



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS

**Remoción de Plomo (II) de agua empleando pectina extraída
de cáscaras de naranja**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

LICENCIADO EN DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA

PRESENTA:

MARÍA XIMENA MARTÍNEZ GONZÁLEZ CASTELAZO

DIRECTOR DE TESIS:

DRA. CAROLINA GODOY ALCÁNTAR

Cuernavaca, Morelos

Mayo, 2024

**Copia de oficio dirigido al presidente del IICBA con votos
aprobatorios del jurado de tesis**

Agradecimientos

Académicos

A la Dra. Carolina Godoy Alcántar, por guiarme y brindarme su apoyo infinito en la presente tesis.

Personales

Cuando se trata de agradecer, las palabras me faltan por todas las bendiciones que tengo de sobra. Sin embargo, en tan poco espacio, espero encontrar las palabras adecuadas para hacerles sentir mi infinito agradecimiento.

Primero que nada, en conjunto, a mis padres, porque me guiaron, moldearon, trazaron y diseñaron, convirtiéndome en una persona única y ellos en unos artistas inigualables. Fueron la luz de mi camino, sin ellos no estaría donde estoy.

A mis abuelos, porque mi logro es el de ellos. Gracias por siempre darme ánimos.

A mi hermana Daniela, a quien admiro. Eres increíble.

A mi hermano Luis, quien siempre me saca una sonrisa al llegar a casa. Te amo.

A mis compañeros de Universidad, por hacerme disfrutar mi juventud y al mismo tiempo motivarme a seguir adelante. Específicamente a los de mi área (Melina, Manu, Yareth y Dani).

A Daniela Rojas, porque a pesar de las altas y bajas, siempre me sostuvo la mano. Tus bromas, tus aportaciones y tus comentarios hicieron todo más liviano. Gracias.

A la Dra. Nadia Rodríguez, por sus acertadas recomendaciones y paciencia.

A los del laboratorio 223 por su apoyo y por siempre sacarme una sonrisa.

A Ana María Caamaño, mi mejor amiga de la infancia, porque a pesar de la distancia siempre he sentido su constante apoyo. Me encanta ser mujeres de ciencia juntas.

A mi perrita Múnich, por desvelarse conmigo en esas noches largas donde escribí mi tesis.

A mi misma, solo yo comprendo que fue vivir este viaje académico y sé lo difícil que fue. Me agradezco por no rendirme y por creer en mí misma.

Y por último a Dios, por darle vida a todos los previamente mencionados. Gracias **por todo**.

La presente tesis se realizó en el Centro de Investigaciones Químicas, Laboratorio 223 de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos bajo la dirección de la Doctora Carolina Godoy Alcántar.

Resumen

Actualmente la problemática del plomo en las aguas residuales ha ido incrementando con los años y se ha vuelto un peligro a la salud humana y a los ecosistemas. En México, a una gran parte de las aguas residuales no se les da un tratamiento adecuado previa a su utilización en el riego agrícola, poniendo en riesgo a la población mexicana.

En este sentido la pectina se presenta como un biosorbente prometedor capaz de remover plomo a través de su estructura en forma de caja de huevo, donde atrapa al catión mediante interacciones electrostáticas de los carboxilatos presentes en su cadena, formando un gel gracias a las propiedades únicas de la pectina.

El grado de esterificación es un parámetro para definir la cantidad de ésteres en su estructura, por lo que un grado bajo significa mayor cantidad de ácidos carboxílicos disponibles en el biopolímero para una mejor adsorción.

Con el objetivo de determinar la eficiencia de remoción de plomo, se extrajo pectina a partir de una hidrólisis en condiciones ácidas y posteriormente se sometió a un proceso de desesterificación, el cual a través de una saponificación de 48 horas el grado de esterificación de la pectina disminuyó significativamente.

La pectina se caracterizó principalmente de forma cualitativa y cuantitativa a través de espectroscopía infrarroja para corroborar tanto su obtención como su grado de esterificación.

Igualmente se hicieron pruebas de hidrólisis únicamente con la presencia del metal, no obstante no dieron resultados positivos

Para la adsorción, se hicieron diferentes pruebas siguiendo distintas metodologías de cuantificación; sin embargo, se optó por usar una titulación complejométrica en retroceso, pues presentaba porcentajes de error bajos.

Una vez obtenida la pectina en las condiciones listas para la adsorción, se puso a interactuar con el ion metálico variando el tiempo de interacción y las concentraciones de $Pb(NO_3)_2$ (0.1 M, 0.05 M, 0.025 M), obteniéndose una mayor adsorción para la concentración de plomo de 0.1 M y un tiempo de interacción de 1 hora, con un porcentaje de adsorción del 87.5%.

Por otro lado se hicieron isoterms y cinéticas de adsorción donde los resultados indicaron que la interacción pectina-plomo se ajusta al modelo de Langmuir indicando que hay una adsorción de monocapa y al modelo de pseudo segundo orden, señalando que es a través de una quimisorción.

Índice

1. Introducción	10
2. Antecedentes	11
2.1. Métodos convencionales	11
2.2. Adsorción	13
2.3. Biosorción	13
2.4. Pectina	14
2.4.1. Estructura de la pectina	15
2.4.1.1. Clasificación de la pectina	15
2.5. Mecanismo de adsorción	16
3. Justificación	20
4. Objetivos	21
5. Metodología	22
5.1. Reactivos e instrumentación	22
5.2. Obtención pectina	22
5.2.1. Obtención de la materia prima	22
5.2.2. Pretratamiento	23
5.2.3. Extracción	23
5.2.4. Precipitación	23
5.3. Desesterificación de la pectina	25
5.4. Caracterización de la pectina	27
5.4.1. Rendimiento de la materia prima	27
5.4.2. Rendimiento de pectina	27
5.4.3. Espectroscopía infrarroja	27
5.4.3.1. Análisis cualitativo IR	27
5.4.3.2. Análisis cuantitativo IR	28
5.4.4. Titulaciones	29
5.5. Adsorción del plomo con la pectina	31
5.6. Hidrólisis de la pectina con el metal	32
5.7. Pruebas de metodologías de cuantificación	33
5.7.1. Prueba método por análisis gravimétrico	33
5.7.1.1. Metodología prueba análisis gravimétrico	34
5.7.2. Prueba método por titulación complejométrica en retroceso	35
5.7.2.1. Titulación complejométrica	35
5.7.2.1.1. Titulación complejométrica en retroceso	37
5.7.2.1.1.1. Metodología prueba titulación complejométrica en retroceso	38
5.7.3. Prueba método por titulación directa	39
5.7.3.1. Metodología prueba por titulación directa	40
5.8. Metodología de cuantificación para la adsorción de plomo	40

5.9. Metodología isothermas	41
5.9.1. Modelos isothermas	41
5.9.2. Interacción pectina-plomo	44
5.10. Metodología cinéticas	45
5.10.1. Cinética	45
5.10.2. Modelos cinéticos	45
5.10.2.1. Pseudo primer orden	45
5.10.2.2. Pseudo segundo orden	46
5.10.3. Interacción plomo-pectina	47
5.10.3.1. Series cinéticas	47
6. Resultados y Discusión	48
6.1. Caracterización de la pectina	48
6.1.1. Rendimiento de la materia prima (cáscaras de naranja)	48
6.1.2. Rendimiento de pectina	48
6.1.3. Análisis cualitativo IR	50
6.1.3.1. Corroboración pectina	50
6.1.3.2. Determinación DE previo a la desesterificación	51
6.1.3.3. Diferencia de alcohol	51
6.1.3.4. Determinación DE después de la desesterificación	52
6.1.4. Análisis cuantitativo	52
6.1.4.1. Titulaciones	52
6.1.4.2. Análisis cuantitativo IR	54
6.1.4.2.1. Determinación DE previo a la desesterificación	54
6.1.4.2.2. Determinación DE después de la desesterificación	55
6.1.5. Hidrólisis pectina con el metal	56
6.1.5.1. Hidrólisis 1 hora vs. 48 horas	56
6.2. Pruebas metodológicas cuantificación	57
6.2.1. Prueba método análisis gravimétrico	57
6.2.2. Prueba método titulación complejométrica en retroceso	57
6.2.3. Prueba método titulación directa	58
6.3. Adsorción del plomo con la pectina	59
6.3.1. Análisis cualitativo IR - Adsorción	59
6.3.1.1. Adsorción por tiempos	59
6.3.1.2. Adsorción Pb diferentes concentraciones, mismo tiempo de interacción	60
6.3.2. Cuantificación adsorción de plomo	60
6.4. Isothermas	61
6.4.1. Interacción pectina-plomo	61
6.4.2. Modelos de Langmuir y Freundlich	62
6.5. Cinéticas	64
6.5.1. Modelos cinéticos	65

7. Conclusiones	68
8. Perspectivas	72
9. Apéndice	74
9.1. Isotermas	74
9.1.1. Cálculos estequiométricos	74
9.1.2. Análisis para las ecuaciones de Langmuir y Freundlich	74
9.2. Cinéticas	75
9.2.1. Cálculos estequiométricos	75
9.2.2. Análisis para la determinación del orden de la cinética de adsorción de plomo	76
10. Bibliografía	79

1. Introducción

En la presente investigación se propone el uso de la pectina, un biopolímero constituyente de las cáscaras de naranja para la remoción de contaminantes en aguas residuales como es el plomo. Este biopolímero con capacidad de formar geles, puede atrapar iones divalentes a través de grupos carboxilatos en su estructura, formando estructuras únicas llamadas "cajas de huevo" al momento de encapsularlos.

La presencia de metales pesados como el plomo en las aguas residuales ha ido en incremento en los últimos años, provocando daños a los ecosistemas y a la salud pública.

Este problema se ha minimizado o no se ha tomado con la seriedad necesaria, pues al día de hoy, en México, un gran porcentaje de aguas residuales sin tratamiento previo son vertidas a las cosechas, provocando que estos metales pesados y otros contaminantes poco a poco lleguen a nosotros, causando daños irreparables al cuerpo humano.

En Cuernavaca, Morelos casi al 100% de las aguas residuales no se les da el tratamiento adecuado, contaminando vida silvestre y a su población, pues estas son vertidas a las barrancas de este municipio.

Conscientes de la grave situación que se vive y de la diversa capacidad adquisitiva por parte de empresas y países, se deben empezar a implementar métodos de remoción de metales pesados de aguas residuales que sean costeables y amigables con el ambiente.

La pectina, al poder ser obtenida de cáscaras de fruta, es un método que encaja perfectamente con tales descripciones.

En este trabajo se extrae la pectina de cáscaras de naranja y se lleva a un grado de desesterificación apropiado para su empleo en la extracción de plomo disuelto en agua a nivel laboratorio. Se caracteriza la pectina en las diferentes etapas por infrarrojo y se deja a interactuar con el metal para la formación de un gel que posteriormente se filtra.

A la solución residual del filtrado se le cuantifica el plomo no adsorbido por la pectina a través de titulación complejométrica en retroceso empleando EDTA y $ZnSO_4$

2. Antecedentes

El agua es un recurso indispensable para el ser humano, no obstante, su contaminación ha incrementado de manera drástica en los últimos años.

El rápido desarrollo de las industrias y otras actividades antrópicas han provocado que actualmente uno de los mayores problemas a nivel mundial sea la contaminación de las aguas residuales por metales pesados debido a la toxicidad que conllevan estos elementos aun en concentraciones bajas, por su tendencia a acumularse en los organismos vivos, por la manera en la que se someten a la cadena alimenticia y porque no son degradables.

El plomo es uno de los metales pesados más comunes que se utiliza ampliamente en actividades industriales como el revestimiento de metales, la refinación de petróleo, la fabricación de baterías, la fundición, la minería y la pintura.¹ Debido a sus diversas aplicaciones y su frecuente manipulación, la contaminación por este metal es de gran impacto.

Se sabe que el plomo puede estar asociado con la disminución de la inteligencia en los niños, dificultades de comportamiento y problemas de aprendizaje, y, a medida que aumenta la concentración, se puede llegar a la muerte o daño permanente al sistema nervioso y los riñones.² Por eso mismo, para salvaguardar la calidad ambiental y mantener la salud humana, es necesaria la implementación de tratamientos que remuevan el plomo de las aguas residuales.

2.1. Métodos convencionales

Se han desarrollado múltiples métodos para eliminar los metales pesados del agua. Los tratamientos convencionales (ej. precipitación química, intercambio iónico, eliminación electroquímica, etc.) muestran muchas desventajas, incluida la eliminación incompleta, los requisitos de alta energía, la producción de lodos tóxicos, entre otras.³ Se han encontrado dificultades adicionales como altos requerimientos técnicos y de capital para la instalación, operación y mantenimiento, que puede resultar en una aplicación inadecuada de estas tecnologías, particularmente en países en desarrollo (Ver tabla 1). Por lo tanto, existe la necesidad de desarrollar soluciones eficaces y respetuosas con el ambiente.

Tabla 1. Desventajas presentes en los métodos convencionales de tratamiento de aguas residuales.³

Método convencional	Desventajas
Precipitación química	<ul style="list-style-type: none"> ● Produce una gran cantidad de lodos que contienen compuestos tóxicos que requieren un tratamiento adicional ● Requiere una gran cantidad de productos químicos para reducir los metales a un nivel aceptable ● Precipitaciones lentas ● Impactos ambientales a largo plazo
Coagulación	<ul style="list-style-type: none"> ● Eliminación incompleta de los metales pesados ● Producción de lodos ● Altos costos operativos
Tecnologías de membrana	<ul style="list-style-type: none"> ● Procesos complejos ● Costos altos ● La membrana se ensucia
Intercambio iónico	<ul style="list-style-type: none"> ● No selectivo ● Solo apto para bajas concentración de metales ● Costos operativos altos
Tecnologías electroquímicas	<ul style="list-style-type: none"> ● Grandes inversiones de capital ● Suministro de electricidad costoso ● Ineficaz cuando las concentraciones de los iones metálicos son bajas

Nota. Adaptado de "Heavy metal water pollution: A fresh look about hazards, novel and conventional remediation methods" de C. Zamora-Ledezma y V. Guerrero, 2021, Environmental Technology & Innovation, 22, 101504, (<https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101504>).

En la tabla 1 se puede observar como las desventajas incluídas en los métodos convencionales para el tratamiento de aguas impulsa el surgimiento de la implementación de métodos novedosos y verdes de remoción de metales

2.2. Adsorción

Se presume que la adsorción es eficiente y un método costo-efectivo en comparación con otras tecnologías de tratamiento de aguas residuales para la eliminación de metales pesados.⁴

La adsorción se define como el fenómeno que se presenta cuando una sustancia, en estado líquido o gaseoso, a la que se llama “adsorbato”, se adhiere a la pared de un sólido, llamado “adsorbente”.⁵

Ésta es una técnica que resalta entre muchas, pues es amigable con el ambiente y no genera contaminantes secundarios, por lo que ya ha sido empleada para la eliminación de iones metálicos. Los adsorbentes convencionales y comerciales están principalmente constituidos por carbono activado, alúmina activada y zeolitas.⁴ Por ejemplo Kavand *et al.* (2014) estudiaron la eliminación por adsorción de Pb^{2+} , Cd^{2+} y Ni^{2+} de una solución acuosa usando carbón activado granulado. La remoción fue en el orden $Pb^{2+} > Cd^{2+} > Ni^{2+}$ a un pH óptimo de 2.⁶ Igualmente Kongsuwan *et al.* (2009) usaron corteza de eucalipto para la preparación de carbón activado en la adsorción de Cu^{2+} y Pb^{2+} de aguas residuales de baja concentración. La capacidad de adsorción de Cu^{2+} y Pb^{2+} fue máxima a 0.45 y 0.53 mmol/g, respectivamente.⁷ Por otra parte, Kobayashi *et al.* (2020) estudiaron la eliminación de Hg^{2+} y Pb^{2+} de soluciones acuosas utilizando zeolitas. La cantidad máxima de Hg^{2+} y Pb^{2+} adsorbida fue de 22.4 mg/g y 30.7 mg/g respectivamente a un pH óptimo de 5.⁸

Sin embargo, los altos costos de estos materiales limitan su aplicación o son incosteables en un tratamiento para países de escasos recursos⁹ y para empresas pequeñas y/o medianas.

2.3. Biosorción

Cuando la adsorción se desarrolla empleando materiales de origen biológico, se denomina biosorción.¹⁰

Los métodos de adsorción mediante el uso de biopolímeros han cobrado gran interés debido a su nula toxicidad, su eficiencia, su cómoda manipulación, sus bajos costos y su gran disponibilidad, ya que una fuente para obtener estos mismos es a través de los desechos provenientes de la

industria alimentaria y/o agrícola, como lo serían las cáscaras de fruta y plantas.

México es un país con gran biodiversidad de frutas y vegetales lo que ocasiona que se genere gran cantidad de residuos de estos mismos por parte de las industrias anualmente. Un ejemplo es el caso de los cítricos, especialmente la naranja, ya que a nivel mundial, es el cítrico que más se produce y comercializa, y a nivel nacional, de acuerdo con el Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática (INEGI), es el cítrico que más se consume con un promedio de 34 kilos por persona al año. De hecho, México ocupa el quinto lugar en el mundo en producción de cítricos.¹¹

Teniendo conocimiento de ello, las cantidades de residuos obtenidos son muy significativas, afectando con esto al ambiente, ya que gran parte de estos residuos agroindustriales se disponen sobre el suelo sin ningún tratamiento previo, permaneciendo a la intemperie, propiciando su descomposición con la subsecuente obtención de agentes infecciosos, llegando a ser dañinos tanto para el ambiente como para la sociedad.¹²

Considerando la enorme cantidad de residuos, darles un uso a estos constituye una alternativa novedosa para los métodos convencionales de adsorción. Siendo los residuos orgánicos una fuente de obtención de biosorbentes, como la pectina, que se encuentra en las cáscaras de frutas.

2.4. Pectina

La pectina es un biopolímero que se encuentra en los tejidos vegetales sobre todo en los tejidos blandos como en las frutas, por ende se puede encontrar en diversas cáscaras de frutos siendo actualmente la naranja la principal fuente de obtención para la industria, con un 85.5% debido a sus altos rendimientos de pectina.¹³

La pectina se caracteriza por ser un excelente gelificante por lo que tiene diversos usos como en la industria alimenticia y farmacéutica. Esto se debe a que la pectina se clasifica como un hidrocoloide capaz de formar redes tridimensionales que retienen el agua y así, generar geles.¹³

2.4.1. Estructura de la pectina

Químicamente este biopolímero es un polisacárido aniónico que está constituido por unidades de ácido galacturónico a través de uniones α -1,4 e inserciones de azúcares neutros (ramnosa, xilosa, piosa, fucosa y otros). Debido a la complejidad de su estructura el peso molecular de la pectina está comprendido entre 50.000 y 180.000 daltons,¹⁴ de los cuales cada anillo de la cadena posee un grupo carboxilo (-COOH), que puede estar libre o formando enlaces metil-éster (esterificado) (-COOCH₃).

2.4.1.1. Clasificación de la pectina

La pectina se clasifica principalmente en dos grupos según el grado de esterificación (DE), donde la pectina de alto grado de esterificación/metoxilación tiene más del 50% de ácidos esterificados en su estructura (Figura 1) mientras aquella de bajo grado tiene menos del 50% de ésteres (Figura 2).

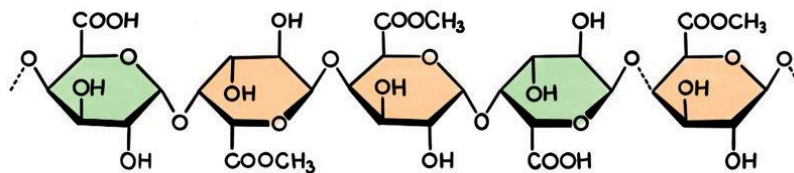


Figura 1. Pectina de alto grado de esterificación.¹⁵

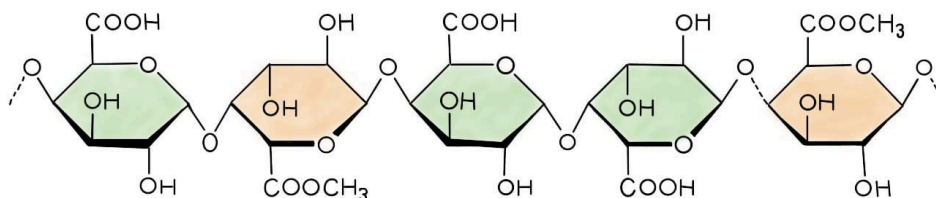


Figura 2. Pectina de bajo grado de esterificación.¹⁵

Las propiedades gelificantes de la pectina dependen del grado de esterificación de ésta misma.

Pectinas de alto grado tienden a formar geles a pH bajos, a través de puentes de hidrógeno e interacciones hidrofóbicas, todo esto con la ayuda de azúcares.

Por otra parte, las pectinas de bajo grado forman geles en presencia de iones divalentes ya que estos ayudan a unir las cadenas poliméricas formando redes.

Teniendo en cuenta todo lo previamente mencionado, la pectina es un biopolímero que presenta características únicas que le permiten funcionar como un bioadsorbente de iones divalentes de metales atrapándolos al momento de gelificar. De hecho, ya se ha demostrado esta propiedad de la pectina, por ejemplo Celus *et al.* (2017) demostraron la adsorción del Fe^{2+} a partir de pectina proveniente de cítricos con una capacidad de adsorción de 0.191–0.523 mol/mol.¹⁶ Igualmente Schiewer y Patil investigaron sobre la eliminación de cadmio por la pectina de cítricos, manzanas y uvas, descubriendo que la cáscara de los cítricos podría ser el biosorbente más prometedor¹⁷ ya que, es reconocida por su bajo costo, ausencia de toxicidad y abundante disponibilidad, junto con su fácil manipulación. Estas cualidades permiten su aplicación eficiente en la remoción de contaminantes.

Dicho lo anterior, el tratamiento con este biopolímero se podría considerar una alternativa viable para el tratamiento de aguas residuales y su eliminación de metales pesados, pues gracias a su disponibilidad, propiedades biodegradables, no toxicidad y efectividad, se convierte en un método verde y competente.

2.5. Mecanismo de adsorción

La interacción entre el metal pesado y las moléculas de pectina de bajo grado de esterificación se define por un mecanismo con uniones específicas y definidas, el cual es nombrado caja de huevo, propuesto por Grant *et al.* (1973).¹⁸ Figuras 3 y 4.

Esta estructura es formada por los ácidos carboxílicos libres que están en la pectina y el catión divalente a través de interacciones electrostáticas.

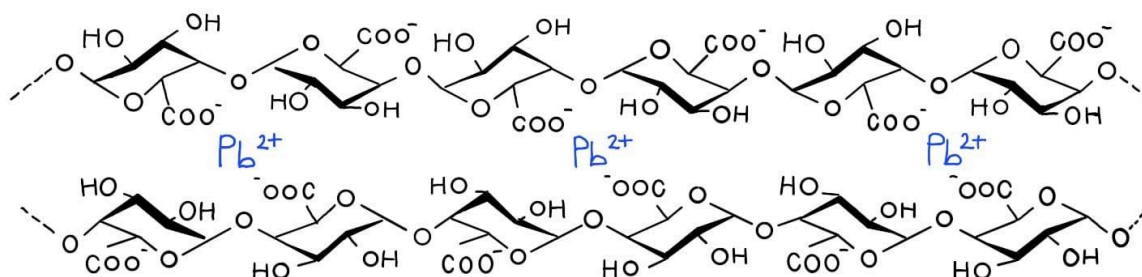


Figura 3. Arreglo de la pectina atrapando iones de plomo en sus cavidades.¹⁹

Nota. Adaptado de "Structure-Related Gelling of Pectins and Linking with Other Natural Compounds: A Review" de Gawkowska, D. et al, 2018, *polymers*, 10(7), (10.3390/polym10070762).

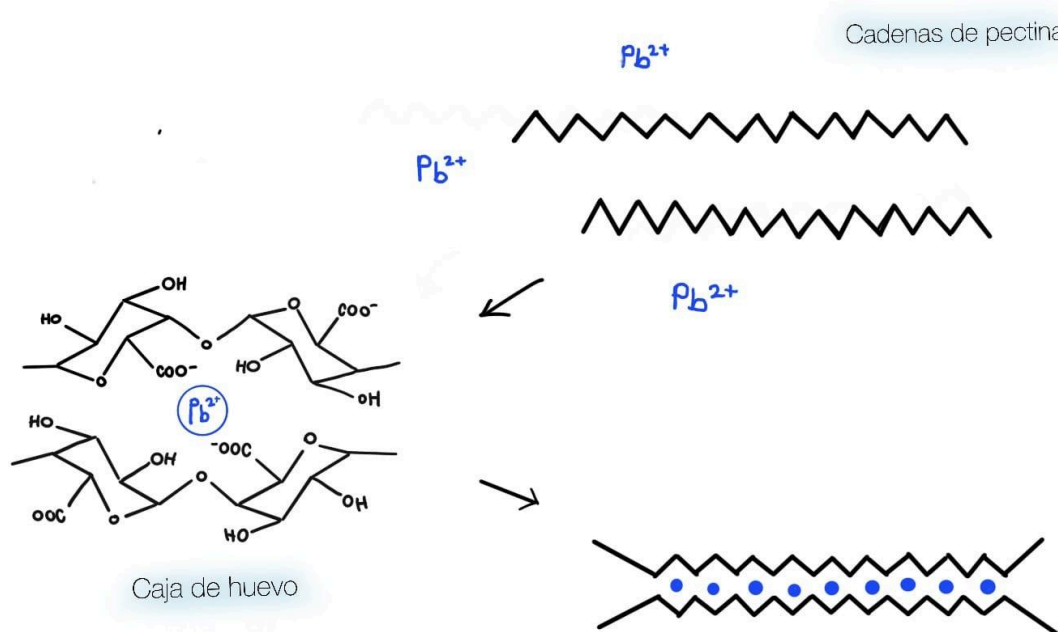


Figura 4. Unión de las cadenas de pectina a través de la formación de la caja de huevo.²⁰

Nota. Adaptado de "Pectin: The Miracle Molecule" de Sundeen, K. 2009, Thesis in Chemistry Education.

Las pectinas de bajo grado de esterificación pueden formar tres posibles tipos de zonas de unión: interacciones hidrofóbicas entre los grupos esterificados todavía existentes, interacciones entre grupos hidroxilo a través de enlaces de hidrógeno, así como interacciones electrostáticas entre los ácidos libres y el metal.²¹

Todas estas interacciones son posibles debido a que al estar los grupos carboxilos unidos al catión divalente, las repulsiones electrostáticas disminuyen permitiendo que se formen otro tipo de interacciones que

eventualmente le darán más resistencia al gel, ya que, de manera general, el metal será atrapado gracias a la formación de este a través del modelo de caja de huevo.

Esta adsorción por parte de la pectina hacia metales ya ha sido previamente investigada, por ejemplo, la capacidad de unión de Ca^{2+} y Zn^{2+} , por pectinas de bajo grado de esterificación, fue investigada por diálisis de equilibrio en medios ácidos y neutros por Debon y Tester (2001). En soluciones ácidas fuertes (a $\text{pH} = 1$), estos iones no se unieron a la pectina debido a la presencia de los grupos carboxilo protonados que impidieron interacciones electrostáticas.²² Otro ejemplo es la investigación por parte de Ma *et al.* 2016 en el cual corroboraron la adsorción de Hg^{2+} por parte de pectina extraída de remolacha, la cual tuvo una capacidad de adsorción de 23.6 mg/g.²³

De manera similar, Huynh *et al.* 2016 investigaron las interacciones entre Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} y Zn^{2+} y la pectina, de las cuales se estudiaron mediante mediciones de viscosidad y turbidez, calorimetría de titulación isotérmica y simulaciones de dinámica molecular. Como resultado encontraron que el modo de unión de Ba^{2+} y Ca^{2+} a los iones carboxilato fue bidentado (dos átomos de oxígeno del ion carboxilato están involucrados en este proceso).²⁴ Figura 5.

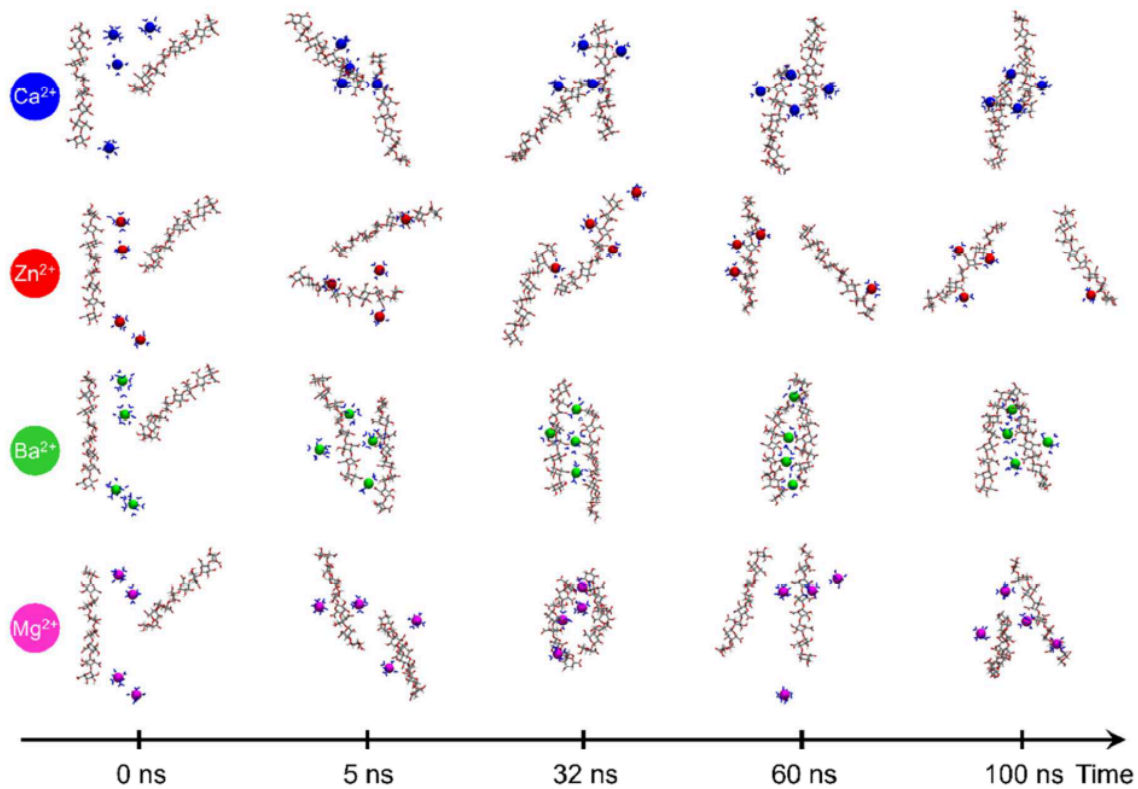


Figura 5. Imágenes de simulaciones de dos cadenas de poliGal en presencia de varios cationes divalentes en diferentes momentos. Al inicio, las cadenas están separadas y no hay contacto con los cationes.²⁴

Teniendo en cuenta todo esto, se puede asumir que la adsorción de metales pesados, específicamente de plomo, se puede lograr utilizando una pectina de bajo grado de esterificación.

3. Justificación

Uno de los contaminantes más peligrosos debido a su toxicidad en los seres vivos, es el plomo, un metal pesado que se ha encontrado frecuentemente en aguas residuales debido a las actividades antropogénicas.

Para el plomo el límite máximo dependerá de la fuente de agua específica, por ejemplo: agua de ríos para uso agrícola tiene un límite máximo de 0.5 ppm, para uso público urbano y para la protección de vida acuática tiene un límite máximo de 0.2 ppm. Estos valores corresponden a los promedios máximos permisibles mensuales establecidos por la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021. Es imperativo mantener un estricto control sobre estos parámetros y evitar cualquier exceso, ya que ello conlleva a un daño no solo al ecosistema o área natural en cuestión, sino también a toda la sociedad en su conjunto.

Los métodos convencionales actuales para limpiar estas aguas tienen desventajas, como la generación de contaminantes secundarios y altos costos, lo que los hace inviables tanto ambiental como económicamente para empresas pequeñas, medianas o países con recursos limitados.

Un tratamiento accesible es el uso de biopolímeros como la pectina, la cual se encuentra en altos porcentajes en la cáscara de la naranja. Estas son un desecho común de ciertas industrias, por lo que convierte a la pectina en una opción costo-efectiva y amigable con el ambiente

Este proyecto se distingue del resto por abordar la extracción de la pectina desde las etapas iniciales del proceso, por la optimización de esta misma, por la evaluación de métodos de cuantificación convencionales de la remoción del plomo y por incorporar modelos de isothermas de adsorción.

Esto brinda una perspectiva completa y contribuye significativamente al campo de investigación sobre la aplicación de pectina en la remoción de plomo.

4. Objetivos

Objetivo general

Obtener un material de fuentes naturales económico y de fácil utilización capaz de remover efectivamente iones divalentes de plomo del agua.

Objetivos específicos

1. Obtener y caracterizar un material particulado de pectina de una fuente natural.
2. Evaluar y optimizar la capacidad del material obtenido para quelatar los iones divalentes de plomo en condiciones de laboratorio.
3. Determinar si la adsorción del plomo por la pectina es de monocapa o multicapa a través del análisis de isotermas de adsorción.
4. Determinar el orden de la cinética de adsorción del plomo.
5. Caracterizar el pectinato de plomo por espectroscopía de infrarrojo

5. Metodología

5.1. Reactivos e instrumentación

Reactivos: NaOH marca Sigma Aldrich, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ marca Productos Monterrey, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) marca Chemical, ZnSO_4 marca Meyer, HCl marca High Purity, isopropanol High Purity, etanol marca High Purity,

Equipos: Horno convencional marca Felisa, potenciómetro marca Thermo Scientific, balanza analítica marca ohaus, destilador de agua marca Thermo Scientific, desionizador de agua marca Nanopure.

5.2. Obtención pectina

Para esta investigación se optimizó la metodología propuesta por Valencia Arias, D. H. (2019).²⁵

Las modificaciones que se hicieron fueron las siguientes:

- La relación alcohol: pectina en la precipitación
- Tiempos de centrifugación
- Concentración modificada de HCl
- Los materiales empleados para las filtraciones

5.2.1. Obtención de la materia prima

La pectina se puede obtener de cáscaras de naranja, por lo que se recolectaron aproximadamente 2100 g de éstas en puestos ambulantes fuera de la UAEM el 6 de febrero del 2022.

Una vez adquiridas, se puede iniciar con el proceso de obtención de pectina, que se puede dividir en 3 pasos

1. Pretratamiento
2. Extracción
3. Precipitación

5.2.2. Pretratamiento

Las cáscaras recolectadas se limpiaron, se les quitó el bagazo y se cortaron en pedazos pequeños.

Posteriormente se realizó una inactivación enzimática, a través del calentamiento de lotes de muestra de 300 g/L litro de agua destilada a 95 °C durante 15 minutos. Se filtraron las cáscaras y se lavaron con abundante agua.

Después de esta inactivación, se secaron en un horno convencional a 60 °C hasta obtener un peso constante y se trituraron con en una licuadora hasta obtener un polvo uniforme.

5.2.3. Extracción

Una vez pretratadas las cáscaras de naranja, se puede iniciar con su extracción a partir de una hidrólisis ácida.

Para ello, a 500 mL de agua destilada, se le ajustó el pH a 3 utilizando un potenciómetro y alícuotas de ácido clorhídrico 2 M. Una vez alcanzado ese pH, se le adicionaron 20 g de cáscaras de naranja previamente pretratadas y pulverizadas, para así, calentar la solución ácida a 92 °C con agitación magnética constante durante 90 min.

Una vez pasados los 90 min se filtró usando diversos métodos (colador, venda y papel filtro de poro grueso), desechando los residuos de cáscaras y recuperando la solución. Se dejó enfriar y se centrifugó a diferentes revoluciones por minuto (rpm), por ejemplo 13500 rpm, hasta que fuera visible el sedimento formado.

5.2.4. Precipitación

Al sobrenadante total se le añadió alcohol en una proporción 1:1 ½ (sobrenadante:alcohol). En esta sección se hicieron pruebas cambiando el tipo de alcohol (isopropanol y etanol) entre lotes para poder analizar si hay algún efecto en el grado de esterificación.

Una vez añadido el alcohol, se puso en un baño de hielo para propiciar todavía más la precipitación y se sometió a agitación constante por al menos 15 minutos.

El gel precipitado, se filtró con papel filtro de poro grueso y se lavó con etanol 80% v/v hasta remover casi completamente el color naranja/amarillo y obtener un gel más transparente.

La pectina se secó en un horno convencional a 50 °C hasta obtener visiblemente un gel completamente deshidratado. Posteriormente se trituró hasta obtener un polvo homogéneo y se almacenó. Figura 6

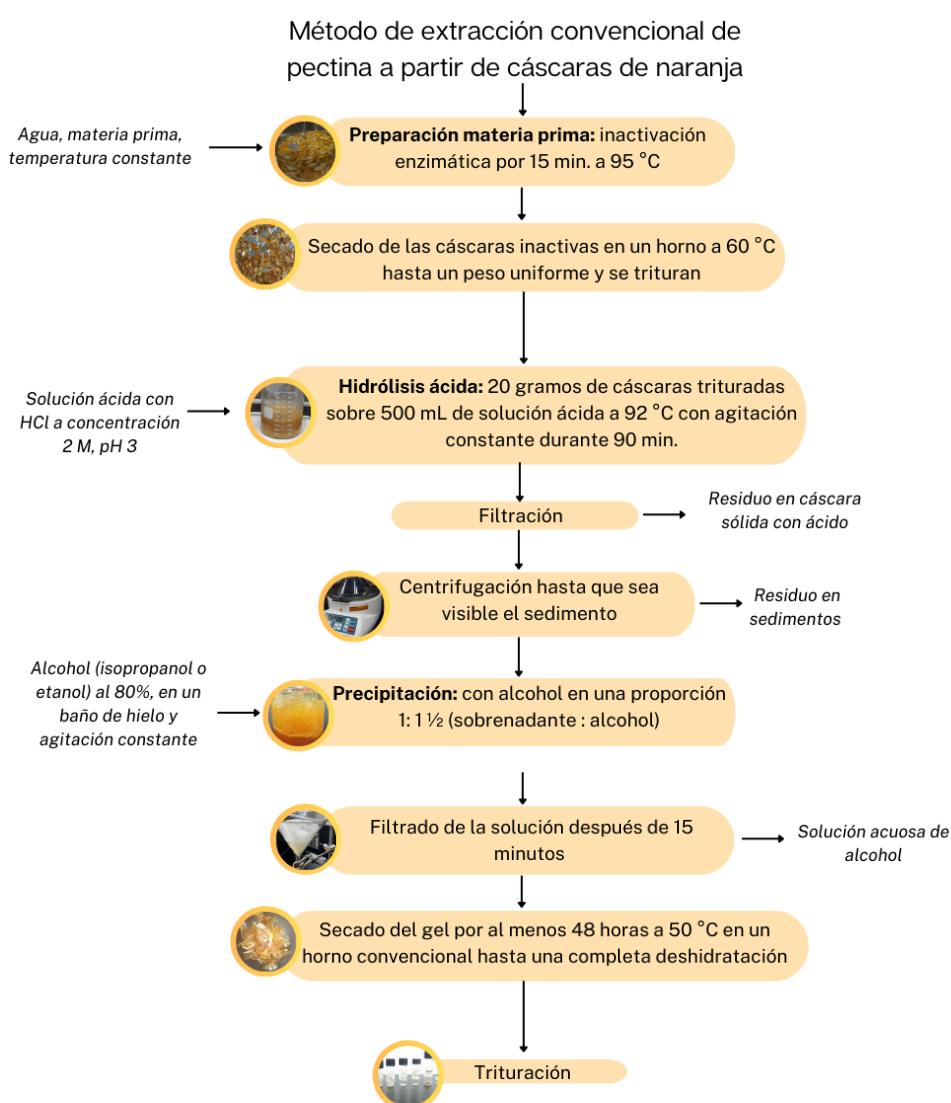


Figura 6. Metodología de extracción de la pectina a partir del método convencional.

Una vez obtenida la pectina, se repitió este procedimiento para un total de 8 lotes.

5.3. Desesterificación de la pectina

La pectina ya triturada se sometió a un proceso de desesterificación, en el cual el propósito es obtener una pectina con menos del 50% de ésteres en su estructura.

La metodología empleada en esta investigación es la descrita por Limberg, G. (2000)²⁶, con ligeras modificaciones como lo serían:

- Los valores de pH
- El tiempo de la desesterificación

En este procedimiento la pectina obtenida previamente se disolvió en agua destilada, con una relación 1:100 (gramos de pectina, mL de agua destilada), con agitación constante y si se requería, se le aumentaba ligeramente la temperatura (25-35 °C) para facilitar su disolución.

Una vez disuelta, la solución péctica se puso en un baño de hielo hasta alcanzar la temperatura de 4 °C. Posteriormente, con la ayuda de un potenciómetro y con NaOH 10 M, se le ajustó el pH a 13.

La solución se mantuvo a ese pH durante 48 horas. Posteriormente con HCl 2 M, se ajustó el pH a 3 y se precipitó con una relación 1: 1 ½ solución péctica-isopropanol. Luego se filtró con papel filtro de poro grueso y se secó a 50 °C en un horno convencional. Una vez obtenido un gel deshidratado, se trituró hasta obtener un polvo uniforme. Figura 7

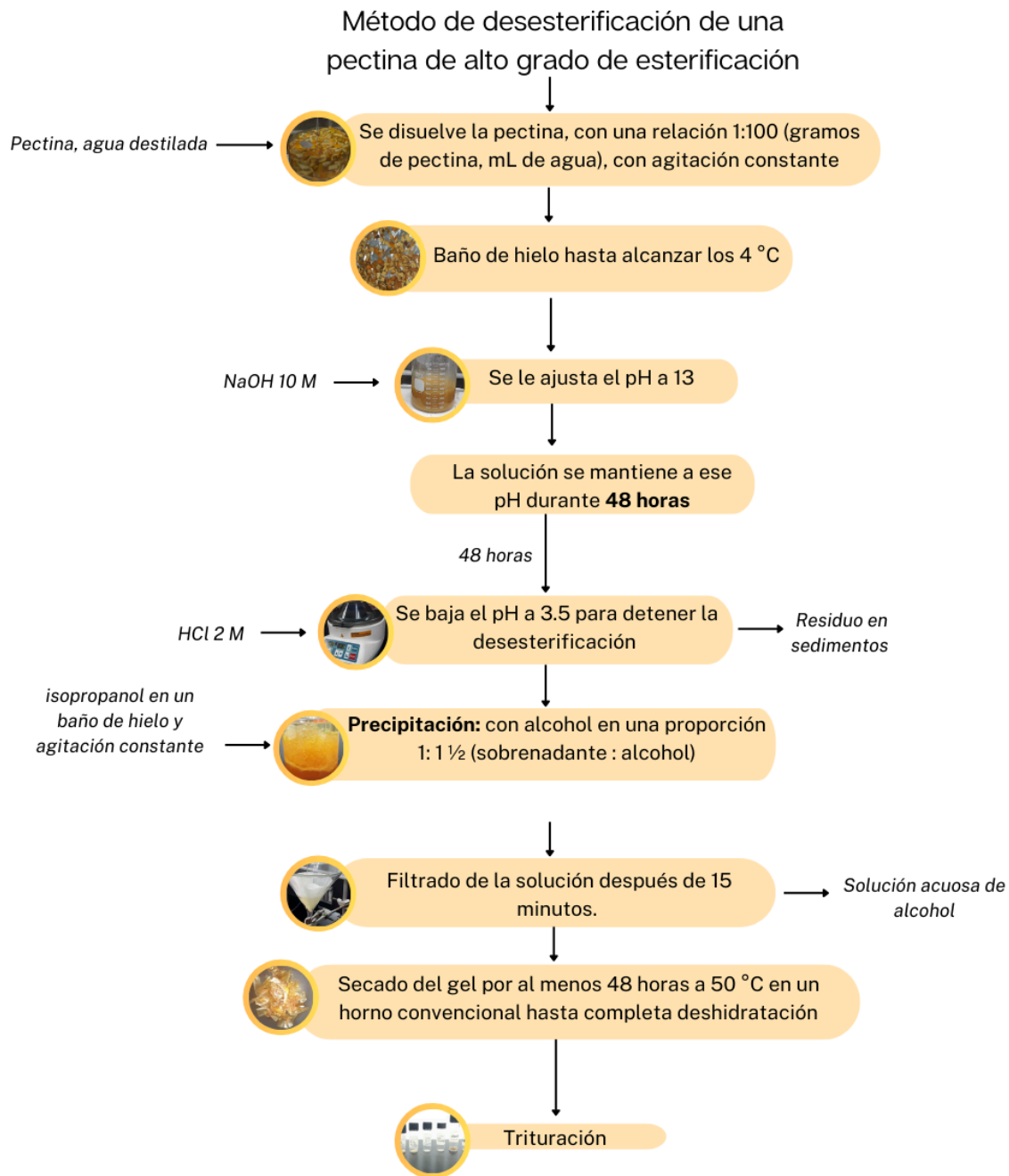


Figura 7. Metodología de desesterificación de la pectina durante 48 horas.

Cabe mencionar que previamente a la metodología explicada, se pusieron a prueba diferentes tiempos de la desesterificación (30 minutos, 2 horas, 24 horas y 48 horas); sin embargo, la que dio resultados positivos fue la previamente descrita, de 48 horas.

5.4. Caracterización de la pectina

5.4.1. Rendimiento de la materia prima

Para calcular el rendimiento de la materia prima se utilizó la siguiente ecuación de acuerdo con la metodología de Mendoza Vargas, Jiménez Forero, & Ramírez Niño, (2018)²⁷

$$\% \text{ del rendimiento de la materia prima} = \left(\frac{\text{peso (g) de la materia prima pretratada}}{\text{peso (g) de la materia prima sin pretratamiento}} \right) \times 100$$

5.4.2. Rendimiento de pectina

Para determinar el rendimiento experimental de la extracción de pectina se tuvo en cuenta la cantidad inicial de materia prima utilizada (20 g) y los gramos que se obtuvieron de pectina.

Se utilizó nuevamente la ecuación obtenida de la metodología de Mendoza Vargas, Jiménez Forero, & Ramírez Niño, (2018)²⁷

$$\% \text{ del rendimiento de pectina} = \left(\frac{\text{peso (g) de la materia hidrolizada}}{\text{peso (g) de la materia prima pretratada}} \right) \times 100$$

5.4.3. Espectroscopía infrarroja

5.4.3.1. Análisis cualitativo IR

La pectina tiene un espectro infrarrojo característico, por lo que conociéndolo se puede validar si lo que se obtuvo a partir de la propuesta metodología fue o no pectina.

De esta manera el espectro infrarrojo de la pectina extraída se comparó con un espectro de referencia de una pectina comercial.

Por otra parte, con espectroscopia infrarroja también se puede caracterizar cualitativamente el grado de esterificación de la pectina utilizando señales en específico.

Las bandas de particular importancia para la determinación de esto son aquellas que aparecen alrededor de 1630 cm^{-1} y 1749 cm^{-1} que son indicadoras de los grupos carboxilos libres y esterificados, respectivamente. Por lo que igualmente a través de infrarrojo, se hizo ese análisis para poder determinar el DE de los lotes obtenidos y también para poder observar si la diferencia entre alcoholes afecta la cantidad de ésteres en las cadenas de pectina.

5.4.3.2. Análisis cuantitativo IR

Teniendo conocimiento de las bandas de importancia para la determinación del grado de esterificación, se puede hacer su análisis cuantitativo.

Dado que el grado de esterificación se define como:

$$\left(\frac{\text{número de grupos carboxilos esterificados}}{\text{número de grupos carboxílicos totales}} \right) \times 100$$

Así la relación del área de la banda a 1749 cm^{-1} sobre la suma de las áreas de las bandas a 1749 y 1630 cm^{-1} debe ser proporcional al grado de esterificación.

$$\frac{A_{1749}}{(A_{1749} + A_{1630})}$$

Si se establece la curva de calibración adecuada, basada en estándares de pectina de grado conocido de esterificación, se puede determinar el grado de esterificación de la pectina a través de su regresión lineal.

Teniendo el conocimiento de esto, se hizo este análisis cuantitativo para determinar el DE de la pectina obtenida a través de la regresión lineal propuesta por Manrique, G. (2002)²⁸, donde se sustituyeron los datos obtenidos en esta investigación, en dicha regresión. Figura 8.

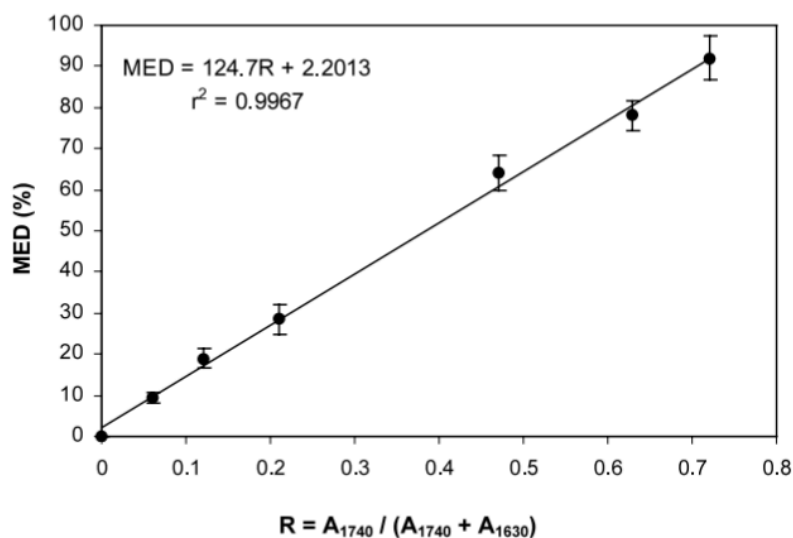


Figura 8. Curva de calibración con su regresión lineal para análisis cualitativo del grado de esterificación a partir de espectroscopía infrarroja. Nota. Tomado de *FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit* de Manrique, G. 2002, doi: 10.1016/s0925-5214(01)00160-0

5.4.4. Titulaciones

La determinación del grado de esterificación de la pectina a partir de titulaciones se hizo a partir de la metodología propuesta por Azhar Mat Easa et al. (2010),²⁹ en la cual se efectúan una serie de titulaciones que de acuerdo con el volumen gastado, se sustituyen en una ecuación que proporcionará el DE de la pectina.

Para esta metodología se utilizaron diversas muestras de diferentes pectinas, como lo serían: Dos pruebas para la pectina comercial, de la cual ya se sabía que era de alto grado, dos para la pectina comercial después del tratamiento de desesterificación (uno de 30 min. y otro de 48 horas) y una para la pectina extraída del lote 1A ya desesterificada.

La metodología fue la siguiente:

Se humedeció 500 mg de pectina con 2 mL de etanol (para facilitar su disolución) y se disolvieron en 100 mL de agua libre de dióxido de carbono. Una vez disuelta la pectina, se le añadió fenolftaleína (aproximadamente 5 gotas pues esto varía dependiendo de la concentración del indicador) y se tituló con NaOH 0.5 M hasta un cambio de color a rosa palo que no se

modifica a pesar de la agitación. El volumen gastado en esta titulación será nombrado titulación inicial.

A continuación se le añadieron 10 mL de NaOH 0.5 M en exceso para su saponificación.

Después se dejó reposar durante 15 minutos en agitación para más adelante añadir 10 mL de HCl de la misma concentración, 0.5 M, y someter a la muestra a agitación hasta que el color rosa de la fenolftaleína se eliminara.

Posteriormente se volvieron a añadir gotas de indicador y la solución se tituló nuevamente con NaOH 0.5 M hasta un color rosa pálido que se mantuvo a pesar de la agitación (titulación final). Figura 9.

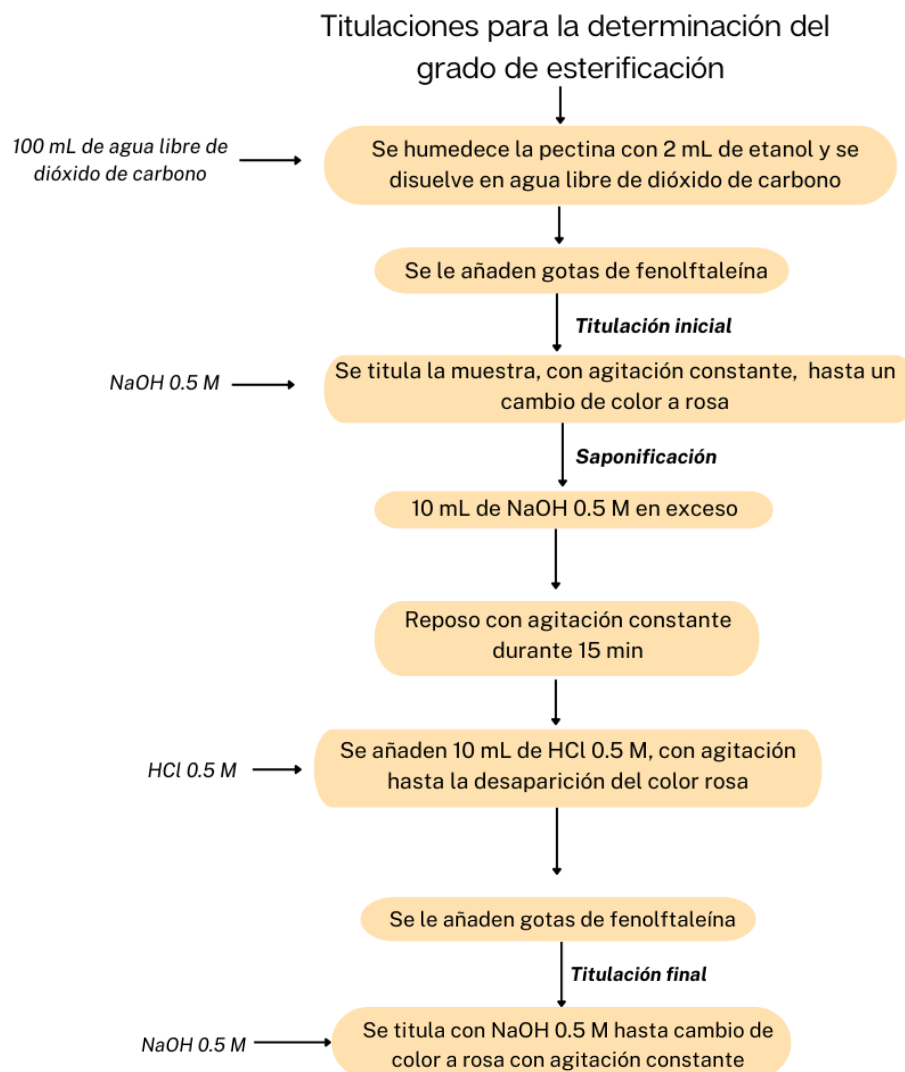


Figura 9. Metodología titulaciones para determinación del grado de esterificación.

Lo sucedido en cada paso fue lo siguiente:

Primera titulación: Se forma COO^-Na^+ y H_2O hasta el punto de equivalencia, cuantificando todos los ácidos carboxílicos presentes en la pectina.

Saponificación: El exceso de NaOH reacciona con los ésteres dando como resultado COO^-Na^+ y CH_3OH .

HCl: Se le agrega HCl para detener la saponificación. Se forma NaCl y se protonan todos los COO^-Na^+ nuevamente, dejándolos como COOH .

Segunda titulación: Se vuelve a formar COO^-Na^+ y H_2O .

El grado de esterificación se calculó a partir de la siguiente fórmula:

$$\text{Grado de esterificación \%} = \frac{\text{Titulación final}}{\text{Titulación inicial} + \text{Titulación final}} \times 100$$

5.5. Adsorción del plomo con la pectina

Para la interacción de plomo con pectina primeramente se hicieron diversas pruebas con diferentes proporciones metal : pectina; sin embargo, no dieron los resultados deseados, pues no gelificaba, indicando cualitativamente la posible nula adsorción de plomo. Por lo tanto se descartaron estas metodologías.

No obstante, eventualmente se logró encontrar una metodología que sí brindara resultados cualitativamente notorios y positivos.

La metodología efectuada se basó en la propuesta por el autor Khotimchenko, M. *et al.* (2007).³⁰ con diversas modificaciones

Se pesaron 0.125 gramos de pectina y se disolvieron en 6250 microlitros de agua desionizada, con agitación constante y si se requería, se le

aumentaba ligeramente la temperatura (25-35 °C) para facilitar su disolución.

Después se le añadió 1 mL de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a la concentración deseada y pH 5

Para esta investigación se hicieron pruebas con diferentes concentraciones:

0.1 M, 0.05 M y 0.025 M

Una vez añadido el metal, se deja interaccionar con la pectina, con agitación constante durante 1 hora, a pH 5 y aproximadamente 25 °C.

Posteriormente a su interacción y su evidente formación de gel, se filtra con papel filtro de poro grueso, se almacena la solución residual para posteriormente analizarla y se pone a secar el gel por lo menos 48 horas en un horno convencional 50 °C para su posterior trituración. Figura 10.

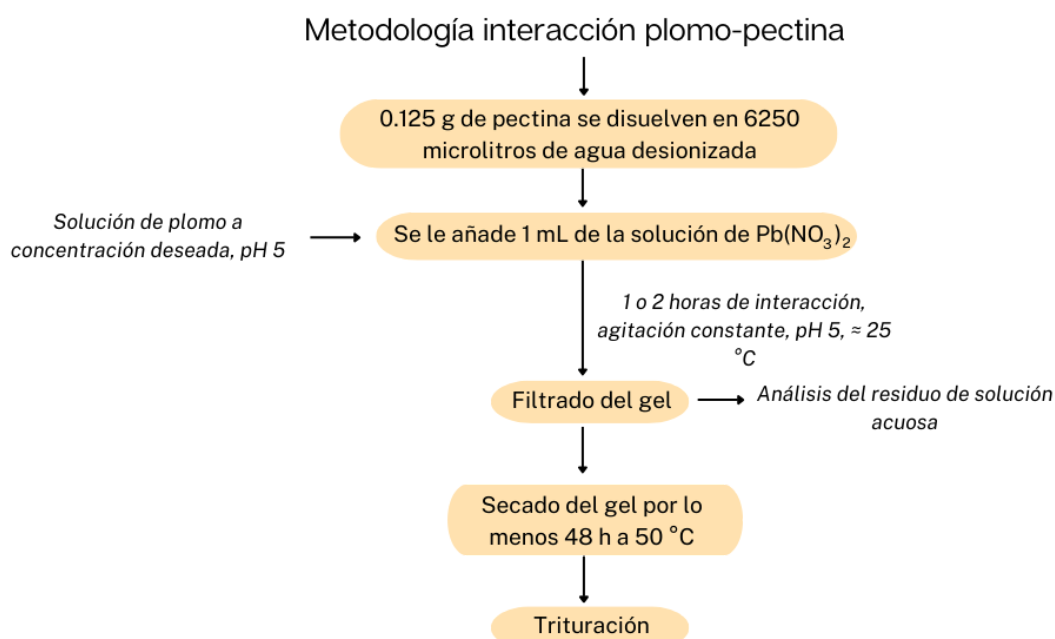


Figura 10. Metodología interacción plomo-pectina.

5.6. Hidrólisis de la pectina con el metal

Se hicieron dos pruebas de una hidrólisis de la pectina empleando la sal metálica.

Esta fue realizada con base a las relaciones de la previa metodología de adsorción.

Primeramente se pesaron 0.1006 gramos de pectina del lote 8 sin una previa desesterificación y se disolvieron en 800 microlitros de agua desionizada. Se

dejaron interaccionar con agitación constante a temperatura ambiente durante 1 hora para la primera prueba y 48 horas para la segunda prueba. Ésta segunda decisión de tiempo se tomó con base en la metodología de desesterificación previamente descrita.

Una vez transcurrido este tiempo, se detuvo la agitación, se filtró en papel filtro de poro grueso y al gel obtenido se le puso a secar en un horno convencional durante al menos 48 horas a 50 °C para su posterior análisis en infrarrojo.

5.7. Pruebas de metodologías de cuantificación

Para esta sección de la investigación se hicieron diversas pruebas a ciertas metodologías de cuantificación con el fin de elegir la que refleje un porcentaje de error bajo y así, más adelante, poder aplicarlas para cuantificar el metal después de su interacción con la pectina, observando su capacidad de adsorción.

Las pruebas se efectuaron teniendo conocimiento de la cantidad de plomo inicial, por lo tanto, si la metodología era factible, debía dar como resultado la cantidad de plomo ya conocida.

5.7.1. Prueba método por análisis gravimétrico

Este método se basa en la precipitación de iones Pb^{2+} como PbS a través de la reacción de una solución de Na_2S y $Pb(NO_3)_2$

La solución de Na_2S reacciona con la solución de $Pb(NO_3)_2$ formando un precipitado negro (PbS), y esto se utiliza para determinar la cantidad de iones Pb^{2+} en solución.

Una vez formado dicho precipitado, con papel filtro y un embudo, se filtra y se pone a secar en un horno convencional.

Al calentar el papel de filtro en el horno, el agua se evapora.

Esta cuantificación se podrá determinar pesando el papel filtro antes de filtrar y después de filtrar, determinando la masa del PbS precipitado.

5.7.1.1. Metodología prueba análisis gravimétrico

Basándose en la metodología propuesta por Barkin Zorlu (2017),³¹ se efectuaron únicamente dos pruebas para éste método de cuantificación, pues no se obtuvieron resultados confiables en los cuales se pudiera sustentar la investigación.

Se pesaron 0.3315 gramos de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y se disolvieron en 5 mL de agua desionizada. Después se pesaron 0.078 gramos de Na_2S para igualmente disolverse en 5 mL de agua desionizada.

Una vez disueltas ambas disoluciones, se le agregó el Na_2S a la solución de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.

Posteriormente se filtra el precipitado con ayuda de un papel filtro previamente pesado, para así después secarlo en un horno convencional a 60°C durante al menos 1 día. Figura 11.

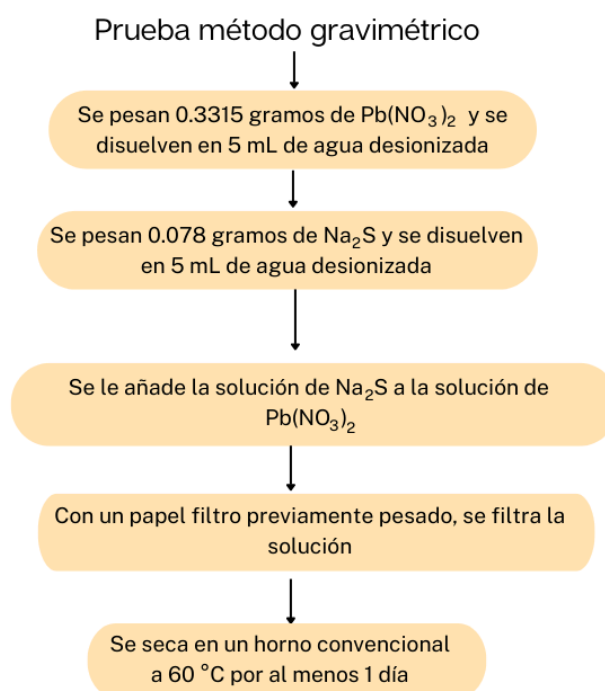


Figura 11. Metodología prueba método gravimétrico para la cuantificación de la adsorción de plomo por parte de la pectina.

5.7.2. Prueba método por titulación complejométrica en retroceso

5.7.2.1. Titulación complejométrica

Una titulación es un procedimiento cuantitativo en el cual se le añade al analito (el componente de interés) la solución del reactivo (titulante). Gracias a la cantidad de titulante gastado y a partir de cálculos, se puede determinar la cantidad de analito que hay en una muestra.

Una titulación que se fundamenta en la formación de un complejo se llama titulación complejométrica

Los iones metálicos aceptan pares de electrones por lo que son ácidos de Lewis. Los ligandos son bases de Lewis, es decir, donan electrones. Juntos, forman complejos.

Un ligando que se une a un ion metálico a través de más de 1 átomo del mismo ligando, se llama ligando quelante o multidentado. Un importante ligando multidentado es el ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), que al formar un complejo con ciertos metales, este rodea al ión metálico y se une a través de 6 puntos de coordinación. Figuras 12 y 13.

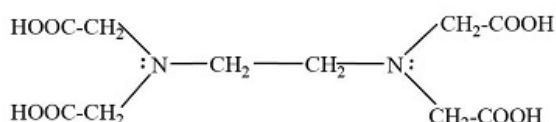


Figura 12. Estructura de EDTA.³² Nota: tomado de *What is the full name of EDTA?* de <https://homework.study.com/explanation/what-is-the-full-name-of-edta-draw-its-structure.html>

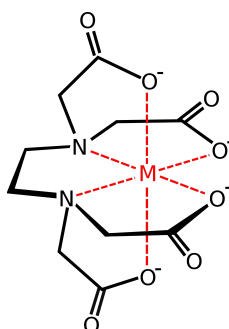


Figura 13. Complejo de EDTA-Plomo.³³ Nota: tomado de *Ethylenediaminetetraacetic acid*. (2010). https://en.wikipedia.org/wiki/Ethylenediaminetetraacetic_acid

Este ligando pierde sus hidrógenos al momento de formar un complejo con un metal, pero dependiendo el pH en el cual se encuentre el EDTA, se formarán diferentes especies de este mismo, pues el pH determina cuales hidrógenos se van removiendo.

Por ejemplo, la forma totalmente desprotonada es mayoritaria sólo en soluciones muy alcalinas de pH mayor o igual a 10.

La constante de formación K_f de un complejo metal-EDTA es la constante del equilibrio de la reacción entre el ión metálico y la forma desprotonada del EDTA. Es una medida de la fuerza de la interacción entre los reactivos que se unen para formar el complejo.

Esta constante varía dependiendo del ión metálico y su carga. Figura 14.

Ion	$\log K_f$	Ion	$\log K_f$	Ion	$\log K_f$
Li ⁺	2,79	Mn ³⁺	25,3 (25 °C)	Ce ³⁺	15,98
Na ⁺	1,66	Fe ³⁺	25,1	Pr ³⁺	16,40
K ⁺	0,8	Co ³⁺	41,4 (25 °C)	Nd ³⁺	16,61
Be ²⁺	9,2	Zr ⁴⁺	29,5	Pm ³⁺	17,0
Mg ²⁺	8,79	Hf ⁴⁺	29,5 ($\mu = 0,2$)	Sm ³⁺	17,14
Ca ²⁺	10,69	VO ²⁺	18,8	Eu ³⁺	17,35
Sr ²⁺	8,73	VO ₂ ⁺	15,55	Gd ³⁺	17,37
Ba ²⁺	7,86	Ag ⁺	7,32	Tb ³⁺	17,93
Ra ²⁺	7,1	Tl ⁺	6,54	Dy ³⁺	18,30
Sc ³⁺	23,1	Pd ²⁺	18,5 (25 °C, $\mu = 0,2$)	Ho ³⁺	18,62
Y ³⁺	18,09	Zn ²⁺	16,50	Er ³⁺	18,85
La ³⁺	15,50	Cd ²⁺	16,46	Tm ³⁺	19,32
V ²⁺	12,7	Hg ²⁺	21,7	Yb ³⁺	19,51
Cr ²⁺	13,6	Sn ²⁺	18,3 ($\mu = 0$)	Lu ³⁺	19,83
Mn ²⁺	13,87	Pb ²⁺	18,04	Am ³⁺	17,8 (25 °C)
Fe ²⁺	14,32	Al ³⁺	16,3	Cm ³⁺	18,1 (25 °C)
Co ²⁺	16,31	Ga ³⁺	20,3	Bk ³⁺	18,5 (25 °C)
Ni ²⁺	18,62	In ³⁺	25,0	Cf ³⁺	18,7 (25 °C)
Cu ²⁺	18,80	Tl ³⁺	37,8 ($\mu = 1,0$)	Th ⁴⁺	23,2
Ti ³⁺	21,3 (25 °C)	Bi ³⁺	27,8	U ⁴⁺	25,8
V ³⁺	26,0			Np ⁴⁺	24,6 (25 °C, $\mu = 1,0$)
Cr ³⁺	23,4				

Figura 14. Tabla de diferentes constantes de formación para diferentes metales catiónicos con EDTA.⁹⁴ Nota: Tomado de *Análisis Químico Cuantitativo* 2da edición (p. 307), por Harris, D.

La Figura 14 proporciona las diferentes constantes de formación del EDTA con diferentes iones metálicos (considerando que el EDTA está en su forma totalmente desprotonada, también llamada Y⁴⁻)

Para las titulaciones complejométricas se utilizan indicadores orgánicos que son metalocrómicos, es decir que forman complejos coloridos con metales. El indicador como condición tiene que debe unirse al metal con menor fuerza que el titulante.

Al añadir el indicador a la solución, este formará un complejo de cierto color, para así después de haberle añadido el volumen necesario del titulante al analito, desplazando al indicador, este cambiará de color, indicando el fin de la titulación.

5.7.2.1.1. Titulación complejométrica en retroceso

Existen diferentes tipos de titulaciones, una de ellas es la titulación por retroceso, en la cual se toma cierto volumen del analito (el metal) y se le añade cierto volumen en exceso de EDTA, para así después titular este exceso con otro metal estándar.

El indicador en este tipo de titulación será primeramente del color en el cual está libre, pues no estará formando ninguna interacción con algún metal. Concluida la titulación el excedente, cambiará de color, pues ya estará formando un complejo con el metal estándar.

La cuestión importante a recalcar en este tipo de titulaciones es que la constante de formación del metal-EDTA debe ser mayor a la del metal-exceso de EDTA.

Una de las metodologías de cuantificación puestas a prueba en esta investigación fue la de titulación complejométrica en retroceso, utilizando el $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ como analito, el EDTA como ligando, ZnSO_4 como metal estándar y negro de eriocromo T como indicador.

Se puede entender por lo previamente explicado que este método se basa en la cuantificación del plomo a través de la titulación del excedente de EDTA usando el ZnSO_4 .

Una vez completamente titulado el exceso, el ZnSO_4 se une con el indicador emitiendo un color diferente al del principio, pasando de azul a rosa, dictando el fin de la titulación.

Por otro lado, el $ZnSO_4$ da una reacción 1:1, por lo tanto, el volumen usado de este mismo nos dará el exceso de EDTA. Obteniendo la diferencia del EDTA inicial y el EDTA en exceso, nos indicará cuánto EDTA se usó para reaccionar con el plomo.

Los cálculos se efectúan de la siguiente manera:

- $(\text{Molaridad})(\text{Volumen}) = \text{Número de moles de plomo iniciales}$
- $(\text{Molaridad})(\text{Volumen}) = \text{Número de moles de EDTA iniciales}$

Se infiere que $[\text{EDTA-Zn}] = [\text{EDTA libre en exceso}]$, por lo tanto:

- $(\text{Molaridad})(\text{Volumen gastado en la titulación}) = \text{Número de moles de EDTA en exceso}$
- $\text{Número de moles de EDTA iniciales} - \text{Número de moles de EDTA en exceso} = \text{Número de moles de plomo}$

5.7.2.1.1.1. Metodología prueba titulación complejométrica en retroceso

Se prepararon diferentes soluciones de $Pb(NO_3)_2$, EDTA y $ZnSO_4$ a la misma concentración. Las concentraciones fueron: 0.01 M, 1×10^{-5} M, 1×10^{-6} M y 6.0386×10^{-7} M. (Esta última concentración fue debido a que es equivalente a 0.2 ppm, el menor límite máximo permisible de plomo para contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores de la nación que establece la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021.)

Se tomaron 4 mL de la solución de plomo de concentración deseada y se le añadieron 6 mL de la solución de EDTA. A continuación se les ajustó el pH a 10 con NaOH 0.097 M y HCl 0.089 M estandarizados y seguidamente se le añadió indicador negro de eriocromo T hasta obtener un color azul que resaltara.

Procurando que el pH siguiera a 10 después de la adición del indicador, se tituló con $ZnSO_4$ hasta un cambio de color a rosa palo. Figura 15.

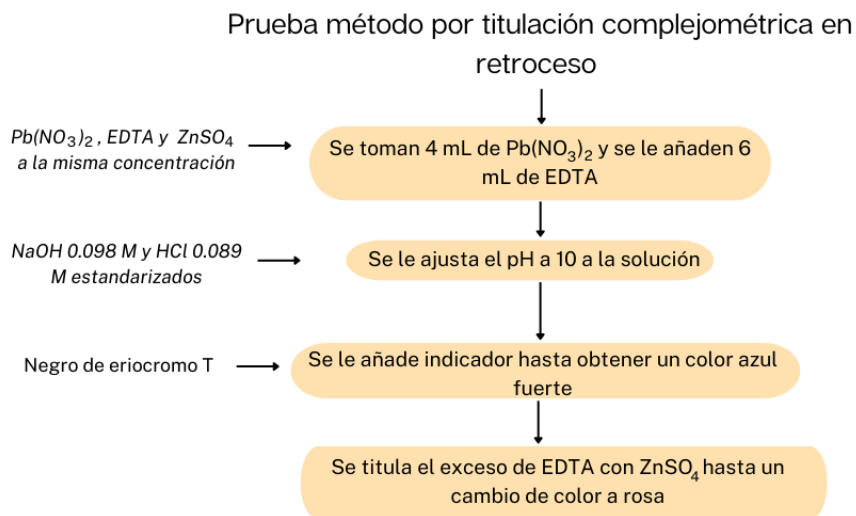


Figura 15. Metodología de prueba para la titulación complejométrica en retroceso.

El porcentaje de error para cada muestra titulada se calculó utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Porcentaje de error: } \frac{|Valor\ experimental - Valor\ teórico|}{|Valor\ teórico|} \times 100$$

5.7.3. Prueba método por titulación directa

La titulación directa se basa en que se le añade poco a poco en volumen, al analito el ligando adecuado, cuidando su pH para que la constante de formación condicional metal-EDTA sea alta.

Si a ese pH, el analito (metal) precipita, se necesita apoyo de un agente complejante auxiliar, que mantendrá el catión en disolución. Este se une al metal impidiendo que precipite como un hidróxido metálico; sin embargo, la constante de formación del complejo metal-EDTA debe ser mayor a la del metal-agente complejante auxiliar, para que este agente pueda ceder el metal al EDTA.

Para estas titulaciones igualmente se ocupan indicadores metalocrómicos, que indiquen el fin de la titulación, o en otras palabras, el punto de equivalencia donde todo el metal está complejado con el EDTA.

Una vez logrado esto, se puede conocer la concentración del plomo.

5.7.3.1. Metodología prueba por titulación directa

Se prepararon soluciones de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y EDTA a la misma concentración para así después tomar 10 mL de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y ajustar su pH hasta 10 con NaOH 0.097 M estandarizado.

Una vez alcanzado este pH, se le agregó lo mínimo necesario de ácido tartárico hasta eliminar el precipitado/turbidez.

Posteriormente se le agregó indicador negro eriocromo T y se procedió a titular con EDTA hasta que cambie de violeta a azul. Figura 16.

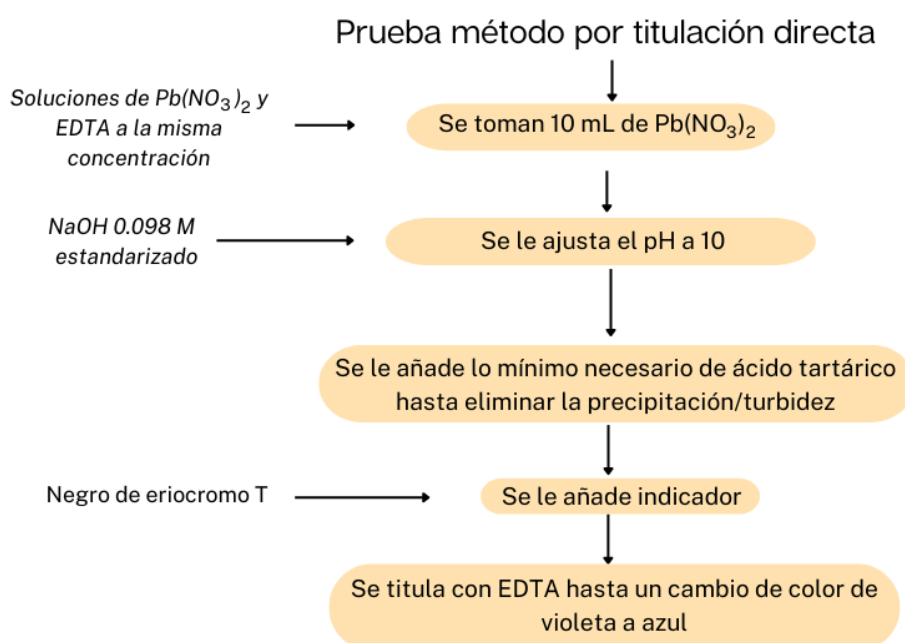


Figura 16. Prueba metodológica por titulación directa.

5.8. Metodología de cuantificación para la adsorción de plomo

Una vez decidida la metodología a usar para la cuantificación de plomo y una vez realizado el experimento de adsorción de pectina-plomo, se procedió a cuantificar el plomo a partir de la solución filtrada cuando se forma el gel por la interacción metal-pectina.

Se optó por usar la metodología de titulación complejométrica por retroceso, propuesta por Barkın Zorlu (2017).³¹

Se tomaron 2 mL de la solución residual del filtrado y se le añadieron 3 mL de una solución de EDTA con concentración igual a la del $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ que se puso a interactuar con la pectina.

Se les ajustó el pH a 10 con NaOH 10 M para así posteriormente añadirle indicador (negro eriocromo T) hasta que da a la solución un color azul verdoso. (Posiblemente este color es debido por pequeñas porciones de pectina amarilla que hayan quedado en la solución residual)

A continuación se procedió a titular con ZnSO_4 de concentración igual a la del $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ que se puso a interactuar con la pectina.

Se terminó la titulación en el momento en que la solución cambió de color a rosa. Figura 17.

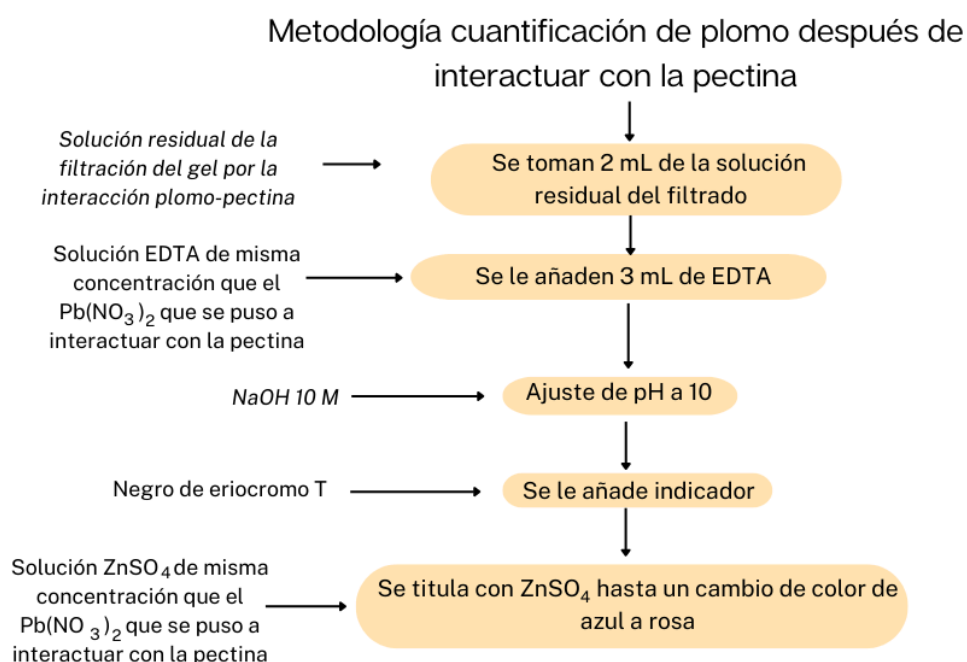


Figura 17. Metodología cuantificación de plomo después de su interacción con pectina.

5.9. Metodología isotermas

5.9.1. Modelos isotermas

Las isotermas proporcionan información acerca de si la adsorción fue en monocapa o multicapa.

El modelo de isoterma de Langmuir describe la adsorción en una monocapa, significando que solo se forma una capa de adsorbato en la

superficie del adsorbente. Esto nos dice que los sitios de adsorción en el sólido son iguales, finitos y no hay interacciones significativas entre las moléculas adsorbidas.

Por otro lado, la isoterma de Freundlich nos puede demostrar que las interacciones entre las moléculas adsorbidas son significativas.

Esta isoterma no asume una adsorción en una monocapa única, por el contrario, describe una adsorción multicapa significando que se pueden formar múltiples capas de adsorbato en la superficie del adsorbente.

La isoterma de Freundlich muestra una relación no lineal entre la cantidad adsorbida y el adsorbato.

Para la demostración de esto se suelen graficar las isotermas a través de sus ecuaciones.

Langmuir

$$q = \frac{(q_{max})(b)(C_e)}{1 + (b)(C_e)}$$

Donde:

q_{max} : es la sorción máxima en la monocapa (mg g⁻¹)

C_e : la concentración de equilibrio final de Pb(II)

q : la cantidad de Pb(II) unida por unidad de peso de la pectina en su concentración de equilibrio final (mg g⁻¹)

b : es la constante de Langmuir relacionada con la afinidad de los sitios de unión (mL mg⁻¹) y se considera como una medida de la energía de sorción.

Su ecuación linealizada sería la siguiente, la cual se usó para esta tesis:

$$\frac{C_e}{Q_e} = \left(\frac{C_e}{q_{max}} \right) + \left(\frac{1}{q_{max}} \right) b$$

Siendo Q_e la capacidad de adsorción

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{W}$$

Donde:

C_o : es la concentración inicial del plomo (ppm)

C_e : es concentración final del plomo (ppm)

V : es el volumen de la solución (L)

W : es la masa del adsorbente (g)

La isoterma de Langmuir se caracteriza por un parámetro adimensional llamado factor de separación, RL , que se utiliza para determinar si un sistema de adsorción es favorable o desfavorable en términos de equilibrio.³⁰

Este se define de la siguiente manera:

$$RL = \frac{1}{(1 + (b)(C_o))}$$

Donde

C_o : es la concentración inicial de Pb(II) (mg mL^{-1})

b : es la constante de equilibrio de adsorción de Langmuir (mL mg^{-1}).

Freundlich

La ecuación de Freundlich usada es la siguiente:

$$\log q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e$$

Donde K_f y n son constantes de Freundlich que indican capacidad de sorción e intensidad respectivamente.

5.9.2. Interacción pectina-plomo

Se prepararon distintas soluciones de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a concentraciones diferentes para así poder hacer las isothermas de Langmuir y Freundlich.

Se hicieron 4 soluciones diferentes de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$:

- 0.07 g/L
- 0.15 g/L
- 0.30 g/L
- 0.75 g/L
- 0.1 g/L

Estas concentraciones distintas se eligieron con base a la referencia del artículo de M. Khotimchenko et al.³⁰

Cada una de estas soluciones se pusieron a interactuar durante 1 hora con 0.125 g de pectina previamente disuelta en 6250 μL de agua desionizada.

Cuando se pusieron en contacto el $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y la pectina, inmediatamente se le ajustó el pH a 5 con NaOH 10 M.

Transcurrido el tiempo se filtró y a la solución residual se le añadió EDTA a la misma concentración del $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y se tituló con ZnSO_4 , igualmente a la misma concentración.

Una vez obtenidos los datos de la metodología con diferentes concentraciones de $\text{Pb}(\text{II})$, se hicieron sus respectivas gráficas y se analizaron los resultados.

5.10. Metodología cinéticas

5.10.1. Cinética

La cinética describe la velocidad de adsorción del adsorbato en el adsorbente y determina el tiempo en que se alcanza el equilibrio³⁵. Con los datos obtenidos de este tipo de experimentos, al ajustarse a un modelo lineal de pseudo-primero orden o pseudo-segundo orden, nos permiten saber cómo funciona la interacción entre ambas partes (adsorbente y adsorbato).

5.10.2. Modelos cinéticos

Los modelos cinéticos son la ayuda necesaria para poder determinar la velocidad de adsorción y su mecanismo. Existen diversos de ellos, sin embargo, los modelos de Pseudo Primer Orden (PFO) y Pseudo Segundo Orden (PSO) se han utilizado ampliamente para describir la velocidad de adsorción en interacciones líquido-sólido.³⁶

De hecho, la mayoría de los estudios durante las últimas dos décadas han utilizado las leyes de velocidad clásicas de PFO y PSO para modelar sus datos cinéticos.

Estos dos modelos se han aplicado a una amplia variedad de sistemas de adsorción, desde biomasa hasta nanomateriales como adsorbentes, y desde metales pesados hasta productos farmacéuticos como adsorbatos.³⁷

5.10.2.1. Pseudo primer orden

La ecuación de Lagergren o de pseudo primer orden fue la primera ecuación de velocidad para la adsorción de los sistemas sólido-líquido

Se define a través de la siguiente ecuación:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t)$$

Donde:

k_1 : es la constante de pseudo primer orden

q_e : es la capacidad de adsorción en el equilibrio

q_t : es la capacidad de adsorción para un tiempo t

Su forma lineal es la siguiente:

$$\log(q_e - q_t) = \log(q_e) - \frac{k_1}{2.303} t$$

El modelo de pseudo-primer orden asume que la etapa limitante en un proceso de adsorción es la transferencia de masa del ión metálico de la solución hacia la superficie del adsorbente (Ho y McKay, 1998)³⁸.

5.10.2.2. Pseudo segundo orden

El modelo cinético de pseudo-segundo orden se basa en la suposición de que el paso limitante de la velocidad es la sorción química y que la velocidad de adsorción depende de la capacidad de adsorción y no de la concentración del adsorbato.³⁹

Su ecuación es la siguiente

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2$$

Donde

k_2 : es la constante de pseudo segundo orden

q_e : es la capacidad de adsorción en el equilibrio

q_t : es la capacidad de adsorción para un tiempo t

Siendo su forma lineal la siguiente

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t$$

Este modelo nos dice que la capacidad de adsorción es proporcional al número de centros activos del adsorbente ⁴⁰.

5.10.3. Interacción plomo-pectina

Se hicieron 2 series para las cinéticas, cada una con diferentes tiempos de interacción pero utilizando una solución de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a 0.1 M para ambas series.

Primeramente se pesaron 0.125 g de pectina desesterificada de lotes combinados y se disolvieron en 6250 μL de agua desionizada. Una vez disueltos, se le añadió 1 mL de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y se toma su pH inicial. Con la ayuda de NaOH 10 M y HCl concentrado se les ajusta el pH a 5.

5.10.3.1. Series cinéticas

Una vez ajustado el pH a 5, se empieza a tomar el tiempo con un temporizador. Se deja en agitación según el tiempo indicado y se detiene la reacción.

Se hicieron las siguientes series con sus diferentes tiempos de interacción:

Tabla 2. Número de series cinéticas que se hicieron, cada una con diferentes tiempos de interacción.

Serie 1	Serie 2
Vaso 1: 15 min	Vaso 1: 5 min
Vaso 2: 30 min	Vaso 2: 10 min
Vaso 3: 45 min	Vaso 3: 15 min
Vaso 4: 60 min	Vaso 4: 30 min
-	Vaso 5: 45 min

Una vez finalizada la reacción, se filtró y a la solución residual se le añadió EDTA a la misma concentración del $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ con una relación de volumen 2:3 plomo, EDTA v/v y se tituló con ZnSO_4 , igualmente a la misma concentración.

6. Resultados y Discusión

6.1. Caracterización de la pectina

6.1.1. Rendimiento de la materia prima (cáscaras de naranja)

Se obtuvieron aproximadamente 2.100 kilogramos de cáscaras de naranjas limpias.

Teniendo conocimiento de la tabla 3 y de las ecuaciones, se puede calcular que el rendimiento de la materia prima fue de **26.65%**.

Una explicación a este porcentaje es que el peso de la materia prima sin pretratamiento es mucho mayor a la ya tratada porque el bagazo de las naranjas aportan gran parte del peso.

Tabla 3. Rendimiento de la materia prima pretratada

Materia prima pretratada			
Lote	Cáscaras limpias (g)	Cáscaras pretratadas secas (g)	Cáscaras pretratadas secas y molidas (g)
1	≈ 300	81.05	78.40
2	≈ 300	70.78	70.15
3	≈ 300	76.08	76.40
4	≈ 300	75.35	74.30
5	≈ 300	74.28	73.00
6	≈ 300	96.75	-
7	≈ 300	93.07	91.70
8	≈ 300	96.93	95.70
Peso total (g)	2100	664.32	559.65

6.1.2. Rendimiento de pectina

Una vez tratada la materia prima y dividida en 8 lotes, se obtuvo la extracción de la pectina de la cual, para el primer lote, salieron 11 sublotos.

También cabe agregar que dentro de estos sublotes, hubo muestras que se dividieron en dos, como lo sería con el β -1, β -2, η -1 y η -2 .

Todo esto se debió a que no se contaba con una centrífuga de tamaño adecuado.

Tabla 4. Rendimiento de la pectina extraída

Lote	Muestra	Gramos	Rendimiento (%)
1A	α	0.1109	2.50
	β - 1	0.0126	
	β - 2	0.0205	
	γ	0.0404	
	δ	0.0631	
	ϵ	0.0557	
	ζ	0.0933	
	η -1	0.0135	
	η -2	0.0050	
	θ	0.0649	
1B	ι	0.0195	3.11
		0.6213	
2A		2.2881	11.44
4A	α	1.3874	6.94
5A		1.2320	6.16
7A		1.2664	6.33
8A		1.1280	5.64

La pectina extraída presentó un rendimiento total del **6.02%**, pudiendo este resultado ser afectado por los lotes y sublotes que tuvieron que ser desechados, ya que si no hubiese sido así, probablemente el porcentaje sería mayor

6.1.3. Análisis cualitativo IR

Se obtuvieron múltiples espectros para cada uno de los lotes y sublotes que se hicieron; sin embargo, en esta sección únicamente se presentará el de **lote 5**. Esto debido a la alta semejanza entre todos los lotes en todas sus etapas.

6.1.3.1. Corroboración pectina

Como se puede ver en el espectro, se corroboró la obtención de pectina, debido a que comparando con el espectro de la pectina comercial se pudo concluir una alta similitud.

Por otra parte, también se puede confirmar la obtención de pectina a través de la aparición de sus bandas de características ($\approx 1630\text{ cm}^{-1}$ para los ácidos carboxílicos y $\approx 1749\text{ cm}^{-1}$ para los ésteres) que se reflejan ahí. Figura 18.

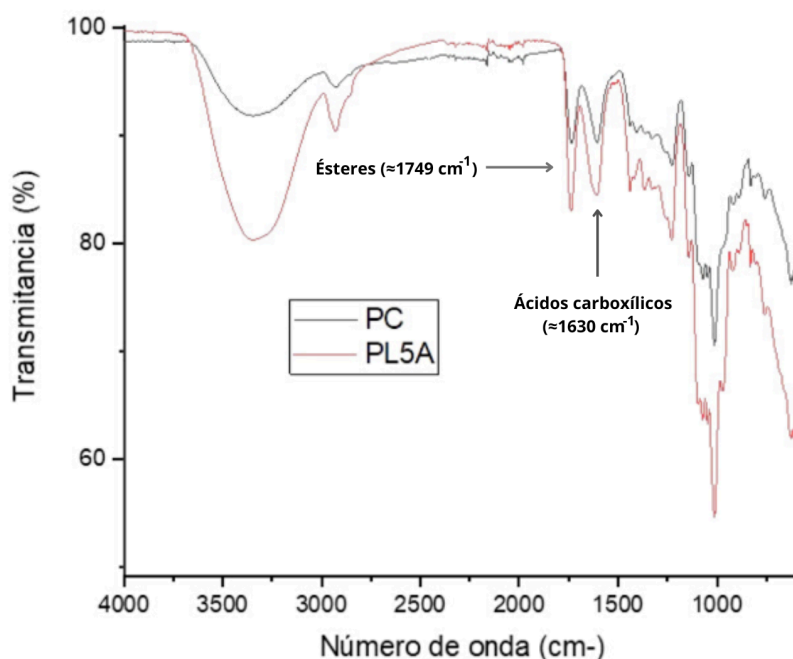


Figura 18. Corroboración de la pectina a partir de la comparación de espectros de la pectina comercial (PC) vs. pectina lote 5A (PL5A).

6.1.3.2. Determinación DE previo a la desesterificación

Para la determinación del grado de esterificación se contemplaron las bandas correspondientes a las de los ésteres (1749 cm⁻¹) y ácidos carboxílicos (1630 cm⁻¹).

Previa a la desesterificación se puede observar que no se obtuvo una pectina de bajo grado debido a que la banda de los ésteres se observaba más elongada que la de los ácidos, indicando una mayor cantidad de estos mismos en las cadenas de pectina convirtiéndola en una pectina de alto grado de esterificación. Ver figura 18.

6.1.3.3. Diferencia de alcohol

A partir de los espectros obtenidos para definir si existe una diferencia entre el uso de etanol o isopropanol para la precipitación de la pectina y su respectivo grado de esterificación, se puede interpretar que no hay diferencia relevante. Tabla 5

Tabla 5. Comparación entre tipos de alcohol para el grado de esterificación de la pectina

Tipo de alcohol	Área 1740 (éster)	Área 1630 (ácido)	Formula R	Cálculo	Formula grado de esterificación	Cálculo grado de esterificación (%)	Promedio (%)
Etanol	2.86572	4.05127	$R = \frac{A_{1740}}{(A_{1740} + A_{1630})}$	0.4143016	(124.7)R+2.2013	53.86470908	57.857
	2.11493	2.42176		0.4661835		60.33438183	
	2.55148	3.35088		0.4322813		56.1067812	
	3.02978	3.55742		0.4599496		59.55701502	
	1.90928	2.2515		0.4588755		59.42307476	
	2.901145	3.62104		0.4448118		57.66933433	
	3.109679	3.841606		0.4473531		57.98623348	
	3.86369	5.41382		0.4164576		54.13356879	
Isopropanol	3.77856	4.37758	0.463278	59.97206313	58.14886338		
	3.09572	3.54409	0.4662362	60.34095821			

6.1.3.4. Determinación DE después de la desesterificación

Una vez efectuada la desesterificación se puede notar como la banda de los ácidos (1630 cm^{-1}) creció y la de los ésteres (1749 cm^{-1}) disminuyó, indicando una mayor cantidad de ácidos en las cadenas de la pectina, y consecuentemente significando un bajo grado de esterificación. Figura 19.

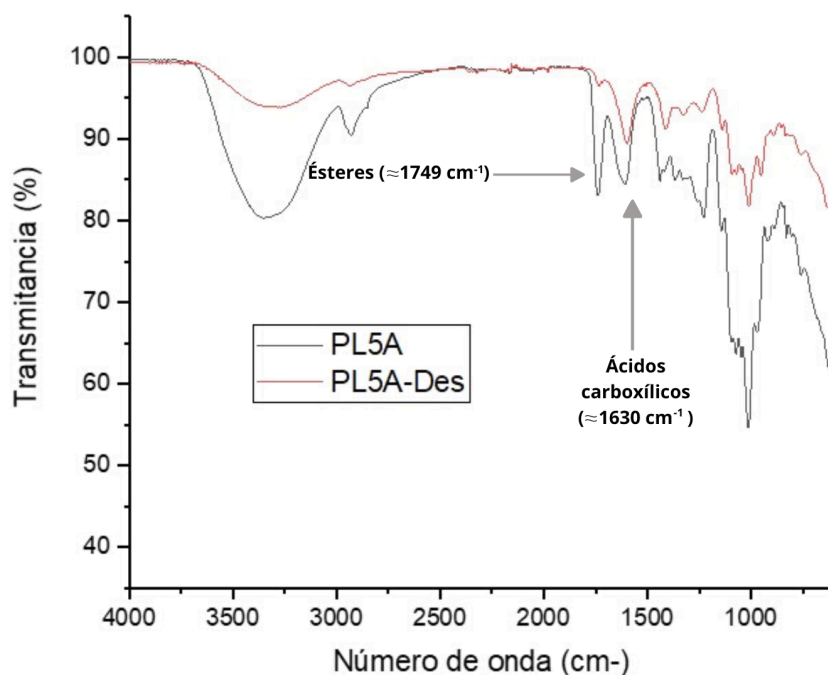


Figura 19. Determinación cualitativa del grado de esterificación por IR posterior al pretratamiento de esterificación comparando la pectina lote 5A (PL5A) vs. la pectina lote 5A desesterificada (PL5A-Des).

6.1.4. Análisis cuantitativo

6.1.4.1. Titulaciones

Durante la realización de las titulaciones se varió la cantidad de pectina, pues no se tenían los 500 mg para cada una de las pruebas y sus réplicas; sin embargo se conservaron las relaciones en cada punto de la metodología.

Tabla 6. Titulaciones para la determinación del grado de esterificación. (Pc: Pectina comercial, PCD (30 min.): Pectina comercial desesterificada durante 30 min., PCD (48 h): Pectina comercial desesterificada durante 48 horas., PE1A (48 horas): Pectina extraída lote 1A desesterificada durante 48 horas.)

Muestra	Nombre	Titulaciones	Grado esterificación (%)	Promedio (%)
1	P _{C1}	Original	76.47	75.64
		R1	74.82	
2	P _{CD} (30 min.)	Original	76.92	69.23
		R1	60.86	
		R2	69.93	
3	P _{C2}	Original	91.00	90.55
		R1	90.8	
		R2	89.85	
4	P _{CD} (30 min.)	Original	90.06	93.04
		R1	90.22	
		R2	98.85	
5	P _{CD} (48 h)	Original	14.28	17.92
		R1	21.56	
6	PE _{1A} (48 h)	Original	22.17	23.83
		R1	25.50	

Como se puede observar en la tabla 6, se corroboró que la pectina comercial previa al tratamiento de desesterificación era de alto grado de esterificación, al igual que la pectina comercial sometida a la desesterificación de 30 minutos, indicando que la duración del tratamiento de esa metodología no disminuía el grado de esterificación.

Por el otro lado, tanto la pectina comercial desesterificada y la pectina extraída desesterificadas durante 48 horas presentaron grados de esterificación bajos.

Sin embargo, cabe mencionar que durante la ejecución de esta metodología no hubo reproducibilidad, por lo que se optó por no considerar este método de cuantificación.

6.1.4.2. Análisis cuantitativo IR

6.1.4.2.1. Determinación DE previo a la desesterificación

El grado de esterificación de las muestras promedio fue del **50.74%**. Aunque se observó que algunas muestras presentaron grados de esterificación bajos (menores al 50%) el hecho de que no fuesen lo suficientemente bajos (mucho menores al 50%) motivó a que se sometieran a un proceso de desesterificación Tabla 7.

Tabla 7. Determinación cuantitativa por IR del grado de esterificación para la pectina sin tratamiento de desesterificación

Tratamiento	Muestra	Área 1740 (éster)	Área 1630 (ácido)	Grado de esterificación (%)	Promedio (%)	Desviación estándar	Coefficiente de variación de los lotes (%)
Extracción conven.	PC	3.32339	4.14755	57.67	57.67	-	-
	1A	2.84639	3.73152	56.16	50.74	2.59	5.11
	1B	6.09795	9.86337	49.84			
	2A	5.52986	8.93172	49.88			
	4A	4.4640	6.77239	51.74			
	5A	4.39009	7.27033	49.15			
	7A	3.01831	5.12122	48.44			
	8A	4.67809	7.54325	49.93			

6.1.4.2.2. Determinación DE después de la desesterificación

Una vez aplicada la desesterificación se puede ver como disminuyó el grado de esterificación para todos los lotes, dando un promedio del **31.70%**. Tabla 8.

Tabla 8. Determinación cuantitativa por IR del grado de esterificación para la pectina sometida al tratamiento de desesterificación

Tratamiento	Muestra	Área 1740 (éster)	Área 1630 (ácido)	Grado de esterificación (%)	Promedio (%)	Desviación estándar	Coefficiente de variación de los lotes (%)
Desesterificación	PC-Des	1.47269	2.65675	46.67	46.67	-	-
	1A	3.19982	7.20032	40.57	31.70	15.03	47.4
	1B	1.94447	12.14606	19.41			
	2A	1.53395	11.15616	17.21			
	4A	2.36842 4	3.32332	54.09			
	5A	0.82873	4.87588	20.32			
	7A	2.62144	4.75205	46.53			
	8A	0.96293	4.62758	23.68			

La baja repetitividad observada en los resultados se atribuye a la realización de múltiples pruebas durante el proceso de desesterificación, bajo diversas condiciones experimentales. Aunque algunos ensayos no alcanzaron el éxito esperado, se incluyeron todos los datos obtenidos en el análisis.

6.1.5. Hidrólisis pectina con el metal

En esta metodología se utilizó pectina del lote 8 sin desesterificar, por lo que los resultados de infrarrojo serán considerando la utilización de ese lote.

Figura 20.

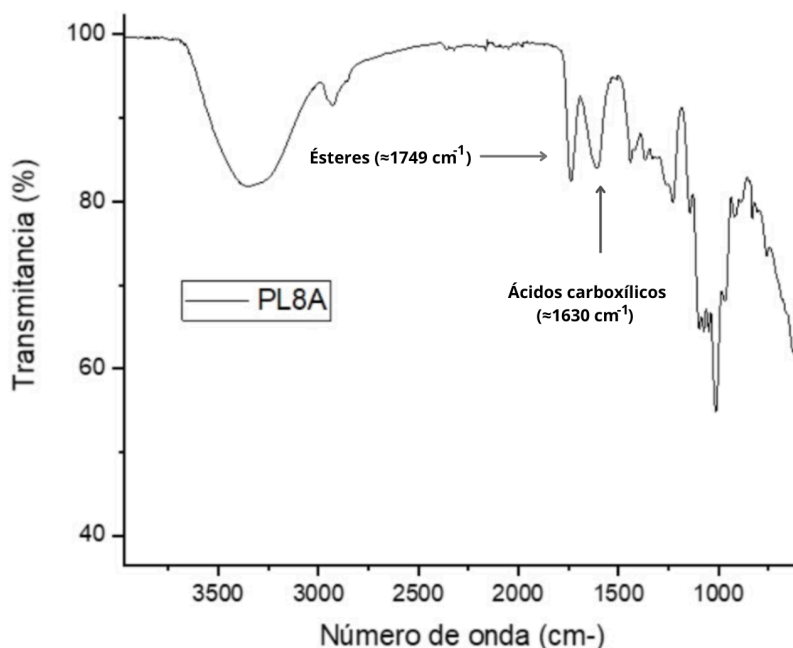


Figura 20. Espectro IR lote 8A desesterificado.

6.1.5.1. Hidrólisis 1 hora vs. 48 horas

El espectro IR obtenido para ambas hidrólisis efectuadas a través del metal presentaron resultados negativos, pues no hubo una disminución de ésteres en la pectina ya que la banda de los ácidos carboxílicos permaneció reducida.

Asimismo, la hidrólisis no exhibió una preferencia por el tiempo de interacción del metal con la pectina. Figura 21.

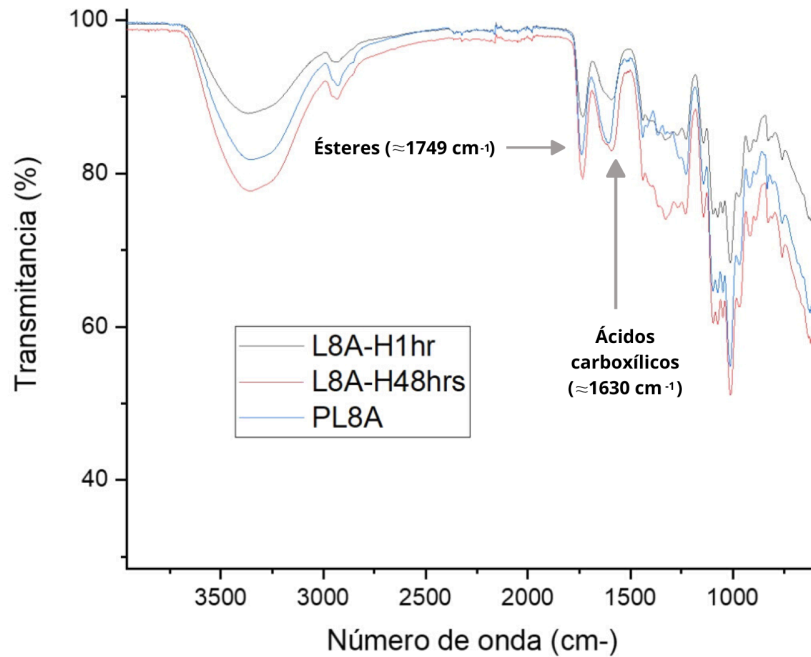


Figura 21. Comparación de tiempos de interacción para la hidrólisis de la pectina en presencia única del metal.

6.2. Pruebas metodológicas cuantificación

6.2.1. Prueba método análisis gravimétrico

Se hicieron 2 pruebas para este método; sin embargo se descartó debido a que los resultados no fueron los esperados, debido a que el precipitado era blanco y no del color negro característico del PbS.

Esto posiblemente se dio debido al uso del reactivo de Na_2S , que no se encontraba en las mejores condiciones.

No se contó con reactivo de partida de suficiente calidad para estas pruebas.

6.2.2. Prueba método titulación complejométrica en retroceso

Los resultados de las pruebas de este método proporcionaron resultados positivos (tabla 9), dando un promedio de porcentaje de error del **13.37%**.

Tabla 9. Pruebas del método de titulación complejométrica en retroceso y sus porcentajes de error

Concentración (M)	Número de moles teóricos	Experimental	Porcentaje de error de cada titulación (%)	Promedio porcentaje de error (%)
0.1	4×10^{-5}	4.4×10^{-5}	10.00	10
1×10^{-5}	4×10^{-8}	4.4×10^{-8}	10.00	7.88
1×10^{-5}	4×10^{-8}	4.23×10^{-8}	5.75	
1×10^{-6}	4×10^{-9}	4.26×10^{-9}	6.50	7.00
1×10^{-6}	4×10^{-9}	4.30×10^{-9}	7.50	
6.0386×10^{-7}	2.41×10^{-9}	3.61×10^{-9}	49.79	28.63
6.0386×10^{-7}	2.41×10^{-9}	3.57×10^{-9}	48.13	
6.0386×10^{-7}	2.41×10^{-9}	2.65×10^{-9}	9.96	
6.0386×10^{-7}	2.41×10^{-9}	2.57×10^{-9}	6.64	

Igualmente es válido aclarar que la disminución de porcentaje de error fue influida por una mejora en la técnica, pues por cada repetición en las pruebas, era más sencillo determinar el cambio de color de las titulaciones.

6.2.3. Prueba método titulación directa

Los resultados obtenidos para esta prueba no se consideraron válidos pues los cálculos efectuados no proporcionaban resultados confiables.

Esto debido a que se observó que algunos reactivos ocupados en el proceso se encontraban en un estado deteriorado, provocando que el plomo constantemente estuviese precipitando y, por ende, generando cálculos no confiables. Dada la importancia de la exactitud en los resultados, se optó por descartar esta metodología.

6.3. Adsorción del plomo con la pectina

6.3.1. Análisis cualitativo IR - Adsorción

A pesar de las diferentes concentraciones de plomo que se utilizaron para interactuar con la pectina, se obtuvieron espectros muy similares con respecto a la interacción metal-pectina por parte de los ácidos carboxílicos, corroborando la adsorción.

6.3.1.1. Adsorción por tiempos

Para esta sección se efectuaron dos pruebas, una durante 1 hora y otra durante 2 horas.

Como se puede ver, en ambas adsorciones, a la banda de los ácidos en 1630 cm^{-1} se le incrementó su intensidad, por lo que corrobora una interacción plomo-pectina efectiva.

En cuestión a los tiempos, se encontró una diferencia para la interacción de dos horas, con una banda un cuanto más alargada; sin embargo, la diferencia no es sustancial.

No obstante, al haber efectuado solo dos pruebas, se debe analizar más a profundidad a través de más repeticiones con distintos tiempos. Figura 22.

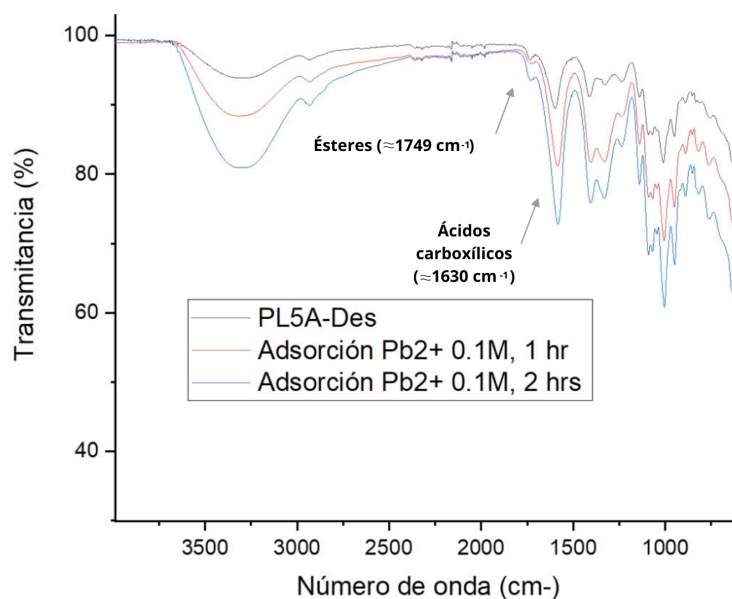


Figura 22. Espectro IR de la pectina después de la adsorción de plomo 0.1 M durante 1 hora vs. adsorción de plomo 0.1 M durante 2 horas.

6.3.1.2. Adsorción Pb diferentes concentraciones, mismo tiempo de interacción

De manera general se puede notar que todas las pruebas de adsorción de plomo, con diferentes concentraciones fueron efectivas, puesto que se incrementa la intensidad de la banda de los ácidos 1630 cm^{-1} , debido a que el enlace es más polar y a que hay más abundancia de enlaces de esa naturaleza, corroborando la interacción metal-pectina.

Asimismo, la diferencia cualitativa entre concentraciones presentó resultados similares; sin embargo, para la concentración de 0.05 M , se nota un tanto más alargada la banda de los ácidos carboxílicos. Figura 23.

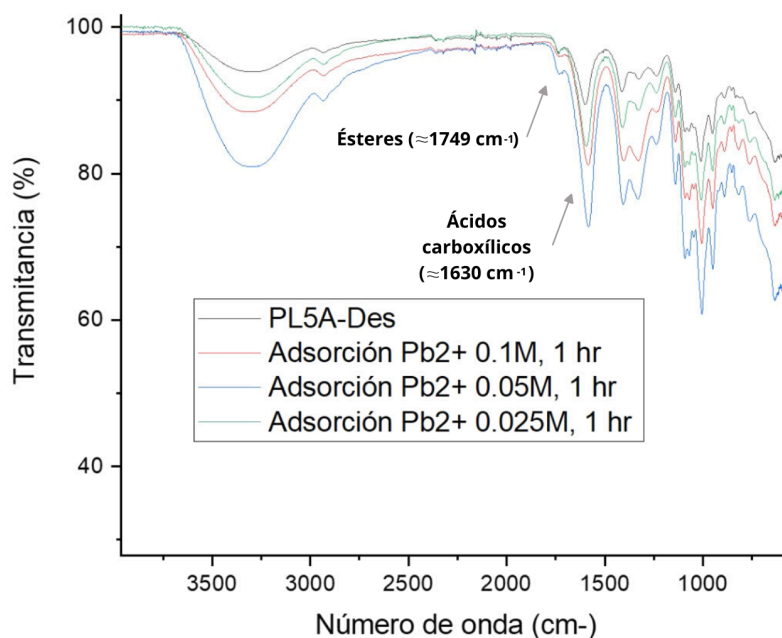


Figura 23. Espectro IR de la pectina posterior a la adsorción de plomo durante 1 hora a diferentes concentraciones (0.1 M , 0.05 M , 0.025 M)

6.3.2. Cuantificación adsorción de plomo

Al ver resultados positivos a partir de las pruebas para la metodología de titulación complejométrica en retroceso, se optó por usar esta misma.

Una vez interaccionando la pectina con el metal, se obtuvieron los siguientes resultados. Tabla 10.

Tabla 10. Determinación cuantitativa por titulación de la adsorción de plomo a diferentes concentraciones y tiempos por la pectina

Concentración (M)	Titulación	Tiempo (h)	Número de moles iniciales	Número de moles finales	Adsorción moles Pb	Adsorción (%)
0.1	Original	1	2×10^{-4}	2×510^{-3}	1.75×10^{-4}	87.5
0.1	R1	1	2×10^{-4}	6×10^{-5}	1.40×10^{-4}	70
0.1	Original	2	2×10^{-4}	3×10^{-5}	1.70×10^{-4}	85
0.05	Original	1	1×10^{-4}	3×10^{-5}	7×10^{-5}	70
0.025	Original	1	5×10^{-5}	2×10^{-5}	3×10^{-5}	60

Se puede notar, en la tabla 10, que sí se efectuó una adsorción por parte de la pectina al plomo indicando éxito, pues los moles finales de este metal cambiaron con respecto a los iniciales; sin embargo, igualmente se puede observar que la adsorción fue disminuyendo conforme se decrecía la concentración de plomo. Esto se puede atribuir a la metodología misma, ya que se basaba en la detección de cambios de coloración, siendo más difícil diferenciarlos a concentraciones más bajas.

6.4. Isotermas

6.4.1. Interacción pectina-plomo

De las 5 soluciones de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a diferentes concentraciones, únicamente se tomaron en cuenta las siguientes:

- 0.03 g/L
- 0.075 g/L
- 0.1 g/L

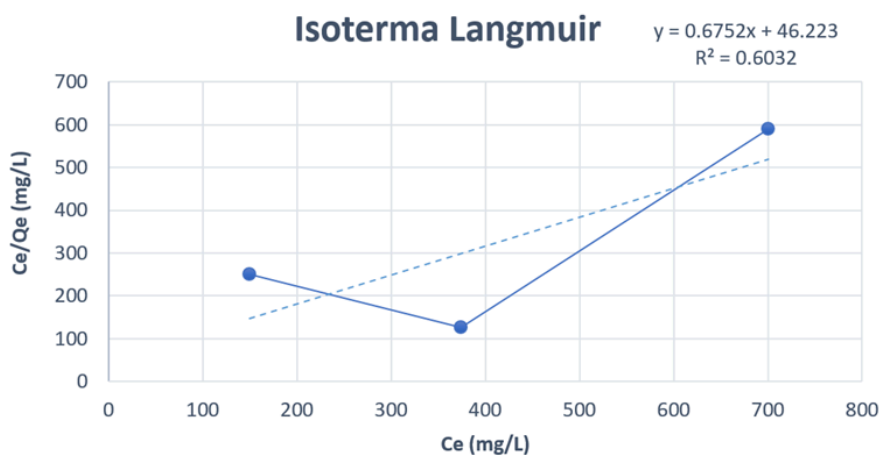
Esto debido a que el residuo del filtrado de las otras soluciones no fue suficiente para cuantificar.

Los cálculos detallados se encuentran disponibles en la sección de apéndices.

6.4.2. Modelos de Langmuir y Freundlich

Al graficar las isotermas conforme a los modelos, se observó lo siguiente:

(a)



(b)

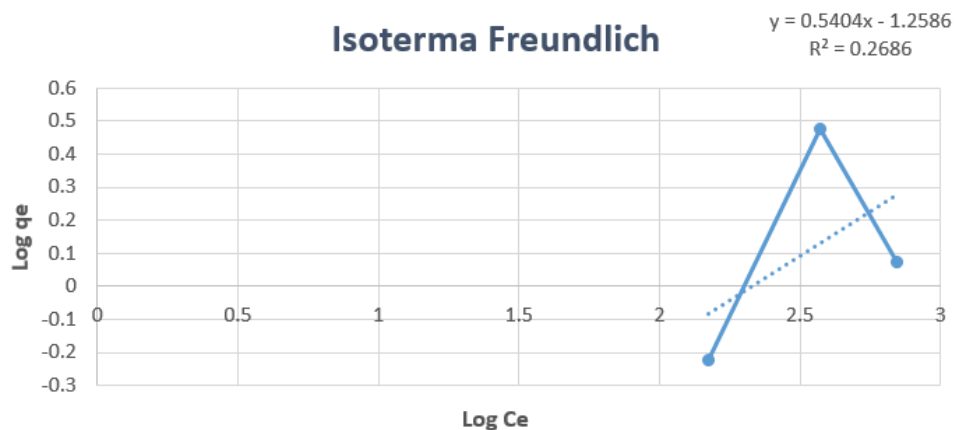


Figura 24. Isotermas graficadas según su modelo; Langmuir (a), Freundlich (b)

En analogía al trabajo realizado por Khotimchenko et al. (2007), donde se llevaron a cabo estudios de equilibrio de sorción de iones de plomo(II) con pectina, se pudo interpretar la interacción pectina-metal a través de sus isotermas.

Como se puede observar en la figura 24, a partir del coeficiente de determinación de ambas ecuaciones que se hicieron, la interacción del plomo con la pectina se ajusta mejor al modelo de Langmuir, pues demostró un coeficiente mayor que con la de Freundlich.

Esto sugiere que la adsorción sigue una distribución de sitios de adsorción homogénea y que no hay interacciones significativas entre las moléculas adsorbidas.

Sin embargo, es importante mencionar que a pesar del análisis exhaustivo, es relevante reconocer la posibilidad de cierta imprecisión debido a un número pequeño de muestras analizadas.

Tabla 11. Factor de separación (RL) para determinar si un sistema de adsorción es favorable o desfavorable

Concentración Pb (g/L)	RL	Si $0 < RL < 1$: favorable
0.03	0.046469	favorable
0.075	0.0191415	favorable
0.1	0.0144409	favorable

También cabe destacar que como se muestra en la tabla 11, para 3 concentraciones usadas, su RL estuvo dentro del siguiente rango: $0 < RL < 1$, por lo que son todas favorables, significando que la pectina es un material bueno para la adsorción de iones de Pb(II)

Los cálculos y tablas asociadas se encuentran disponibles en la sección de apéndices.

6.5. Cinéticas

Los resultados de las series cinéticas fueron variando según su tiempo de interacción, mostrando a continuación sus porcentajes de adsorción:

Serie 1

Tabla 12. Resultados de la adsorción de plomo según el tiempo indicado para la serie 1

Tiempo de interacción	Porcentaje de adsorción (%)
15 min	60
30 min	70
45 min	70
60 min	70

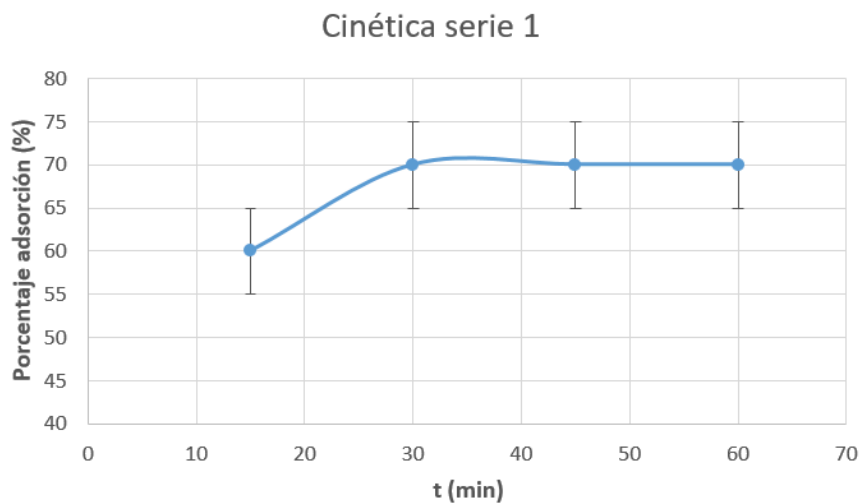
Serie 2

Tabla 13. Resultados de la adsorción de plomo según el tiempo indicado para la serie 2

Tiempo de interacción	Porcentaje de adsorción (%)
5 min	75
10 min	65
15 min	65
30 min	60
45 min	60

Graficando los resultados de adsorción, se puede observar lo siguiente:

(a)



(b)

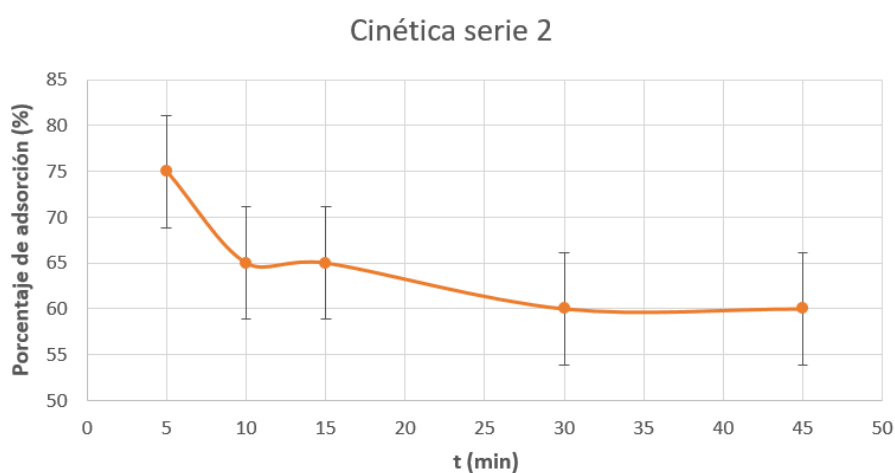


Figura 25. Gráficas de porcentaje de adsorción vs. Tiempo de la serie 1 (a) y la serie 2 (b)

Observando la figura 25, en la serie 1 se puede ver que la pectina va aumentando de manera gradual la adsorción del plomo hasta llegar a un máximo en los primeros 30 minutos y alcanzar un estado de equilibrio.

En contraste, con la serie 2, la adsorción fue más rápida con un aumento significativo en los primeros 5 minutos, donde llega a su máximo, y conforme pasa el tiempo, se observa una disminución hasta, igualmente, llegar al equilibrio.

6.5.1. Modelos cinéticos

Los resultados al graficar la forma lineal de los modelos cinéticos fueron los siguientes:

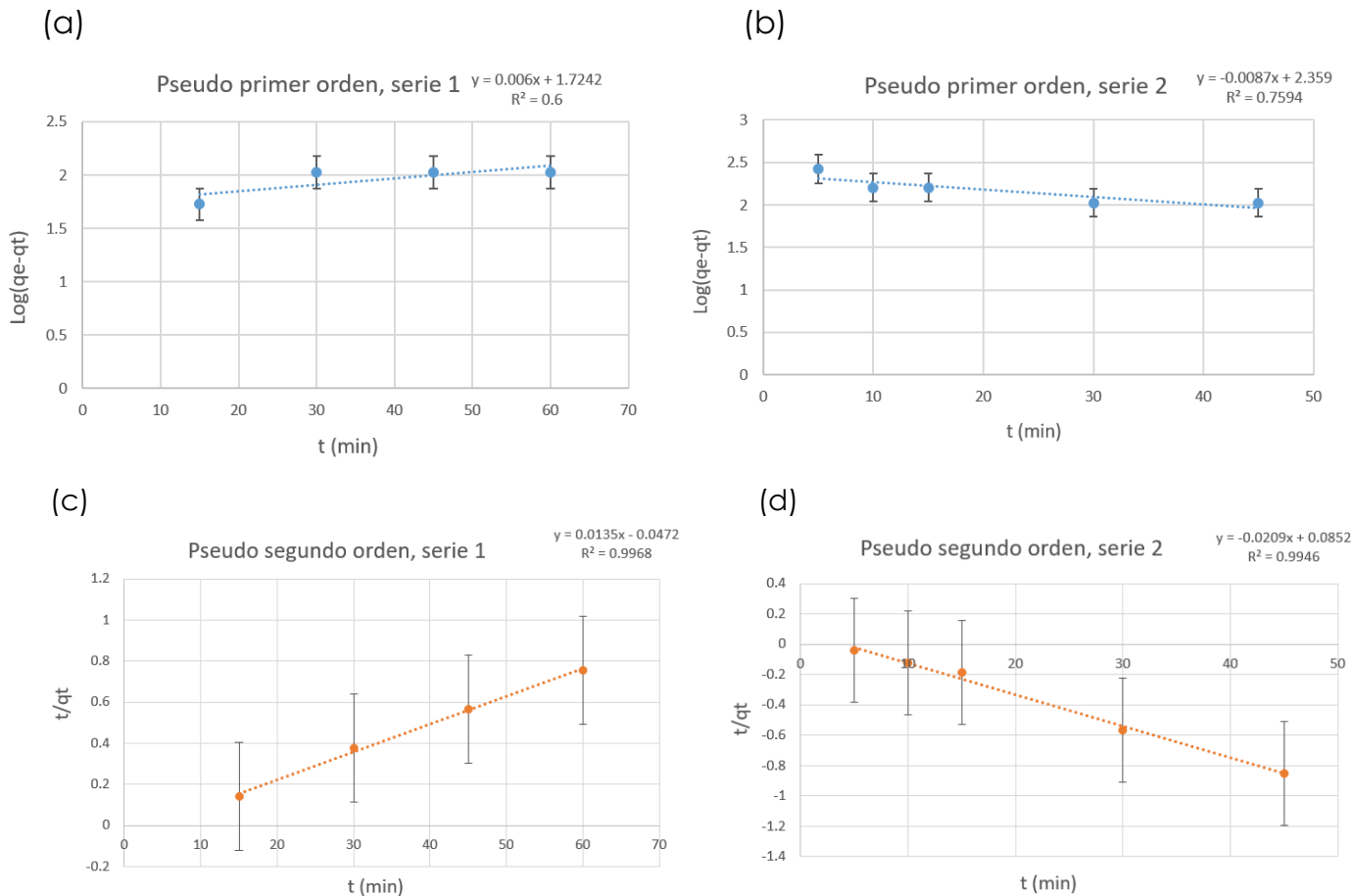


Figura 26. Aplicación de los modelos cinéticos de pseudo primer orden para las adsorciones de la serie 1 (a) y la serie 2 (b) y de pseudo segundo orden para las adsorciones de la serie 1 (c) y serie 2 (d)

En la figura 26 se puede observar que tanto para la serie 1 como para la serie 2, los gráficos se ajustan de una mejor manera a los modelos de pseudo segundo orden (PSO), mostrando ambos un coeficiente de correlación bastante cercano a 1.

Esto sugiere que la adsorción del plomo por parte de la pectina es química y que el paso o condición que controla la reacción depende de la capacidad/naturaleza del adsorbente (en este caso la pectina) y no de la concentración del adsorbato (plomo).

Es importante señalar que los datos fueron obtenidos mediante un procedimiento que puede no ser del todo sólido, lo que podría dar lugar a cierta incertidumbre en los resultados.

Tabla 14. Resumen de los ajustes a las ecuaciones lineales de los modelos cinéticos

Serie	Pseudo primer orden	Ajuste	Pseudo segundo orden	Ajuste
	R ²		R ²	
1	0.6	✗	0.9968	✓
2	0.7594	✗	0.9946	✓

Las tablas que incluyen todos los cálculos para la sección de resultados, se encuentran disponibles en el apéndice.

7. Conclusiones

- Rendimiento materia prima pretratada y pectina

La obtención de pectina fue exitosa, pues se corroboró a través de su caracterización cualitativa por IR.

Los rendimientos promedio para la materia prima pretratada y de la pectina fueron **26.65%** (con una desviación estándar 29.68%) y **6.02%** (con una desviación estándar 2.92%) respectivamente. Este último puede incrementarse si la hidrólisis se realiza en un recipiente de boca pequeña, como lo sería un matraz erlenmeyer, pues en esta investigación se observó el incremento del rendimiento en los últimos lotes, especial del lote 2A en el cual se usó un recipiente así.

Por otro lado, los rendimientos tanto de la materia prima pretratada y la pectina se vieron influidos por la eliminación necesaria de ciertos lotes, pudiendo afectar los resultados promedio.

- Precipitación de la pectina

Para la precipitación de la pectina, el uso de isopropanol o etanol no mostraron diferencia notable sobre el DE, sin embargo, en esta investigación no se realizó un análisis más profundo sobre ello, por lo que se recomendaría hacer uno para llegar a una conclusión más confiable.

- Grado de esterificación

En cuanto al grado de esterificación de la pectina, se puede concluir una efectiva metodología que disminuye el número de ésteres en la cadena de pectina, debido a que pasó de presentar un grado de esterificación promedio del **50.74%** al **31.70%**, dejando a la pectina preparada para su uso como biosorbente.

Asimismo, cuantitativamente se pudo obtener el grado de esterificación a través de IR, calculando el área debajo de las bandas de interés y sustituyendo estos valores en una curva de calibración previamente

reportada en la literatura. No se optó por tomar los resultados a través de la metodología cuantitativa de titulación, debido a que el porcentaje de error fue alto.

- Hidrólisis de la pectina con el metal

Con respecto a las hidrólisis realizadas utilizando únicamente la presencia del metal, los resultados no fueron los esperados pues no se logró disminuir el porcentaje de grado de esterificación; sin embargo se podrían realizar más pruebas y buscar otras condiciones para profundizar en el tema.

- Metodologías cuantificación de adsorción

Acerca de las metodologías que se pusieron a prueba para la cuantificación, se optó por usar la de titulación complejométrica en retroceso, pues demostró un porcentaje de error bajo, convirtiéndose en la más apta para la cuantificación de adsorción.

Por el contrario, tanto la metodología por precipitación como la metodología por titulación directa, no dieron resultados favorables para cuantificar la cantidad de plomo presente, ya que, para ambas metodologías no se contaban con los reactivos adecuados y en buen estado.

Igualmente es digno de mencionar que la búsqueda por más metodologías de cuantificación aún sigue en pie.

- Adsorción del metal

Con relación a la adsorción por parte de la pectina, se obtuvieron resultados exitosos, pues se pudo evidenciar la adsorción de plomo por la molécula de pectina, tanto cualitativamente como cuantitativamente, confirmando su función como un bioadsorbente prometedor.

- Caracterización cualitativa de la pectina

En cuanto a la caracterización cualitativa de la pectina, se puede concluir en una adsorción evidente, pues las bandas características, en especial la de los ácidos carboxílicos de la que se encarga de la adsorción, presentó diferencias antes y después de la interacción con el metal, concluyendo en una interacción buena y una remoción de plomo efectiva.

- Cuantificación del metal adsorbido

Para la parte cuantitativa, igualmente se presentaron resultados atractivos, obteniendo adsorciones del plomo arriba del **50%** para todas las concentraciones, no obstante por falta de tiempo no se pudieron hacer las pruebas necesarias a diferentes concentraciones de metal y sus respectivas réplicas para obtener resultados más confiables.

- Isotermas

Con base en los resultados obtenidos, se puede inferir que la interacción del plomo con la pectina se ajusta de manera más precisa al modelo de **Langmuir**. Esto sugiere que **la adsorción sigue una distribución monocapa y homogénea de sitios de adsorción**. Igualmente, el RL indicó que la adsorción es favorable por lo que la pectina presenta un futuro prometedor para la remoción de plomo

En última instancia, se puede concluir que la adsorción está directamente relacionada con la disponibilidad de sitios de unión en la pectina, específicamente los grupos carboxilo libres que tienen la capacidad de adsorber un número finito de iones.

- Cinéticas

Se puede concluir que la interacción plomo-pectina sigue el modelo de **pseudo segundo orden**, pues, aunque los datos entre series no son consistentes, van en la misma dirección y demuestran una gran inclinación

por este modelo. Esto nos indica que la adsorción depende de los dos componentes. **Es una quimisorción.**

El adsorbente no solo es como una esponja, va más allá de una simple transferencia de masa, importa su naturaleza, hay una interacción específica entre ambos componentes.

La naturaleza de la pectina desempeña un papel esencial en este proceso, ya que su capacidad de adsorción está relacionada con sus propiedades químicas y estructurales.

Igualmente es importante destacar que esta adsorción se produce en un número limitado de sitios disponibles

8. Perspectivas

Las perspectivas de esta investigación se pueden resumir en los siguientes puntos:

- Optimización de la extracción de pectina

Aun cuando se logró con éxito la extracción de la pectina, se pueden encontrar mejores condiciones y materiales para incrementar el rendimiento, por ejemplo, la elección apropiada de materiales de laboratorio para la hidrólisis y la disponibilidad de un horno adecuado podrían optimizar el proceso.

- Optimización de las condiciones de remoción del plomo

Esto debido a que la remoción de plomo por parte de la pectina resultó efectiva, no obstante se deben encontrar las condiciones ideales para una mayor adsorción, por ejemplo, se pueden ajustar parámetros como el pH y la concentración de pectina, así como probar cambios en el tiempo de contacto.

- Buscar alternativas de cuantificación de plomo

Dos de los tres métodos de cuantificación para el plomo puestos a prueba en esta investigación no se tomaron en cuenta debido al porcentaje de error posible en ellos; sin embargo, a pesar de que hubo un método que sí se aplicó, se deben buscar más alternativas para la cuantificación de plomo para confirmar los resultados obtenidos. Por ejemplo, la espectroscopia de absorción atómica es un método muy eficaz para la cuantificación de metales como el plomo.

- Estudio datos cuantitativos específicos en Morelos acerca de plomo en aguas residuales

Debido a la poca información presente en la literatura que proporcione datos cuantitativos acerca de la presencia de plomo en aguas residuales de

morelos, se puede abrir la opción de cuantificar estos para tomarlos como referencia en esta investigación

- Escalar el experimento

Esto debido a que durante esta tesis se trabajó con volúmenes y cantidades muy pequeñas, abriendo paso a un mayor margen de error y no permitiendo realizar más repeticiones, como fue en el caso de las isotermas y cinéticas, que demostraron resultados no consistentes entre series debido a que no se pudieron realizar réplicas.

Esto se puede evitar aumentando el volumen y cantidad de material para asegurar tener suficiente cantidad de pectina y sobrenadante (al interaccionar el plomo y la pectina) y así poder cuantificar de una mejor manera.

9. Apéndice

9.1. Isotermas

9.1.1. Cálculos estequiométricos

Solución	0.30 g/L	0.75 g/L	0.1 g/L
Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)	$(9.06E-04) \cdot (5.00E-04) = 4.53E-07$	$(2.26E-03) \cdot (1.00E-03) = 2.26E-06$	$(3.02E-03) \cdot (5.0E-04) = 1.51E-06$
Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)	$(9.06E-04) \cdot (7.5E-04) = 6.80E-07$	$(2.26E-03) \cdot (1.5E-03) = 3.39E-06$	$(3.02E-03) \cdot (7.5E-04) = 2.27E-06$
Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)	$(9.06E-04) \cdot (5.00E-04) = 4.53E-07$	$(2.26E-03) \cdot (1.00E-03) = 2.26E-06$	$(3.02E-03) \cdot (4.0E-04) = 1.21E-06$
Número de moles EDTA inicial - exceso:	$(6.80E-07) - (4.53E-07) = 2.27E-07$	$(3.39E-06) - (2.26E-06) = 1.13E-06$	$(2.27E-06) - (1.21E-06) = 1.06E-06$
Número de moles de plomo adsorbidos:	$(4.53E-07) - (2.27E-07) = 2.26E-07$	$(2.26E-06) - (1.13E-06) = 1.13E-06$	$(1.51E-06) - (1.06E-06) = 4.53E-07$
Porcentaje adsorbido (%):	$((2.26E-07) \cdot (100)) / 4.53E-07 = 50\%$	$((1.13E-06) \cdot (100)) / 2.26E-06 = 50\%$	$((4.53E-07) \cdot (100)) / 1.51E-06 = 30\%$
Datos extra	0.30 g/L	0.75 g/L	0.1 g/L
Molaridad (Pb y EDTA)	9.06E-04	2.26E-03	3.02E-03
V _{Pb}	5.00E-04	1.00E-03	5.00E-04
V _{EDTA inicial}	7.50E-04	1.50E-03	7.50E-04
V _{titulación (EDTA exceso)}	5.00E-04	1.00E-03	4.00E-04

9.1.2. Análisis para las ecuaciones de Langmuir y Freundlich

- Langmuir

Ce: Concentración final del soluto (ppm)	Qe: Cantidad adsorbida (mg/g)	Ce/Qe (mg/L)
150.0336	0.5988096	250.5530973
374.256	2.994048	125
700.1568	1.1870208	589.84375

q_{max}	0.0014811
b	0.0684592

- Freundlich

Ce: Concentración final del soluto (ppm)	qe: Cantidad adsorbida (mg/g)	Log qe	Log Ce
150.03360	0.59881	-0.22271	2.17619
374.25600	2.99405	0.47626	2.57317
700.15680	1.18702	0.07446	2.84520

n	1.85048113
Kf	0.05513152

9.2. Cinéticas

9.2.1. Cálculos estequiométricos

- Serie 1

Cuantificación titulaciones cinéticas			
Tiempo de interacción: 15 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)	Tiempo de interacción: 30 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.001) = 1.00E-04$		$(0.1) \cdot (0.001) = 1.00E-04$
	Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)		Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.0015) = 1.5E-04$		$(0.1) \cdot (0.0015) = 1.5E-04$
	Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)		Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)
	$(0.1)(0.0011) = 1.1E-04$		$(0.1)(0.0012) = 1.2E-04$
	Número de moles EDTA inicial - exceso:		Número de moles EDTA inicial - exceso:
	$(1.5E-04) - (1.1E-04) = 4.00E-05$		$(1.5E-04) - (1.1E-04) = 3.00E-05$
	Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)		Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)
$(1.00E-04) - (4.00E-05) = 6.00E-05$	$(1.00E-04) - (3.00E-05) = 7.00E-05$		
Porcentaje adsorbido	Porcentaje adsorbido		
$((6.00E-05)(100))/1.00E-04 = 60\%$	$((7.00E-05)(100))/1.00E-04 = 70\%$		

Cuantificación titulaciones cinéticas			
Tiempo de interacción: 45 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)	Tiempo de interacción: 60 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (5.00E-04) = 5.00E-05$		$(0.1) \cdot (0.001) = 1.00E-04$
	Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)		Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (7.5E-04) = 7.5E-05$		$(0.1) \cdot (0.0015) = 1.5E-04$
	Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)		Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)
	$(0.1)(6.00E-04) = 6.00E-05$		$(0.1)(0.0012) = 1.2E-04$
	Número de moles EDTA inicial - exceso:		Número de moles EDTA inicial - exceso:
	$(7.5E-05) - (6.00E-05) = 1.5E-05$		$(1.5E-04) - (1.1E-04) = 3.00E-05$
	Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)		Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)
$(5.00E-05) - (1.5E-05) = 3.5E-05$	$(1.00E-04) - (3.00E-05) = 7.00E-05$		
Porcentaje adsorbido	Porcentaje adsorbido		
$((3.5E-05)(100))/5.00E-05 = 70\%$	$((7.00E-05)(100))/1.00E-04 = 70\%$		

- **Serie 2**

Cuantificación titulaciones cinéticas			
Tiempo de interacción: 5 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)	Tiempo de interacción: 10 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.002) = 2.00E-04$		$(0.1) \cdot (0.002) = 2.00E-04$
	Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)		Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.003) = 3E-04$		$(0.1) \cdot (0.003) = 3E-04$
	Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)		Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)
	$(0.1)(0.0025) = 2.5E-04$		$(0.1)(0.0023) = 2.3E-04$
	Número de moles EDTA inicial - exceso:		Número de moles EDTA inicial - exceso:
	$(3E-04) - (2.5E-04) = 5.00E-05$		$(3E-04) - (2.3E-04) = 7.00E-05$
	Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)		Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)
$(2.00E-04) - (5.00E-05) = 1.5E-04$	$(2.00E-04) - (7.00E-05) = 1.3E-04$		
Porcentaje adsorbido	Porcentaje adsorbido		
$((1.5E-04)(100))/2.00E-04 = 75\%$	$((1.3E-04)(100))/2.00E-04 = 65\%$		

Cuantificación titulaciones cinéticas			
Tiempo de interacción: 15 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)	Tiempo de interacción: 30 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.002) = 2.00E-04$		$(0.1) \cdot (0.002) = 2.00E-04$
	Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)		Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.003) = 3E-04$		$(0.1) \cdot (0.003) = 3E-04$
	Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)		Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)
	$(0.1)(0.0023) = 2.3E-04$		$(0.1)(0.0022) = 2.2E-04$
	Número de moles EDTA inicial - exceso:		Número de moles EDTA inicial - exceso:
	$(3E-04) - (2.3E-04) = 7.00E-05$		$(3E-04) - (2.2E-04) = 8.00E-05$
	Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)		Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)
$(2.00E-04) - (7.00E-05) = 1.3E-04$	$(2.00E-04) - (8.00E-05) = 1.2E-04$		
Porcentaje adsorbido	Porcentaje adsorbido		
$((1.3E-04)(100))/2.00E-04 = 65\%$	$((1.2E-04)(100))/2.00E-04 = 60\%$		

Cuantificación titulaciones cinéticas	
Tiempo de interacción: 45 min	Número de moles de Pb iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.002) = 2.00E-04$
	Número de moles de EDTA iniciales: (M)(V)
	$(0.1) \cdot (0.003) = 3E-04$
	Número de moles de EDTA exceso: (M)(V)
	$(0.1)(0.0022) = 2.2E-04$
	Número de moles EDTA inicial - exceso:
	$(3E-04) - (2.2E-04) = 8.00E-05$
	Adsorbido (moles Pb iniciales - moles Pb finales)
$(2.00E-04) - (8.00E-05) = 1.2E-04$	
Porcentaje adsorbido	
$((1.2E-04)(100))/2.00E-04 = 60\%$	

9.2.2. Análisis para la determinación del orden de la cinética de adsorción de plomo

- Pseudo primer orden, serie 1.

	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ct (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_t
q_t	15	33120	19872	0.001	0.125	105.984
	30	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	45	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	60	33120	23184	0.001	0.125	79.488

C_t	Tiempo (min)	Moles adsorbidos	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	15	6.00E-05	331.2	1.99E-02	19.872	19872
	30	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	45	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	60	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184

q_e	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ce (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_e
	15	33120	13248	0.001	0.125	158.976
	30	33120	9936	0.001	0.125	185.472
	45	33120	9936	0.001	0.125	185.472
	60	33120	9936	0.001	0.125	185.472

C_e	Tiempo (min)	Moles Pb finales	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	15	4.00E-05	331.2	1.32E-02	13.248	13248
	30	3.00E-05	331.2	9.94E-03	9.936	9936
	45	3.00E-05	331.2	9.94E-03	9.936	9936
	60	3.00E-05	331.2	9.94E-03	9.936	9936

Tiempo (min)	Log ($q_e - q_t$)	Pendiente	0.006
15	1.724210311	Ordenada al origen	1.7242
30	2.025240306	K1 (min ⁻¹)	0.013818
45	2.025240306		
60	2.025240306		

- Pseudo primer orden, serie 2

q_t	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ct (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_t
	5	33120	49680	0.001	0.125	-132.48
	10	33120	43056	0.001	0.125	-79.488
	15	33120	43056	0.001	0.125	-79.488
	30	33120	39744	0.001	0.125	-52.992
	45	33120	39744	0.001	0.125	-52.992

C_t	Tiempo (min)	Moles adsorbidos	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	5	1.50E-04	331.2	4.97E-02	49.68	49680
	10	1.30E-04	331.2	4.31E-02	43.056	43056
	15	1.30E-04	331.2	4.31E-02	43.056	43056
	30	1.20E-04	331.2	3.97E-02	39.744	39744
	45	1.20E-04	331.2	3.97E-02	39.744	39744

q_e	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ce (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_e
	5	33120	16560	0.001	0.125	132.48
	10	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	15	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	30	33120	26496	0.001	0.125	52.992
	45	33120	26496	0.001	0.125	52.992

C_e	Tiempo (min)	Moles Pb finales	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	5	5.00E-05	331.2	1.66E-02	16.56	16560
	10	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	15	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	30	8.00E-05	331.2	2.65E-02	26.496	26496
	45	8.00E-05	331.2	2.65E-02	26.496	26496

Tiempo (min)	Log ($q_e - q_t$)
5	2.4232
10	2.2013
15	2.2013
30	2.0252
45	2.0252

Pendiente	0.0087
Ordenada al origen	2.359
K1 (min⁻¹)	0.0200361

- Pseudo segundo orden, serie 1

q_t	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ct (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_t
	15	33120	19872	0.001	0.125	105.984
	30	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	45	33120	23184	0.001	0.125	79.488
	60	33120	23184	0.001	0.125	79.488

C_t	Tiempo (min)	Moles adsorbidos	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	15	6.00E-05	331.2	1.99E-02	19.872	19872
	30	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	45	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184
	60	7.00E-05	331.2	2.32E-02	23.184	23184

t/q_t	Pendiente	0.0135
0.141530797	Ordenada al origen	0.0472
0.377415459	K2 (g/mg*min)	0.0038612
0.566123188		
0.754830918		

- Pseudo segundo orden, serie 2

q_t	Tiempo (min)	Co (ppm)	Ct (ppm)	Volumen (L)	Masa pectina (g)	q_t
	5	33120	49680	0.001	0.125	-132.48
	10	33120	43056	0.001	0.125	-79.488
	15	33120	43056	0.001	0.125	-79.488
	30	33120	39744	0.001	0.125	-52.992
	45	33120	39744	0.001	0.125	-52.992

C_t	Tiempo (min)	Moles adsorbidos	Masa molar nitrato de plomo (g/mol)	Masa de nitrato de plomo (g)	Masa de nitrato de plomo (mg)	Concentración (ppm)
	5	1.50E-04	331.2	4.97E-02	49.68	49680
	10	1.30E-04	331.2	4.31E-02	43.056	43056
	15	1.30E-04	331.2	4.31E-02	43.056	43056
	30	1.20E-04	331.2	3.97E-02	39.744	39744
	45	1.20E-04	331.2	3.97E-02	39.744	39744

t/q_t	Pendiente	0.0209
-0.037741546	Ordenada al origen	0.0852
-0.125805153	K2 (g/mg*min)	0.0051269
-0.188707729		
-0.566123188		
-0.849184783		

10. Bibliografía

1. Awual, M. R. (2019, Junio, 01). *An efficient composite material for selective lead(II) monitoring and removal from wastewater*. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(3), 103087. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103087>
2. *Lead poisoning*. (2022, August 31). World Health Organization (WHO). Retrieved Noviembre 26, 2022, from <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/lead-poisoning-and-health>
3. Zamora-Ledezma, C., & Guerrero, V. H. (2021, Marzo 19). *Heavy metal water pollution: A fresh look about hazards, novel and conventional remediation methods*. *Environmental Technology & Innovation*, 22, 101504. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101504>
4. Hussain, A., Madan, S., Madan, R., & Devaramani, S. (2021, Julio 12). *Removal of Heavy Metals from Wastewater by Adsorption*. *IntechOpen*. Recuperado Noviembre 26, 2022, from <https://www.intechopen.com/chapters/75491>
5. *¿Cuál es la diferencia entre absorción y adsorción?* (2021, Diciembre 19). *Carbotecnia*. Recuperado Noviembre 26, 2022, from <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/tratamiento-de-agua/diferencia-entre-absorcion-y-adsorcion/>
6. Kavand, M., Kaghazchi, T., & Soleimani, M. (2014, Abril 01). Optimization of parameters for competitive adsorption of heavy metal ions (Pb⁺², Ni⁺², Cd⁺²) onto activated carbon. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 31, 692–700. <https://doi.org/10.1007/s11814-013-0280-8>

7. Kongsuwan, A., Patnukao, P., & Pavasant, P. (2009, Julio 25). Binary component sorption of Cu(II) and Pb(II) with activated carbon from Eucalyptus camaldulensis Dehn bark. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 15(4), 465-470. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2009.02.002>
8. Kobayashi, Y., Ogata, F., Nakamura, T., & Kawasaki, N. (2020, Abril). Synthesis of novel zeolites produced from fly ash by hydrothermal treatment in alkaline solution and its evaluation as an adsorbent for heavy metal removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(2), 103687. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103687>
9. Valladares-Cisneros, M. G., Valerio-Cárdenas, C., de la Cruz-Burelo, P., & Melgoza-Alemán, R. M. (2017). Adsorbentes no-convencionales, alternativas sustentables para el tratamiento de aguas residuales. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 16(31), 55-73. <https://doi.org/10.22395/rium.v16n31a3>
10. Vizcaíno Mendoza, L., Fuentes Molina, N., & González Fragozo, H. (2017). Adsorción de plomo (II) en solución acuosa con tallos de hojas de Eichhornia crassipes. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 20(2), 435-444. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-4226201700020002
11. *Producción de cítricos en México* | *Biblioteca de Publicaciones Oficiales del Gobierno de la República* | Gobierno | gov.mx. (2022, Marzo 01). Gobierno de México. Retrieved November 26, 2022, from <https://www.gob.mx/publicaciones/articulos/produccion-de-citricos-en-mexico>
12. Cervantes Delfín, K., Cruz López, A., & Campos Mondragón, M. (2016, Marzo 27). Subproductos obtenidos a partir de distintas cáscaras de fruta. *Revista*

Iberoamericana de Producción Académica y Gestión Educativa, 3(5).

<https://www.pag.org.mx/index.php/PAG/article/view/551>

13. Rosa Mantilla-Mantilla, R. (2020), Caracterización de Pectina Extraída a Partir de Residuos de Fruta [Tesis de pregrado, Universidad de los Andes]. Recuperado de <https://repositorio.uniandes.edu.co/flexpaper/handle/1992/49095/u833818.pdf?sequence=1&isAllowed=y#page=1>
14. Mamani Crispín, P. L., Ruiz Caro, R., & Veiga Ochoa, M. D. (2012). Pectina Usos Farmacéuticos y Aplicaciones Terapéuticas. *Anales de la Real Academia Nacional de Farmacia*, (1), 82-97. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4098440>
15. ¿Qué es la pectina? | Aditivos alimentarios. (n.d.). Silvateam. Recuperado Noviembre 30, 2022, from <https://www.silvateam.com/es/productos-y-servicios/aditivos-alimentarios/pectina/que-es-la-pectina.html>
16. Celus, M., Kyomugasho, C., Kermani, Z. J., Roggen, K., Van Loey, A. M., Grauwet, T., & Hendrickx, M. E. (2017, Diciembre). Fe²⁺ adsorption on citrus pectin is influenced by the degree and pattern of methylesterification. *Food Hydrocolloids*, 73, 101-109. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.06.021>
17. Schiewer, S., & Patil, S. B. (2008). Pectin-rich fruit wastes as biosorbents for heavy metal removal: equilibrium and kinetics. *Bioresource technology*, 99(6), 1896–1903. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.03.060>
18. Grant, G. T., Morris, E. R., Rees, D. A., Smith, P. J.C., & Thom, D. (1973, Mayo 15). Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: The egg-box model. *FEBS Letters*, 32(1), 195-198. [https://doi.org/10.1016/0014-5793\(73\)80770-7](https://doi.org/10.1016/0014-5793(73)80770-7)

19. Gawkowska, D., Cybulska, J., & Zdunek, A. (2018). Structure-Related Gelling of Pectins and Linking with Other Natural Compounds: A Review. *Polymers*, 10(7), 762. <https://doi.org/10.3390/polym10070762>
20. Sundeen, K. (2009), Pectin: The Miracle Molecule [Tesis de licenciatura, Universidad de Pennsylvania]. Recuperado de <https://www.sas.upenn.edu/~ksundeen/sundeen%20thesis.pdf>
21. Kastner, H., Einhorn-Stoll, U., & Senge, B. (2012). Structure formation in sugar containing pectin gels – Influence of Ca²⁺ on the gelation of low-methoxylated pectin. *Food Hydrocolloids*, 27(1), 42-49. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.09.001>
22. J.J. Debon, S. J.J., & Tester, R. F. (2001, Junio). In vitro binding of calcium, iron and zinc by non-starch polysaccharides. *Food Chemistry*, 73(4), 401-410. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(00\)00312-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(00)00312-5)
23. Ma, X., Li, D., Wu, Z., Zhang, H., Chen, X., & Liu, Z. (2016, Enero 15). Mercury Removal by Adsorption on Pectin Extracted from Sugar Beet Pulp: Optimization by Response Surface Methodology. *Chemical Engineering & Technology*, 39(2), 371-377. <https://doi.org/10.1002/ceat.201400059>
24. Thi Diem Uyen, Huynh & Lerbret, Adrien & Neiers, Fabrice & Chambin, Odile & Assifaoui, Ali. (2016). Binding of Divalent Cations to Polygalacturonate: A Mechanism Driven by the Hydration Water. *The Journal of Physical Chemistry. B*. 120. 10.1021/acs.jpcc.5b11010.
25. Valencia, D. H (2019) *Extracción y Caracterización de Pectina de Cáscara de Plátano Cultivado en Colombia y de la Especie Musa Paradisiaca para su Aplicación en la Preparación de Nanopartículas* [Tesis de licenciatura, Universidad Nacional Abierta y a Distancia de Ciencias Básicas, Tecnología e Ingeniería]

26. Limberg, G., Körner, R., Buchholt, H. C., Christensen, T. M., Roepstorff, P., & Mikkelsen, J. D. (2000). Analysis of different de-esterification mechanisms for pectin by enzymatic fingerprinting using endopectin lyase and endopolygalacturonase II from *A. niger*. *Carbohydrate research*, 327(3), 293–307. [https://doi.org/10.1016/S0008-6215\(00\)00067-7](https://doi.org/10.1016/S0008-6215(00)00067-7)
27. Jiménez F., Javier & Ramirez, Miguel & Vargas, Lina. (2017). Evaluation of pectin extracted enzymatically from cocoa (*theobroma cacao* L.) Pod husks. *U.D.C.A. Actualidad & Divulgación Científica*. 20(1), 131-138, https://www.researchgate.net/publication/319327838_Evaluation_of_pectin_extracted_enzymatically_from_cocoa_theobroma_cacao_L_Pod_husks
28. Manrique, G. D., & Lajolo, F. M. (2002). FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 25, 99-107. [http://dx.doi.org/10.1016/S0925-5214\(01\)00160-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-5214(01)00160-0)
29. Mat Easa, A., Weng Wai, W., & Alkarkhi, A. F.M. (2010). Effect of extraction conditions on yield and degree of esterification of durian rind pectin: An experimental design. *Food and Bioproducts Processing*, 88, 209–214. 10.1016/j.fbp.2010.01.010
30. Khotimchenko, M., Kovalev, V., & Khotimchenko, Y. (2007). Equilibrium studies of sorption of lead(II) ions by different pectin compounds. *Journal of hazardous materials*, 149(3), 693–699. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.04.030>
31. Zorlu, B. (2017). *Which method is more effective in determining the amount of Pb²⁺ ions in mole found in water; precipitating Pb²⁺ ions in water sample as PbS (Lead(II) Sulfide) by using Na₂S (Sodium Sulfide) or by titrating the excess EDTA with ZnSO₄ (Zinc*

Sulfate) solution when EDTA is added to the water sample containing Pb^{2+} ions? [Tesis de pregrado, TED Ankara College].

32. What is the full name of EDTA? Draw its structure, Study.com. Recuperado octubre 31, 2023, from <https://homework.study.com/explanation/what-is-the-full-name-of-edta-draw-its-structure.html>
33. Ethylenediaminetetraacetic acid. (2010). Wikipedia. Recuperado octubre 31, 2023, de https://en.wikipedia.org/wiki/Ethylenediaminetetraacetic_acid
34. Harris, D. (2003) Análisis químico cuantitativo. Editorial Reverté.
35. Murillo, Y. S., Giraldo, L., & Moreno, J. C. (2011). *Determinación de la cinética de adsorción de 2,4-Dinitrofenol en carbonizado de hueso bovino por espectrofotometría UV-VIS*. Revista Colombiana de Química, 40(1), 91-103.
36. Moussout, H., Ahlafi, H., Aazza, M., & Maghat, H. (2018). *Critical of linear and nonlinear equations of pseudo-first order and pseudo-second order kinetic models*. Karbala International Journal of Modern Science, 4(2), 244-254. doi:10.1016/j.kijoms.2018.04.001
37. Revellame, E. D., Fortela, D. L., Sharp, W., Hernandez, R., & Zappi, M. E. (2020). *Adsorption kinetic modeling using pseudo-first order and pseudo-second order rate laws: A review*. Cleaner Engineering and Technology, 1, 100032. doi:10.1016/j.clet.2020.100032
38. Ho YS, McKay GA. (1998). *Comparaison of chemisorption kinetic models applied to pollutant removals on various sorbents*. Trans IChemE. Vol.76, pp. 332.

39. Sahoo, T. R., & Prelot, B. (2020). *Adsorption processes for the removal of contaminants from wastewater. Nanomaterials for the Detection and Removal of Wastewater Pollutants*, 161–222. doi:10.1016/b978-0-12-818489-9.00007-4
40. Menéndez, R., & Santamaría, R. (2016). *Una nueva generación de carbones activados de altas prestaciones para aplicaciones medioambientales* [Tesis de Doctorado.] <https://www.tdx.cat/handle/10803/382268>



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
CONTROL ESCOLAR DE LICENCIATURA



VOTOS DE APROBATORIOS

SECRETARIA EJECUTIVA
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS

PRESENTE

Por medio del presente le informamos que después de revisar la versión escrita de la tesis que realizó la C. **MARTÍNEZ GONZÁLEZ CASTELAZO MARIA XIMENA** con número de matrícula **10019723** cuyo título es:

Remoción de Plomo (II) de agua empleando pectina extraída de cáscaras de naranja.

Consideramos que **SI** reúne los méritos que son necesarios para continuar los trámites para obtener el título de **LICENCIADO EN DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUIMICA**

Cuernavaca, Mor a 12 de abril de 2024

Atentamente
Por una humanidad culta

Se adiciona página con la e-firma UAEM de los siguientes:

DR. JOSÉ RAYMUNDO HUGO TLAHUEXT ROMERO
DRA. ANGÉLICA BERENICE AGUILAR GUADARRAMA
DRA. CAROLINA GODOY ALCÁNTAR
DR. HUGO MORALES ROJAS
DR. MARIO ALFONSO MURILLO TOVAR

(PRESIDENTE)
(SECRETARIO)
(VOCAL)
(SUPLENTE)
(SUPLENTE)



MIE/VRRC/ea

Av. Universidad 1001 Col. Chamilpa, Cuernavaca Morelos, México, 62209.
Tel. (777) 329 70 00, Ext. 3270 / correo certificados.titulacionesiicba@uaem.edu.mx

UAEM
RECTORÍA
2023-2029



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

CONTROL ESCOLAR DE LICENCIATURA





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

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

CAROLINA GODOY ALCANTAR | Fecha:2024-04-12 10:15:09 | Firmante

46cr/Oo7mG9YIXA6FZcxnAGFnOK5zh6UEZeYE3S1JyjOSIRy+eDhYDvVfxEgJJPBmULPv8vyQTHfKGdu8JM/Nab/3QheZzQPRFwzHH62/aw4XrE0OULU2ufua1/qgKDBdIn4/jq6pYbj92+vwnO2wjt4GxxUEKeSstVNIqS010/UpCcssV2hVj0MNIIdUpmHq6yhEc917fdO+nFMdg+6gE7L5ap0IEZsRNnx51iP+/DR3rKQIHZU3+1wCRL9N7vTL6fapXvV91XVcJsY YhDR0FDvdqTXQAiTm8oFB8Qx3cMFwaeJlU9LmSu7i9dQv+j6kD26BKYWys4qdcT5U0eV7og==

JOSE RAYMUNDO HUGO TLAHUEXT ROMERO | Fecha:2024-04-12 10:46:12 | Firmante

OP48TQsXyOTS4tZ1DtpFSFjiP05Out+tz9tXsZsgY6tfZZ+nzGGywpnYap2dEqZotVQt5VSRajm+ixh06qyRwdYqQtPczmZ3T9exaaODBsVqJT/D3b8k77/kNV/mBd1PFpDQbyRCC IFFRLrqpVyhGQyXS8cr1KOxOBdmbQQYqJauVAH+bvrCF9GMcuFA/eOmOzHccjU5J9nAVRQiod/r7NT2+bHUVxnmzO8EfiAHlw5zBSXMIqwm1KxrrNDIVfKAmnx6or24XHOCcn aXr8APQA/o4qZ4L42xKMFVqPFWqX81v5Jd9Wr9+MqutA0cQYbQsSvB3319rX19HLQNoOQ==

ANGELICA BERENICE AGUILAR GUADARRAMA | Fecha:2024-04-12 10:59:42 | Firmante

KOPSeIPp50BPnJFulO78yylNKaC4syQZRSAupOIEEVKltgRV0cIt3LDeq7Oz93/WQHFos5fOT77Y/ZCsXHvq2dxmTxlw8S/wGJ/++Rvr5X0RRIDRgW/DsTUzvQ5hrhVhVF4iGnuO GZKO+1t01VD7QCx4crJleMeEXizCXMcus4tITib3BanE3qYvLNSaOWOvmJ+J5xMBWYfnQIAAOFdtkYJVX8tOLp1xsuFoY0h0+SpgvQWWM+i1gkuLD6q/ENIKVWw9d1YGHlkCI 1VHNcys9qyXtLbLloizBuz08G0zuzTguxLJwcDdSMvUWImHolSEG06sXqzOr4wBE6AvUg==

HUGO MORALES ROJAS | Fecha:2024-04-12 11:45:13 | Firmante

SINUUGA06uQ3dkRuffif0nsqPj51LvKtTX+EBE0IAyzBihYJt3jVCPwQcK0Yx90N+23srKE6sIB056iLK6MnM7IwY0QNRp4eYKruEWTif9GzBTtjche/OS3L2rtl1od2CA/ZV+kT7SYO KENYWRxmtXOjm2ZvIINuMA4WQcElugVMMNrcLrGcmLFTykt6Jm9wlfS4NkFMbVnLlff6Slob86ayE/54tccaZ7JVzhHoOuk08Qe3T4a/0R7XKbR2K9SQ9vLkSNephrLk/m5FJnxcP 8dFURK2KelnJaNvcMgqNMu4HgSRB6tSQyRIPFZyJrPKSYugfzcyHjN8k94pcb1rA==

MARIO ALFONSO MURILLO TOVAR | Fecha:2024-04-12 14:46:14 | Firmante

JHj9TSH1TMsM/J+ooywwSs6qOkYPSxVVBH7jcdBeDX858KwRLQcmqElipaSPgUuuCW5XKLGyilzNS1X9hZf1nme9eTwYuxgdRbQKRpichMZMvEb21s+kJO66zCCoNqjpMUml g79iHl8j1qn7V7EtbWoYygMZJr//olrcqC0Eo952U7OTC1Kvx/OSGqGAIUJswQZ5qL6LqcoYSAQn++xZITOHGuvNwBIMH+oVdqeH0ra1ISEnPY87HjWO6CRCD+yQb0AJmQuuib Za8XmGOW6S8u3MJNtG1ljbUpNppynMrFTmw+JYNHjtXyhAd00KEsRZMcNvDITCDeiotOGvktw==

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



NmjPnTWZ3

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/du8ECoPni3n8V32AgmclDZjYg5spgqx4>



UAEM
RECTORÍA
2023-2029