongan o cambien su estado de preservación.

Basados en los experimentos realizados, se puede inferir que la radiación UV en las condiciones de exposición utilizadas produce cambios en la estructura de las fibras lignocelulósicas. El alcance de estos cambios depende de la estructura inicial de la fibra, así como los tiempos de exposición y tipo de fibra utilizada.

Los resultados obtenidos por FTIR mostraron las bandas características para fibras de celulosa correspondientes al movimiento de estiramiento O-H y C-H, bandas típicas asociadas con absorciones correspondientes a deformaciones asimétricas de C-H, deformaciones asimétricas de C-O-C, estiramiento asimétrico del anillo de glucosa, estiramiento de C-O y C-O-C del enlace β -glucosídico entre glucosas. Y también la banda asociada con absorciones de C=O de hemicelulosa (xilanos) lo que indica su presencia en todas las muestras en proporciones diferentes.

Las micrografías realizadas con FESEM mostraron cambios superficiales y morfológicos en la muestra. Las muestras irradiadas revelan cambios físicos en su morfología, que no estaban presente en las fibras no expuestas. La aparición de grietas, deformación y un relieve áspero. Esta característica puede incrementar sus propiedades adsorbentes debido a su porosidad interna e incrementando su superficie interna.

La piña con y sin exposición a la radiación muestra igualmente cambios en la apariencia inicial (amorfa) de las fibras respecto a las sometidas al tratamiento donde su apariencia es áspera y con un cierto grado de orden.

Para la fibra de nopal sin tratamiento, tiene un aspecto amorfo y poca porosidad. En contraste con la fibra irradiada donde su morfología cambia notablemente y su aspecto poroso se incrementa. Este aspecto áspero y de desfibrilación permite crear espacios que podrían llenarse con algún elemento afín, es decir la morfología de la fibra puede ayudar a tener una funcionalidad como adsorbente.

El análisis Elemental de las fibras con y sin tratamiento UV muestra un incremento en el porcentaje de contenido de Oxígeno para cada una de las fibras, pero principalmente para piña por lo que fue el argumento para utilizarlos como adsorbentes modificados en este estudio.

Una posibilidad durante la modificación de las fibras mediante UV es la generación de grupos funcionales o radicales (OH⁻, O₂⁻, RCOO⁻, H⁻) que puedan potenciar la capacidad adsorbente de dichos residuos. Esto

al actuar como ligandos con afinidad por metales por parte de los grupos funcionales generados (Wang & Chen, 2008).

El análisis termogravimétrico (TGA) mostró que la fibra de cáscara de piña tiene un contenido significativo de hemicelulosa, así como ausencia en las otras dos muestras (Hojas de piña y nopal).

Para la remoción del colorante índigo carmín, resulto complicado determinar las condiciones ideales para llevar acabo la adsorción. Debido al desprendimiento natural de color que aporta la fibra seleccionada (cáscara de piña) al generar una mezcla de colores. Entonces se utilizaron matrices equivalentes de cada muestra para eliminar las interferencias, así como reducir la cantidad de fibra utilizada de 1 g a 0.5 g logrando reproductividad únicamente con el colorante índigo carmín y no con otros contemplados inicialmente.

Para la remoción de Fe^{2+} ambos métodos mostraron remoción, pero con una eficiencia mayor donde se utilizó fibra con tratamiento UV durante seis días. Lo que implica una modificación en dicha fibra a causa de la irradiación lo que permite que los iones de Fe^{2+} sean adsorbidos en mayor cantidad. Este comportamiento puede ser debido al incremento del área interna de la fibra (fisisorción), una modificación interna donde la celulosa adquiera una carga negativa debido a la pérdida de un protón (H¹⁺) o generación de otros grupos funcionales como RCOO⁻ (quimisorción). Y que se puede ver con el incremento del % de oxígeno en el análisis químico elemental por FESEM.

En la determinación de dureza igualmente se utilizaron matrices equivalentes para cada muestra, y se calculó la remoción total del calcio de una la solución enriquecida restando el aporte natural de calcio a la solución. Se determinó que la fibra natural (sin tratamiento UV) tiene una capacidad de adsorción máxima más alta que la fibra modificada.

13. CONCLUSIONES

- La radiación UV en las condiciones de exposición utilizadas produce cambios en la estructura de las fibras expuestas.
- El alcance de estos cambios depende de la estructura inicial de la fibra, así como los tiempos de exposición y tipo de fibra utilizada.
- Las fibras irradiadas de Piña y Nopal exhiben un cambio notable en su morfología y su aspecto poroso se manifiesta. Este aspecto áspero y de desfibrilación permite crear espacios que pueden llenarse con algún elemento afín, es decir la morfología de la fibra puede ayudar a tener una funcionalidad como adsorbente.
- Al hacer un análisis elemental se observan resultados interesantes como el incremento del porcentaje de contenido de Oxígeno para cada una de las fibras, pero principalmente para piña, lo que hizo posible proponer una modificación en dicho candidato.
- La irregularidad superficial de las fibras naturales no permitió determinar la resistencia mecánica como método de caracterización, por lo que se optó por preparar un compósito para obtener probetas con superficies homogéneas y poder determinar sus patrones de resistencia a la tensión.
- La incorporación de las fibras naturales a una matriz polimérica permitió determinar su resistencia mecánica.
- Se ha encontrado que la fibra de piña natural tiene una capacidad de adsorción máxima más alta para la remoción de dureza que los adsorbentes modificados por la radiación.
- Existe una diferencia en los resultados de remoción para las fibras tratadas con irradiación UV lo que implica que hubo una modificación física de acuerdo con los análisis realizados, pero estructuralmente en este momento no es posible determinar que especies se formaron.

14. BIBLIOGRAFÍA Y FUENTES CONSULTADAS

Amany, M. E. y otros, 2017. Conducting cellulose/TiO2composites by in situ polymerization f pyrrole. *Carbohydrate Polymers,* Volumen 168, pp. 182 - 190.

Ashori, A., 2008. Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries!. *Bioresour. Technol,* Volumen 99, pp. 4661-4667.

Bellatin, L. y otros, 2014. Estudio de la biosorción de rojo ácido 18, azul básico 99 y amarillo básico 57 presentes en los tintes de cabellos con residuos de hojas de té verde. *Sociedad Química del Perú*, 1(80), p. 10.

Benedetto, R. M. D., Gelfuso, M. V. & Thomazini, D., 2015. Influence of UV Radiation on the Physicalchemical and Mechanical Properties of Banana Fiber. *Materials Research*, pp. 265-272.

Benini, K. W. H. C. M., 2011. Mechanical properties of HIPS/surgacane bagasse fiber composites after accelerated weathering, pp. 3246-3251.

Bussab WO and Morettin, P., 2002. *Estatística básica*. 5th ed ed. São Paulo: Saraiva.

Chen HL, P. R., 1994. Composite of polyethylene and kenaf, a natural cellulose fiber. *J Appl Polym Sci*, Volumen 54, p. 1781–1783.

Coutinho FMB, C. T. C. D., 1997. Polypropylene–wood fiber composites: effect of treatment and mixing conditions on mechanical properties. *J Appl Polym Sci*, 65(12), p. 27–35.

Di Benedetto, R. M., Gelfuso, M. V. & Thomazini, D., 2015. Influence of UV Radiation on the Physicalchemical and Mechanical Properties of Banana Fiber. *Materials Research*, 18(2), pp. 265-272.

Díaz, N. A. y otros, 2017. Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimetrica de biomoléculas. [En línea]

Available at: <u>https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf</u> [Último acceso: 03 09 2019].

Espasa Calpe, S. A., 1998. Nuevo Diccionario Enciclopédico Espasa. Barcelona: Espasa.

Fernández, C. S. j., 2012. *PATOLOGIASCONSTRUCCIÓN.NET*. [En línea] Available at: <u>https://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/la-microscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/</u>

[Último acceso: 22 Noviembre 2018].

Gao, H. X. Y. O. R. W. Q., 2012. Grafting effects of polypropylene/polyethylene blends with maleic anhydride on the properties of the resulting wood–plastic composites. Volumen 43, p. 150–157.

García Méndez, D. V. & Mergar Santiago, G. E., 2011. VALIDACIÓN DEL METODO ESPECTROFOTOMETRICO (3500-Fe D) DE LA FENANTROLINA PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA POTABLE.. En: SAN SALVADOR: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, pp. 23-24.

Guimarães JL, F. E. S. C. W. F. a. S. K., 2009. Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. *Industrial Crops and Products*, 30(3), pp. 407-415.

Heraeus,2018.ProcesosfotoquímicosconluzUV.[Enlínea]Availableat:

https://www.heraeus.com/es/hng/the_incredible_power_of_light/photochemical_processes.asp x [Último acceso: Noviembre 2018].

Horlo, M. & Imamura, R., 1962. Effect of Gamma Irradiation upon Cellulose. *Bulletin of the Institute for Chemical Research*, Volumen 41, pp. 17-18.

Huang, Z. W. N. Z. H. H. L. Y., 2012. Effect of mechanical activation pretreatment on the properties of sugarcane bagasse/poly(vinyl chloride) composites, Composites Part A. Volumen 43, pp. 114-120.

I. A. y otros, 2017. A review on waste-derived adsorbents from sugar industry for pollutant removal in

water and wastewater. Journal of Molecular Liquids, Agosto, Volumen 240, pp. 179-188.

Ishizaki , M. H. y otros, 2006. Caracterização mecânica e morfológica de compósitos de polipropileno e fibras de coco verde: influência do teor de fibra e das condições de mistura. *Polímeros: Ciência e Tecnologia,* Volumen 16, pp. 182-186.

Isogai, A., Saito, T. & Fukuzumi, H., 2011. TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. *Nanoscale*, Volumen 3, p. 71–85.

Jasso, C. F., 2009. *Fibras celulósicas como agentes de refuerzo para resinas poliéster entrecruzadas con estireno o acrilato de butilo*. Guadalajara: Departamento de Química CUCEI.

Joseph K, T. S. P. C., 1996. Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibrereinforced polyethylene composites.. *Polymer*, 37(51), p. 39–49.

Khalil HPSA, R. H. A. M. I. H., 2000. Acetylated plant-fiber reinforced polyester composites: a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polym Plast Tech Eng*, 39(7), p. 57–81.

Klein, E., 2000. Affinity membranes: A 10-year review. J. Membr Sci., Volumen 179, p. 1–27.

Kuruvilla J, V. S. K. G. T. S. P. L. K. P. e. a., 1996. Influence of interfacial adhesion on mechanical properties and fracture behaviour of short sisal fibre reinforced polymer composites. *European Polymer Journal*, 32(10), pp. 1243-1250.

La Mantia FP, M. M., 2007. Improving the properties of polypropylene–wood flour composites by utilization of maleated adhesion promoters. *Compos. Interf*, 14(6), p. 85–98.

La Mantia, F. M. M., 2011. Green composites. A brief review. Composites part A, Volumen 42, pp. 579-588.

Lamichhane, S., 2016. polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) removal by sorption: Areview. *Chemosphere*, Volumen 148, pp. 336-353.

Li X, T. L. a. P. S., 2007. Chemical treatments of fiber for use in natural fiber-reinforced composites. *a review. J. Polymers and the Environment*, 15(1), pp. 25-33.

Li X, T. L. P. S. C. W., 2009. The influence of fiber content on properties of injection molded flax fiberHDPE biocomposites. *Can Biosyst Eng*, 8(148), p. 1–10.

Lovely M, J. K. R. J., 2004. Isora fibres and their composites with natural rubber. *Prog Rubber Plastics Recycl Technol*, 20(33), p. 37–49.

Luna Vera, F., Melo Cortes, H. A., Viviana Murcia, C. & Charry Galvis, I., 2014. Modificación superficial de micro fibas de celulosa obtenidas a partir de bagazo de caña de azúcar usando silanización. pp. 106-114.

Luz, S. G. A. D. J., 2007. Mechanical behavior and microstructural analysis of sugarcane bagasse fibers reinforced polypropylene composites.

Ma, H., Burger, C., Hsiao, B. S. & Chu, B., 2012. Nanofibrous microfiltration membrane based on cellulose nanowhiskers. *Biomacromolecule*, Volumen 13, p. 180–186.

Manals-Cutiño, E. y. P.-M. M. y. G.-O. G., 2011. *Tecnología Química*. [En línea] Available at: <u>http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=445543773005</u> [Último acceso: 26 Noviembre 2018].

Martines Lopez, A., Martines Barrera, G. & Vigueras Santiago, E., 2018. *COMPOSITOS ELABORADOS CON RECINA DE RECICLO Y FIBRA DE DESECHO: PROPIEDADES MECÁNICAS Y EVALUACIÓN DE LA CONSTANTE DIELÉCTRICA*. Toluca; Estado de México: UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO.

Martínez Barrera, G. & Barrera Díaz, C. E., 2015. Waste Cellulose from Tetra Pak Packages as Reinforcement of Cement Concrete. *Advances in Materials Science and Engineering*, p. 6.

Masuelli, M. A., 2013. Introduction of FibreReinforced Polymers – Polymers and Composites: Concepts, Properties and Processes, Fiber Reinforced Polymers - The Technology Applied for Concrete Repair. [En

línea]

Available at: <u>http:// www.intechopen.com/books/fiber-reinforced- polymersthe-technology-applied-for-concrete-repair/introductionof-fibre-reinforced-polymers- polymers-and-compositesconcepts-properties-and-processes.</u>

Matusita K, K. T. a. Y. R., 1984. Kinetics of non-isothermal crystallization process and activation energy for crystal growth in amorphous materials. *Journal of Materials Science*, 19(1), pp. 291-296.

Medina, M. G., 2018. *Laboratorio de espectroscopía infrarrojo*. [En línea] Available at: <u>http://www.ciq.uaem.mx/wp-content/uploads/2018/08/Instructivo-IR-V2-20-08-18.pdf</u> [Último acceso: 21 Noviembre 2018].

Mello, R. B., Gelfuso, M. V. & Thomazini, D., 2015. Influence of UV Radiation on the Physica-chemical and Mechanical Properties of Banana Fiber. *Materials Research*, 18(2), pp. 265-272.

Mohanty, A. K., Drzal, L. T. & Misra, M., 2002. Novel hybrid coupling agent as an adhesion promoter in natural fiber reinforced powder polypropylene composites. *J.Mater Sci Lett*, 21(8), p. 1885.

Mukhopadhyay S, F. R. A. Y. a. S. U., 2008. Banana fibers – variability and fracture behaviour. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, Volumen 3, pp. 39-45.

Mulinari, D. V. J. C. M. d. S. M. L. S., 2009. Preparation and properties of HDPE/ sugarcane bagasse cellulose composites obtained for thermokinetic mixer. Volumen 75, pp. 317-321.

NMX-AA-029-SCFI-2001, 2001. DETERMINACIÓN DE FÓSFORO TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS, Mexíco: Secretaría de Economía.

NMX-AA-072-SCFI-2001, 2001. NMX-AA-072-SCFI-2001, México: Secretaría de Economía.

NMX-AA-072-SCFI, 2001. *ANÁLISIS DE AGUA-DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS,* MÉXICO: Secretaria de Economia.

Norimoto, A., 1977. Physical Properties of Gamma Irradiated Wood. *Wood Research*, Volumen 62, pp. 19-20.

Porter, G., 1983. Introduction to inorganic photochemistry. *Journal of Chemical Education*, 60(10), pp. 785-790.

Rabek, J., 1995. Polymer photodegradation. Mechanisms and experimental methods.

Rahman MM and Khan, M., 2007. Surface treatment of coir (Cocos nucifera) fibers and its influence on the fibers' physico-mechanical properties. *Composites Science and Technology*, 67(11-12), pp. 2369-2376.

Redondo, Manuel Jimenez, 1972. Adsorción. En: S. A. Editora Distribuidora Internacional Popular de Libros Escolares, ed. *Diccionarios rioduero Química*. México: Ediciones Rioduero, p. 27.

Rowell RM, H. J. a. R. J., 2000. Characterization and factors effecting fiber properties. *Natural polymers and agrofibers composites*, pp. 115-134.

Salama, A., Shukry, N. & El-Sakhawy, M., 2015. Carboxymethyl cellulose-G-poly(2-(dimethylamino) ethylmethacrylate) hydrogel as adsorbent for dye removal. *Int. J. Biol. Macromol*, Volumen 73, pp. 72-75.

Savastano, H. J. & Pimentel, L., 2000. Viabilidade do aproveitamento de resíduos de fibra vegetal para fins de obtenção de material de construção. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 4(1), pp. 103-110.

Simons JK, F. S. T. J. a. R. R., 1994. Synchrotron radiation (5-50 eV) induced degradation of fluorinated polymers. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 12(3), p. 681.

Skoog, D. A. F. y. C. S., 2008. Principio de Análisis Instrumental. 6 ed. México: CENGAGE Learning.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, J. F. & Crouch, S. R., 2005. Determinación de la dureza del agua. En: *Fundamentos de QUÍMICA ANALÍTICA*. Octava ed. México: Cengage Learning Editores, p. 489.

Stupenengo, F., 2011. Materiales y materias primas, Argentina: Ministerio de Educación de la República

de Argentina.

Suddell, B. C. & J., E. W., 2002. A survey into the application of natural fiber composites in the automotive *industry*. São Carlos. São Pedro, Proceedings of the International Symposium on Natural Polymers and Composites.

S. y otros, 2016. Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent. *Bioresource Technology*, Septiembre, Volumen 216, pp. 1066-1076.

Thakur, V. K. & Voicu, S. I., 2016. Recent advances in cellulose and chitosan based membranes for water purification: A concise review.. *Carbohydr. Polym.*, Volumen 146, pp. 148-165.

Trujillo Reyes, J., Peralta Videa, J. & Gardea Torresday, J., 2014. Supported and unsupported nanomaterials for water and soil remediation: Are they a useful solution for worldwide pollution?. *Journal of Hazardous Materials*, Volumen 280, pp. 487-503.

UniversitatPolitècnicadeValència,2017.upv.es.[Enlínea]Availableat:http://www.upv.es/entidades/SME/info/859071normalc.html[Último acceso: 26 Mayo 2019].

Vilay, V. M. M. M. T. R. a. T. M., 2008. Effect of fiber surface treatment and fiber loading on the properties of bagasse fiber-reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, Volumen 68, p. 631–638.

Voisin, H., Bergstrom, L., Liu, P. & Mathew, a. p., 2017. Natocellulose-Based Materials for Water Purification. *nanomaterials*, 7(3), p. 57.

Wang, J. & Chen, C., 2008. Biosorbents for heavy metals removal and their furure. *ELSEVIER*, Volumen 27, pp. 195-226.

Wells Carpenter, A., Lannoy, C. F. & wiesner, M. R., 2015. Cellulose Nanomaterials in Water Treatment Technologies. *Environ Sci Technol.*, 49(9), pp. 5277-5287.

Young, H. D. & Freedman, R. A., 2009. *Física Universitaria*. Decimosegunda ed. México: Pearson educación.

Zhang, Z. y otros, 2014. Ultralightweight and flexible silylated nanocellulose sponges for the selective removal of oil from water. *Chem. Mater*, Volumen 26, p. 2659–2668.