

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO



FACULTAD DE CIENCIA E INGENIERÍA EN ALIMENTOS CENTRO DE ESTUDIOS DE POSGRADO

MAESTRÍA EN PRODUCCIÓN MÁS LIMPIA

TEMA: APLICACIÓN DE QUITOSANO COMO MATERIAL BIOABSORBENTE EN EL PROCESO DE COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN DURANTE EL TRATAMIENTO DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO

Trabajo de Investigación

Previa a la obtención del Grado Académico de Magister en Producción Más Limpia

Autor: Ing. Mirari Yosune Arancibia Soria.

Director: Ing. M.Sc. Juan de Dios Alvarado

AMBATO – ECUADOR

2011

Al consejo de Posgrado de la UTA.

El tribunal receptor de la defensa del trabajo de investigación con el tema: "Aplicación de quitosano como material bioabsorbente en el proceso de coagulación-floculación durante el tratamiento de agua para consumo humano", presentado por: *Ing. Mirari Yosune Arancibia Soria* y conformado por: *Ing. Mg. Gladys Navas Miño*, *Ing. Mg. Fernando Álvarez Calvache*, *Ing. Mg. Alex Valencia Silva*, Miembros del Tribunal; *Ing. M.Sc. Juan de Dios Alvarado*, Director del trabajo de investigación y presidido por *Ing. MBA. Romel Rivera Carvajal*, Presidente del Tribunal e *Ing. Mg. Juan Garcés Chávez* Director del CEPOS-UTA, una vez escuchada la defensa oral el Tribunal aprueba y remite el trabajo de investigación para uso y custodia en las bibliotecas de la UTA.

Ing. MBA. Romel Rivera Carvajal
Presidente del Tribunal de Defensa

Ing. Mg. Juan Garcés Chávez
DIRECTOR CEPOS - UTA

Ing. M.Sc. Juan de Dios Alvarado
Director de Trabajo de Investigación

Ing. Mg. Gladys Navas Miño
Miembro del Tribunal

Ing. Mg. Fernando Álvarez Calvache
Miembro del Tribunal

Ing. Mg. Alex Valencia Silva
Miembro del Tribunal

AUTORÍA DE LA INVESTIGACIÓN

La responsabilidad de las opiniones, comentarios y críticas emitidas en el trabajo de investigación con el tema: Aplicación de quitosano como material bioabsorbente en el proceso de coagulación-floculación durante el tratamiento de agua para consumo humano, nos corresponde exclusivamente a: Ing. Mirari Yosune Arancibia Soria, Autor y de Ing. MSc. Juan de Dios Alvarado, Director del trabajo de investigación; y el patrimonio intelectual del mismo a la Universidad Técnica de Ambato.

Ing. Mirari Yosune Arancibia Soria
Autor

Ing. MSc. Juan de Dios Alvarado
Director

DERECHOS DE AUTOR

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que haga de este trabajo de investigación o parte de él un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos de mi trabajo de investigación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de esta, dentro de las regulaciones de la Universidad.

Ing. Mirari Yosune Arancibia Soria

ÍNDICE

INDICE.....	i
RESUMEN	vii
CAPÍTULO I.....	1
EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	1
1.1 Tema de Investigación	1
APLICACIÓN DE QUITOSANO COMO MATERIAL BIOABSORBENTE EN EL PROCESO DE COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN DURANTE EL TRATAMIENTO DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO.....	1
1.2 Planteamiento del problema.....	1
1.2.1 Contextualización	3
Contexto Macro	3
Contexto Meso.....	4
Contexto Micro.....	5
1.2.2 Análisis Crítico	7
El árbol del problema:	7
1.2.3 Prognosis.....	7
1.2.4 Formulación del Problema	8
1.2.5 Preguntas directrices	8
1.2.6 Delimitación	8
1.3 Justificación.....	9
1.4 Objetivos	10
1.4.1 General.....	10
1.4.2 Específicos	10
CAPÍTULO II.....	11
MARCO TEÓRICO.....	11
2.1 ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS.....	11
2.2 FUNDAMENTACIÓN CIENTÍFICO-TÉCNICA.....	12
2.3 FUNDAMENTACIÓN FILOSÓFICA.....	20
2.4 FUNDAMENTACIÓN LEGAL	21
2.5 CATEGORIAS FUNDAMENTALES.....	21
HIPOTESIS.....	¡Error! Marcador no definido.
Señalamiento de variables.....	29
CAPÍTULO III.....	30
METODOLOGÍA.....	30
3.1 ENFOQUE	30
3.2 MODALIDAD BÁSICA DE LA INVESTIGACIÓN	30
3.3 NIVELES O TIPOS DE INVESTIGACIÓN	31
3.4 METODOS Y TECNICAS DE INVESTIGACIÓN	31
POBLACIÓN Y MUESTRA.....	31
Población.....	31
Muestra.....	32
Diseño experimental	34
Respuesta experimental	35
3.5 OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES.....	36
3.5.1 Variable independiente	36
3.5.2 Variable dependiente.....	37
3.6 PLAN DE RECOPIACIÓN DE INFORMACIÓN	37

3.7 PLAN DE PROCESAMIENTO Y ANÁLISIS DE LA INFORMACIÓN...	37
CAPÍTULO IV.....	38
RESULTADOS	38
4.1 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	38
Caracterización del Biopolímero	38
Grado de desacetilación (GD) por FT-IR	38
Peso Molecular Viscosimétrico Promedio.....	40
Difracción de Rayos X	41
Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	41
Test de Jarras.....	42
4.2 VERIFICACIÓN DE LA HIPÓTESIS	47
CAPÍTULO V.....	48
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	48
5.1 CONCLUSIONES	48
5.2 RECOMENDACIONES.....	50
CAPÍTULO VI.....	51
PROPUESTA.....	51
6.1 DATOS INFORMATIVOS.....	51
Título:.....	51
6.2 ANTECEDENTES	52
6.3 JUSTIFICACIÓN	53
6.4 OBJETIVOS	53
6.4.1 Objetivo General.....	53
6.4.2 Objetivos Específicos.....	54
6.5 ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD	54
6.6 FUNDAMENTACION.....	55
6.7 METODOLOGÍA.....	57
Caracterización Fisicoquímica	57
6.8 ADMINISTRACIÓN	60
6.9 PREVISIÓN DE LA EVALUACIÓN	61
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	62
ANEXOS.....	68
ANEXO A.....	69
RESPUESTAS EXPERIMENTALES.....	69
Caracterización del Biopolímero	69
ANEXO B.....	72
ANÁLISIS ESTADISTICO	72
Caracterización del Biopolímero	72
Test de Jarras.....	73
ANEXO C.....	81
GRAFICOS DE LOS DATOS EXPERIMENTALES.....	81
Caracterización del Biopolímero	81
Propiedades Térmicas.....	82
Test de Jarras.....	83

RESUMEN

El quitosano es un biopolímero natural, polielectrolito catiónico, no tóxico y biodegradable. Se obtiene por desacetilación alcalina de la quitina, ésta última es el segundo polímero natural más abundante después de la celulosa. El quitosano difiere de la quitina por la presencia de grupos amino (-NH₂) en su cadena polimérica. En condiciones ácidas, el quitosano adquiere carácter catiónico el cual es responsable de su actividad floculante.

En la presente investigación, se estudió la eficacia del quitosano como agente coagulante y floculante en el tratamiento de aguas crudas para consumo humano. Los análisis se llevaron a cabo a nivel de laboratorio con dos tipos de quitosano, uno obtenido a partir de quitina (GD: 80%, Mv: 2410 KDa.) y otro por desacetilación directa de caparazones de camarón (GD: 84%, Mv: 700 KDa.).

Se estudiaron dos concentraciones de polímero (1 y 2% p/v en HCl 0.1M) a tres pH diferentes pH 3, pH 4 y pH 5. El rendimiento del proceso de coagulación/floculación se determinó a partir de los valores de turbiedad del sobrenadante (NTU) al aplicar diferentes dosis de quitosano. Los resultados obtenidos muestran que la capacidad del biopolímero fue mayor cuanto mayor el grado de desacetilación y menor el peso molecular. Dosis de entre 3-8 mg/L de quitosano fueron suficiente para que el proceso sea óptimo. La efectividad del quitosano como agente floculante está altamente influenciada por el pH de la disolución y la concentración del polímero.

Palabras clave: quitosano, coagulación, floculación, turbiedad.

CAPÍTULO I

EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1 Tema de Investigación

**APLICACIÓN DE QUITOSANO COMO MATERIAL BIOABSORBENTE EN
EL PROCESO DE COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN DURANTE EL
TRATAMIENTO DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO.**

1.2 Planteamiento del problema

El agua potable limpia es una necesidad humana básica. Cada persona requiere al menos 20 a 50 litros de agua potable segura al día para beber, cocinar o simplemente mantenerse limpios. Las Naciones Unidas considera el acceso al agua limpia como un derecho básico de la humanidad, y como un paso esencial hacia la mejora de los estándares de vida en todo el mundo (UNESCO, 2006).

La Organización Mundial de la Salud (OMS, 2011) y diversas agencias de ámbito nacional establecen normativas de calidad para el agua potable que especifican las características aceptables microbianas, químicas y

radiológicas para su uso seguro. Cantidades excesivas de microorganismos o de sustancias químicas derivadas de desechos humanos y animales, escorrentía agrícola, sustancias químicas industriales, e incluso contaminantes naturales, convierten en inseguras para beber algunas aguas y causan enfermedades en la población. Si no se protegen las fuentes de agua, o si éstas se contaminan inesperadamente por cualquier motivo, se afectará la calidad del agua potable.

Como una posible solución al problema de contaminación del agua, se han empleado diversos agentes coagulantes, como sales metálicas hidrolizables: cloruro férrico, sulfato de aluminio, policloruro de aluminio y polímeros con cargas definidas a través de su estructura o polielelectrolitos. El propósito de los compuestos mencionados es el de reducir los niveles de contaminación en el agua durante su tratamiento. El inconveniente radica en que muchas de estas sustancias son consideradas tóxicas a nivel de aguas superficiales poniendo en peligro la vida vegetal y animal.

En este criterio, el quitosano, un carbohidrato biodegradable, policatiónico de alto peso molecular, altamente versátil, no tóxico, biocompatible, antimicrobiano, y un efectivo agente coagulante y floculante, constituye un buen candidato para el diseño de procesos de coagulación/floculación o tratamiento de efluentes.

Si bien los principios básicos de la coagulación/floculación son bien conocidos y las aplicaciones de estas técnicas están muy bien difundidas, la optimización depende no solamente de estudios teóricos complejos, sino de amplias pruebas experimentales que permitan mejorar el rendimiento de este tipo de procesos. La predicción del agente coagulante y la dosis óptima es un punto crucial por dos aspectos básicos: primero, una sobredosis de coagulante involucra altos costos de operación y riesgos en la salud de la población; segundo, una dosis baja provocaría insuficiente remoción de las partículas suspendidas contraviniendo con las regulaciones actuales sobre calidad del agua.

1.2.1 Contextualización

Contexto Macro

Hoy en día algunos países ya están dispuestos a pagar el elevado costo de producir agua potable de agua de mar a través del proceso de osmosis reversa (OMS, 2011). Sin embargo, las fuentes más comunes para el agua potable son agua subterránea y el agua superficial, como es el caso de ríos, lagos y presas artificiales. El proceso de coagulación química es el método más eficiente para la remoción de impurezas del agua superficial (Betancourt & Rose, 2004). Estas impurezas son formadas por pequeñas partículas de diferentes tamaños. Independientemente de las muy variadas condiciones del agua cruda, las plantas de tratamiento de agua potable tienen que estar operando, y suministrando sin interrupción agua limpia, segura y de buen sabor para la población (Guigui, Rouch, Durand-Bourlier, Bonnelye, & Aptel, 2002).

El tratamiento incluye una combinación de tecnologías para asegurar que el agua esté completamente descontaminada, una secuencia de procesos que involucra después de filtrar, la adición de coagulantes químicos, generalmente inorgánicos, para lograr que las diminutas partículas en suspensión que enturbian el agua se atraigan entre sí para formar flóculos (Ives, Ladislav, Dipl, PhD, Ceng, & E, 2001).

La floculación se logra por medio del agitado leve y constante del agua para estimular a las partículas en la formación del flóculo de mayor tamaño. Cuando los flóculos son lo suficientemente grandes y pesados para sedimentarse, el agua se traslada a estanques de sedimentación o decantación para su posterior filtración ya sea por medio de arena o de membranas. La desinfección es usualmente el siguiente paso. El intercambio iónico o carbón activado se puede usar durante algunas partes de este

proceso a fin de eliminar los contaminantes orgánicos o inorgánicos (Fan, Turro, & Somasundaran, 2000).

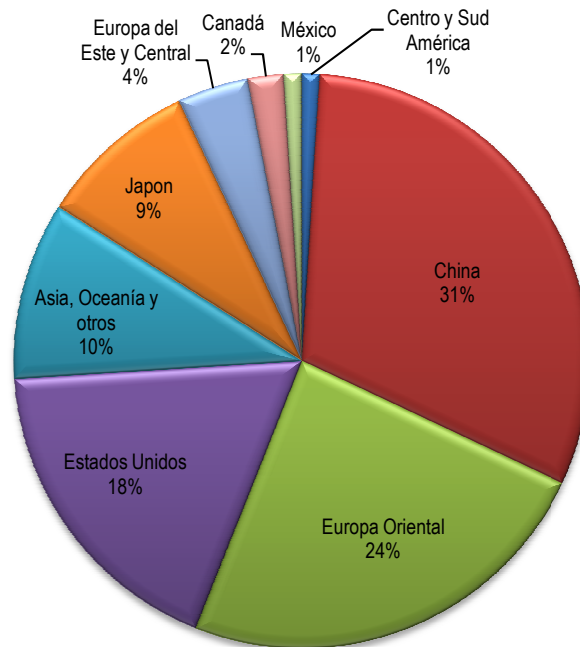
Contexto Meso

Los coagulantes y floculantes frecuentemente utilizados incluyen sales metálicas como sulfato de aluminio, policloruro de aluminio, cloruro de hierro (II), sulfato de hierro (II) y polímeros sintéticos como la poliacrilamida. Tradicionalmente el sulfato de aluminio (Alum) ha sido el químico coagulante disponible en todo el mundo con un costo razonable porque ha sido fácil de producir (Fig. 1), incluso en fábricas muy sencillas (French, Guest, Finch, & Haas, 2000).

El policloruro de aluminio (PAC) surgió como un agente coagulante versátil a diferente pH, posibilitando una floculación muy rápida con una dosis muy baja químicamente (Huang, Chen, & Ruhsing Pan, 2000). Las sales férricas han sido siempre conocidas como coagulantes. Éstas no han sido tan populares como los químicos a base de aluminio por el hecho que el color del hidróxido de hierro es oscuro. El proceso generalmente se ve más opaco y los problemas son más visibles que cuando se usa el sulfato de aluminio o el policloruro de aluminio (Will, 2010).

Estas sustancias químicas presentan severas consecuencias ambientales: i) aumento en la concentración de metales en el agua lo que tendría implicaciones sobre la salud humana, ii) producción de altos volúmenes de lodos tóxicos, iii) dispersión de oligómeros de acrilamida que pueden también ser peligrosos para la salud. Por estas razones coagulantes y floculantes alternativos pueden ser considerados con aplicaciones ambientales; los biopolímeros son de gran interés en éste campo por ser productos de bajo costo, naturales y con características amigables con el ambiente (Gauthier, Fortier et al. 2000).

Figura 1. Consumo mundial de polímeros sintéticos para tratamiento de aguas crudas



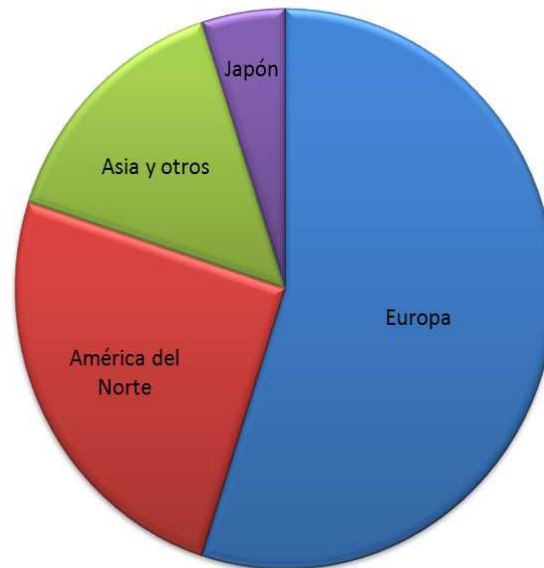
Fuente: Will, 2010.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Contexto Micro

Los biopolímeros se recomiendan como una excelente alternativa para el tratamiento de agua en países en desarrollo no solo por biodisponibilidad de fuentes naturales sino además por la facilidad de su aplicación en plantas de tratamiento convencionales (Pillai, Paul, & Sharma, 2009). En el año 2009, la demanda de polímeros biodegradables para el tratamiento de aguas tuvo un incremento considerable en el mundo no solo por las legislaciones implantadas, especialmente en la comunidad Europea, sino además porque tanto el gobierno como la industria promueven su uso de cara al desarrollo sostenible y a la protección ambiental (Fig. 2) (Will, 2010).

Figura 2. Principales consumidores de polímeros biodegradables para tratamiento de aguas crudas



Fuente:Will, 2010.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Los biopolímeros son bastante efectivos al actuar como agentes coagulantes especialmente en el caso de aguas con alta turbidez, si además es un polielectrolito orgánico representa una importante opción para la industria (Pritchard, Craven, Mkandawire, Edmondson, & O'Neill, 2011). El quitosano, un polielectrolito con carácter anfótero, favorece el proceso de floculación al reforzar interacciones electrostáticas entre las cadenas poliméricas, además es biodegradable, no tóxico, capaz de superar las molestias de los coagulantes tradicionales y además es un recurso renovable originado en la producción de camarón que ha demostrado efectividad en el tratamiento de agua con altos contenidos de ácidos húmicos (Yang, Gao, Yue, & Wang, 2010).

Floculantes orgánicos como el alginato de sodio, originado del ácido algínico extraído de algas marinas, se puede utilizar como sustituto al

tratamiento con cloruro de hierro y sulfato de aluminio. Los almidones extraídos de la papa y yuca, polisacáridos, taninos, derivados de celulosa podrían ser potencialmente utilizados en el tratamiento de aguas residuales de procesos industriales específicos como hidrometalurgia, papel, tenería, textiles, entre otros (Hempoonsert, Tansel, & Laha, 2010)

1.2.2 Análisis Crítico

El árbol del problema:

Figura 3. Árbol del problema: Aplicación de quitosano como material bioabsorbente en el tratamiento de agua



Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

1.2.3 Prognosis

De acuerdo al análisis crítico realizado en la presente investigación, en el caso de no desarrollar el trabajo, no se podrá disponer de información

sobre el uso de quitosano, biopolímero natural, como agente coagulante en el tratamiento de agua para consumo humano, se perdería la oportunidad de aprovechar sus características de biodegradabilidad, biocompatibilidad y no toxicidad en el tratamiento de aguas crudas. Quedarán imposibilitadas las futuras aplicaciones del polímero a nivel industrial así como también el aprovechamiento de desechos de la industria camaronera.

1.2.4 Formulación del Problema

El presente tema de investigación trata de contribuir con el conocimiento sobre el uso y aplicación del biopolímero quitosano como agente floculante en el tratamiento de aguas para consumo humano. Al ser Ecuador un país camaronero, la problemática generada por los desechos de la industria piscícola, podrían constituirse en una vía ecológica y alternativa para la producción de quitosano sustituyendo a los agentes floculantes sintéticos utilizados hasta ahora en el tratamiento de aguas crudas y residuales.

1.2.5 Preguntas directrices

- ∫ ¿Cómo se realizará la aplicación del quitosano?
- ∫ ¿Cómo afectará la variación de la concentración del polímero durante la coagulación-floculación del agua para consumo humano?
- ∫ ¿Cómo afectará el pH de la disolución del biopolímero en la reducción de la turbiedad del agua?

1.2.6 Delimitación

Campo: Ambiental

Área: Producción más limpia

Aspecto: Medio ambiente

Delimitación Espacial: El Estudio se desarrollará en los laboratorios de Santa Rosa-EMAPA, Ambato-**Ecuador**.

Laboratorios de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos,
Universidad Técnica de Ambato, Ambato-**Ecuador**.

Laboratorios de Química Inorgánica de la Universidad de Leipzig-**Alemania**

Delimitación temporal: Julio 2010 a Junio 2011

1.3 Justificación

La contaminación de las aguas aumenta constantemente, debido a la polución adicional atribuible al incesante desarrollo industrial y al crecimiento acelerado de la población. Para separar los materiales en suspensión, los procesos unitarios más comúnmente empleados son la sedimentación, eliminación por coagulación y precipitación química. La coagulación-floculación es el proceso que más se emplea en la eliminación de sustancias que causan turbiedad en el agua, las cuales están constituidas en su mayor parte por minerales de diversos tamaños, los más pequeños denominados partículas coloidales, presentan propiedades de adsorción que influyen en su estabilidad, la cual depende de las condiciones del medio: pH y temperatura.

Las partículas suspendidas en un medio acuoso generalmente tienen carga neta, cuando la superficie de estos sólidos está en contacto con un líquido electrolito en la interfase se genera una diferencia de potencial eléctrico. Esto puede deberse a la adsorción de iones por el sólido o a la ionización de moléculas en la superficie sólida.

Como resultado de esta diferencia de potencial, los iones de carga opuesta en la fase líquida son preferentemente atraídos hacia la interfase, quedando los sólidos suspendidos como partículas cargadas que se repelen entre sí, inhibiendo toda aglomeración, lo cual representa un problema, ya que le confieren turbidez y color al agua. La eficiencia de los polielectrolitos ha sido utilizada extensivamente en la purificación de agua debido a que pueden neutralizar cargas opuestas y flocular en dosis bajas.

El aluminio ha sido el coagulante más usado por su fácil manejo, bajo costo y facilidad para conseguirlo. Sin embargo, al utilizar sales de aluminio, además de producirse grandes cantidades de sedimento, los altos niveles remanentes en las aguas tratadas pueden poner en riesgo la salud pública ya que grandes concentraciones de estas sales podrían ser causantes del síndrome de Alzheimer (Rondeau & Commenges, 2001).

El quitosano, es un polímero natural de alto peso molecular, obtenido por desacetilación de la quitina (N-acetilglucosamina), insoluble en agua pero soluble en soluciones ácidas, comportándose en este medio como un polielectrolito catiónico que por diversos métodos se puede extraer de los caparazones de crustáceos.

La industria camaronera en Ecuador produce gran cantidad de desechos de caparazones que actualmente no tienen ningún tipo de procesamiento ni utilidad de ahí que la obtención de quitosano y su aplicación en el tratamiento de aguas podría ser un emprendimiento potencial y una alternativa para disminuir el uso de sales inorgánicas.

1.4 Objetivos

1.4.1 General

- Utilizar el polímero quitosano como biomaterial para el tratamiento de aguas durante el proceso de coagulación–floculación.

1.4.2 Específicos

- Identificar la concentración óptima de quitosano para reducir la turbidez de las aguas crudas.
- Determinar el pH óptimo de la disolución de quitosano en el proceso de coagulación-floculación.
- Establecer criterios adecuados para la aplicación de biopolímeros ayudantes de la floculación.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

El proceso de coagulación-floculación constituye una de las etapas más importantes, directa o indirectamente, en el control de partículas, microorganismos, materia orgánica natural, iones metálicos y últimamente en la calidad del agua para consumo humano (Betancourt & Rose, 2004).

En el proceso, coagulantes como aluminio o policloruro de aluminio, son añadidos al agua para desestabilizar las partículas suspendidas y formar flóculos de mayor tamaño que finalmente serán removidos o separados. La floculación se realiza a través de una agitación lenta que permite el contacto entre las partículas desestabilizadas. Estas partículas se unen y forman un flóculo fácilmente eliminable por decantación.

Sin embargo, los agentes coagulantes particularmente los derivados del aluminio, generan productos secundarios que pueden ser peligrosos y están asociados a problemas de salud pública y medioambiental. Los coagulantes amigables con el ambiente constituyen actualmente una

importante alternativa para el tratamiento de agua para consumo humano (Guibal & Roussy, 2007).

El uso extensivo en los últimos años de materiales no degradables y su acumulación en el planeta ha sido motivo de una creciente preocupación no solo por el hecho de su toxicidad sino por la dificultad en su disposición final. En este sentido la quitina y sus derivados naturales como el quitosano, han logrado posicionarse a nivel industrial especialmente por su bajo impacto ambiental (Bratskaya, Shamov, Avramenko, & Chervonetskiy, 2001).

La quitina es el segundo biopolímero después de la celulosa ampliamente distribuido en la naturaleza; especialmente en invertebrados marinos, insectos, hongos y levaduras. El subproducto de su desacetilación denominado quitosano es soluble en disoluciones acídicas lo que lo hace susceptible para amplias aplicaciones (Tokura & Tamura, 2007).

El quitosano es biodegradable, no tóxico y un efectivo agente coagulante de sólidos suspendidos en aguas residuales de varios procesos tecnológicos. Además, el quitosano es biocompatible cualidad que ha sido muy explotada en la industria biomédica. Su principal diferencia con la quitina es la presencia de grupos amino ($-NH_2$) que le confieren un carácter catiónico en medio ácido con importantes implicaciones tecnológicas (Tokura & Tamura, 2007).

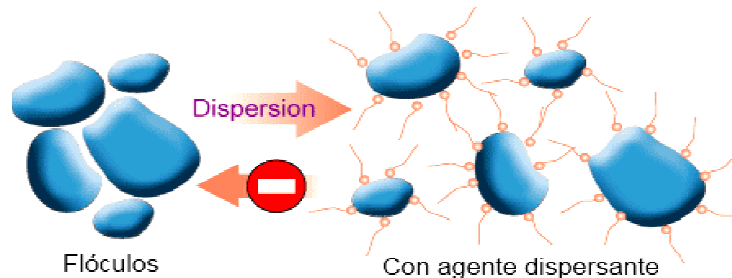
2.2 FUNDAMENTACIÓN CIENTÍFICO-TÉCNICA

Definición de coagulación

La coagulación es la desestabilización eléctrica de algunas partículas mediante la adición de sustancias químicas o agentes coagulantes que neutralizan la carga eléctrica de los coloides los cuales después de una rápida agitación se aglomeran y floculan (Fig. 4). Esta operación se favorece con una agitación lenta a fin de provocar la aglomeración de las partículas

en coágulos de mayor tamaño fáciles de remover (Sinha, Yoon, Amy, & Yoon, 2004).

Figura 4. Efecto de la adición de un agente coagulante.

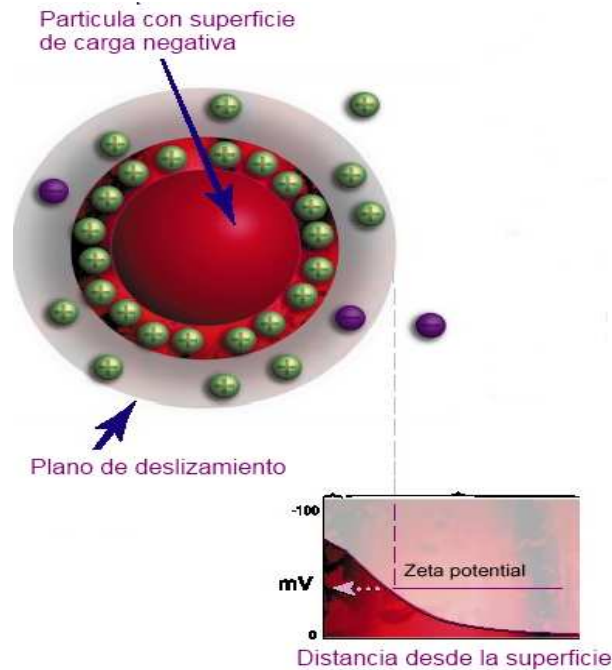


Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Generalmente las partículas suspendidas que en conjunto contribuyen a la turbiedad y al color de las aguas naturales, poseen cargas eléctricas que normalmente son negativas, pero como además existen cargas eléctricas positivas, se puede afirmar que el agua y las soluciones son eléctricamente neutras. Las cargas eléctricas de las partículas generan fuerzas de repulsión entre ellas, por lo cual se mantienen suspendidas y separadas en el agua. Es por esto que dichas partículas no sedimentan (Lin, Huang, Chin, & Pan, 2008).

El conjunto de partículas constituye un sistema coloidal, formado por una doble capa de iones, el cual es sometido a un potencial en la superficie inferior de la doble capa, denominado potencial Z (Fig. 5). Este potencial tiene un valor crítico, por encima del cual los coloides son estables, y por debajo de él, la repulsión en las partículas se reduce a un grado tal que chocando con cierta velocidad pueden unirse y flocular.

Figura 5. Variación del potencial Z al añadir un agente coagulante



Fuente: Pallier, Feuillade-Cathalifaud, Serpaud, & Bollinger, 2010.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

El problema en la coagulación consiste en disminuir el potencial Z por uno de los siguientes métodos(Pallier, Feuillade-Cathalifaud, Serpaud, & Bollinger, 2010):

Coagulación por neutralización de la carga: Esta se realiza cuando coloides de diferente signo se mezclan en el agua. Esto es lo que sucede cuando se agrega sales de aluminio o de hierro al agua.

Coagulación por disminución del espesor de la doble capa (distancia d): Al incrementarse la concentración de iones en el agua la “distancia d ” disminuye, hasta hacer el valor del potencial Z inferior al punto crítico (Fan, Turro, & Somasundaran, 2000).

El fenómeno de la desestabilización se efectúa mediante una serie de reacciones químicas bastante complejas que además son afectadas por parámetros que limitan las condiciones de coagulación como se detallan a continuación:

Valencia: Entre mayor sea la valencia del ion, más efectivo resulta como coagulante(Yan, Wang, Yu, Ni, Edwards, & Qu, 2008).

Capacidad de cambio: Es una medida de la tendencia a remplazar cationes de baja valencia por otros de mayor valencia, provocando la desestabilización y aglomeración de partículas en forma muy rápida (Yan, Wang, Yu, Ni, Edwards, & Qu, 2008).

Tamaño de las partículas: Las partículas deben poseer el diámetro inferior a una micra. Las partículas con diámetro entre una y cinco micras, sirven como núcleos de floculación, en cambio de diámetro superior a cinco micras, son demasiado grandes para ser incorporadas en el flóculo (Yu & Somasundaran, 1993).

Temperatura: La temperatura cambia el tiempo de formación del floculo, entre más fría el agua, la reacción es más lenta y el tiempo de formación del floculo es mayor, disminuye la solubilidad del coagulante, aumenta la viscosidad del agua (Hemphonsert, Tansel, & Laha, 2010).

Alcalinidad, pH: esta característica está referida a la capacidad tampón del agua. Los coagulantes metálicos son acídicos y la adición de estos coagulantes disminuye la alcalinidad (J.-J. Qin, Oo, Kekre, Knops, & Miller, 2006). Para aguas poco alcalinas, la adición de coagulante consume toda la alcalinidad disponible dificultando el tratamiento posterior(Yan, Wang, Yu, Ni, Edwards, & Qu, 2008). Aguas demasiado alcalinas requieren la adición de grandes cantidades de coagulantes para alcanzar un pH adecuado. Para cada coagulante hay por lo menos una zona de pH óptima, en la cual una buena floculación ocurre en el tiempo más corto y con la misma dosis de coagulante (Yang, Gao, Yue, & Wang, 2010).

Relación cantidad-tiempo: La cantidad de coagulante es inversamente proporcional al tiempo de formación del flóculo (Pallier, Feuillade-Cathalifaud, Serpaud, & Bollinger, 2010).

La evaluación de la coagulación depende de las características físicas y químicas del agua, la dosis del coagulante, la concentración del coagulante, el punto de aplicación del coagulante, la intensidad y el tiempo de mezcla y el tipo de dispositivo de mezcla (Ray & Hogg, 1987).

Floculación

La floculación es la aglomeración, mediante la agitación moderada del agua, de las partículas que se desestabilizaron durante la coagulación, formando otras de mayor tamaño y densidad denominados flóculos (Hogg, 2000; Klimpel & Hogg, 1986).

Los objetivos básicos de la floculación son formar partículas con peso específico superior al del agua y compactar el flóculo disminuyendo su grado de hidratación para producir baja concentración volumétrica, lo cual produce una alta eficiencia en los procesos posteriores como sedimentación y filtración (Brostow, Pal, & Singh, 2007; Pallier, Feuillade-Cathalifaud, Serpaud, & Bollinger, 2010).

Tan pronto como se agregan coagulantes a una suspensión coloidal, se inician una serie de reacciones hidrolíticas que adhieren iones a la superficie de las partículas presentes en la suspensión, las cuales se unen por sucesivas colisiones hasta formar flóculos que crecen con el tiempo (Somasundaran & Yu, 1994).

La rapidez de este proceso depende del tamaño de las partículas con relación al estado de agitación del líquido, la concentración de las mismas y su grado de desestabilización, que es el que permite que las colisiones sean efectivas para producir adherencia. Esta etapa puede llevarse a cabo de dos maneras:

Floculación Pericinéctica: Contactos por el movimiento de las moléculas del líquido (movimiento browniano) que sólo influye en partículas de tamaños menores a un micrón. Se produce al inicio del proceso, en los primeros 6 a 10 s y es independiente del tamaño de la partícula (Han, Lee, Lawler, & Choi, 1997).

Floculación Ortocinéctica: Contactos por turbulencia del líquido, esta turbulencia causa el movimiento de las partículas a diferentes velocidades y direcciones, lo cual aumenta notablemente la probabilidad de colisión. Efectivo sólo con partículas mayores a un micrón. Actúa durante el resto del proceso, de 20 a 30 min (Ives, Ladislav, Dipl, PhD, Ceng, & E, 2001).

La velocidad de formación del floculo es proporcional a la concentración de partículas en el agua y del tamaño inicial de estas. La velocidad de aglomeración de las partículas es proporcional al tiempo de detención. Debe estar lo más cerca posible al óptimo determinado por medio de ensayos de jarras, esto se puede lograr dividiendo la unidad de floculación en cámaras. Se puede decir que una eficiencia dada, se obtiene en tiempos cada vez menores a medida que se aumenta el número de cámaras de floculación en serie (Hogg, 2000; Sinha, Yoon, Amy, & Yoon, 2004). Por razones de orden práctico el número de cámaras no puede ser muy grande, estableciéndose un mínimo de tres unidades.

El gradiente de velocidad es un factor proporcional a la velocidad de aglomeración de las partículas. Existe un límite máximo de gradiente que no puede ser sobrepasado, para evitar el rompimiento del flóculo. El gradiente a través de las cámaras debe ser decreciente y no se deben tener cámaras intermedias con gradientes elevados (Hogg, 2000).

Coagulantes y Floculantes

La adición de ciertos químicos en el tratamiento de aguas causa la desestabilización de las partículas, la consiguiente aglomeración y

finalmente la floculación. En términos generales los químicos utilizados para este propósito son:

Coagulantes, que asisten la desestabilización de las partículas.

Floculantes, también conocidos como ayudantes de la coagulación porque unen y envuelven a las partículas.

Las plantas de tratamiento de agua generalmente utilizan coagulantes a base de aluminio como el sulfato de aluminio (Alum), el policloruro de aluminio (PACl) o el clorhidrato de aluminio (ACH) este último tiene limitada aplicación especialmente en filtración por membranas (Yan, Wang, Qu, He, & Chow, 2007). Un número pequeño de plantas de tratamiento utiliza coagulantes a base de hierro como el cloruro férrico o el sulfato férrico (Sinha, Yoon, Amy, & Yoon, 2004).

El desempeño de las sales de aluminio es bien conocido y apreciado tanto por su bajo costo como por su disponibilidad. Sin embargo, estas producen grandes cantidades de sedimentos difíciles de deshidratar y su eficiencia depende enteramente del pH. Cuando los flóculos se forman a temperaturas bajas no son mecánicamente resistentes (Renault, Sancey, Badot, & Crini, 2009).

Los agentes coagulantes tienen una dependencia muy alta con el pH lo que los convierte en una fuente de contaminación al momento de ser descartados como material secundario al tratamiento del agua y por estar asociados con la generación de poliacrilamida que como es bien sabido puede provocar desórdenes neurales en los seres humanos (Lombi, Stevens, & McLaughlin, 2010).

El avance tecnológico en química de polímeros ha permitido el desarrollo de la tecnología de la floculación proveyendo de polímeros orgánicos y polielectrolitos con alta eficiencia durante la purificación de agua. La ventaja de los floculantes poliméricos es su habilidad para producir

flóculos grandes, densos y compactos con bajo contenido de agua lo que facilita la manipulación de los lodos residuales (Bolto & Gregory, 2007).

El uso de polielectrolitos orgánicos en el tratamiento de aguas (Tabla 1) ha sido documentado por muchos investigadores, con énfasis en el tipo de polímeros disponibles y el tipo de impurezas removidas.

Tabla 1. Ejemplos de floculantes poliméricos usados en el tratamiento de agua para consumo humano

<i>Polielectrolitos catiónicos</i>
Poly(dialildimetil cloruro de amonio)
Epícloridrin/polímeros de dimetilamina
Poliacrilamida catiónica
Poli(alquilaminas) [poli(etilenimina), poli(vinilamina)]
Derivados de poliestireno
Ionenos (Polímeros cuaternarios de amonio)
Polímeros de sulfonio
Polímeros catiónicos naturales (quitosano, almidones catiónicos)
<i>Polielectrolitos aniónicos</i>
Poliacrilamidas aniónicas
Polímeros del ácido carboxílico
Polímeros del ácido fosfórico
Polímeros del ácido sulfónico
Polímeros aniónicos naturales (polisacáridos sulfatados, sulfato de lignina modificada)
<i>Polímeros no iónicos</i>
Poliacrilamida
Polímeros naturales no iónicos (almidón, derivados de celulosa)

Fuente: Renault, Sancey, Badot, & Crini, 2009

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Existen dos clases de materiales usados en el proceso de coagulación-floculación:

- 1) Coagulantes inorgánicos y orgánicos que incluyen aditivos minerales como sales de calcio; sales metálicas como cloruro férrico o sulfato de aluminio; metales pre-hidrolizados como policloruro de aluminio y polielectrolitos o coagulantes *per se*.
- 2) Floculantes orgánicos que incluyen polielectrolitos catiónicos y aniónicos, polímeros no iónicos, polímeros anfotéricos e hidrofóbicamente modificados y floculantes naturales como almidón, goma guar, taninos, alginatos entre otros.

Los biopolímeros constituyen uno de los sustitutos potenciales a los floculantes inorgánicos especialmente aquellos que se comportan como polielectrolitos catiónicos capaces de coagular partículas cargadas negativamente no solo a través de puentes o fuerzas electrostáticas, sino también a través de interacciones hidrofóbicas (Parazak, Burkhardt, McCarthy, & Stehlin, 1988), el quitosano, polielectrolito catiónico, es un promisorio agente para purificación de agua como se ha reportado en recientes patentes (Renault, Sancey, Badot, & Crini, 2009).

2.3 FUNDAMENTACIÓN FILOSÓFICA

La investigación que se realizará se fundamenta en los principios del paradigma positivista que considera que es posible establecer leyes generales, que son permanentes independientes del tiempo.

En la concepción dialéctica del conocimiento no podemos admitir la posibilidad de hacer generalizaciones. Se debe trabajar con hipótesis de trabajo limitadas a un tiempo y espacio particular. El contexto por tanto, juega un papel muy relevante según la concepción dialéctica del conocimiento. El enfoque positivista asume que es posible establecer las

causas de los hechos. En la concepción dialéctica del conocimiento se parte de que los fenómenos tienen múltiples factores asociados y no unas pocas causas.

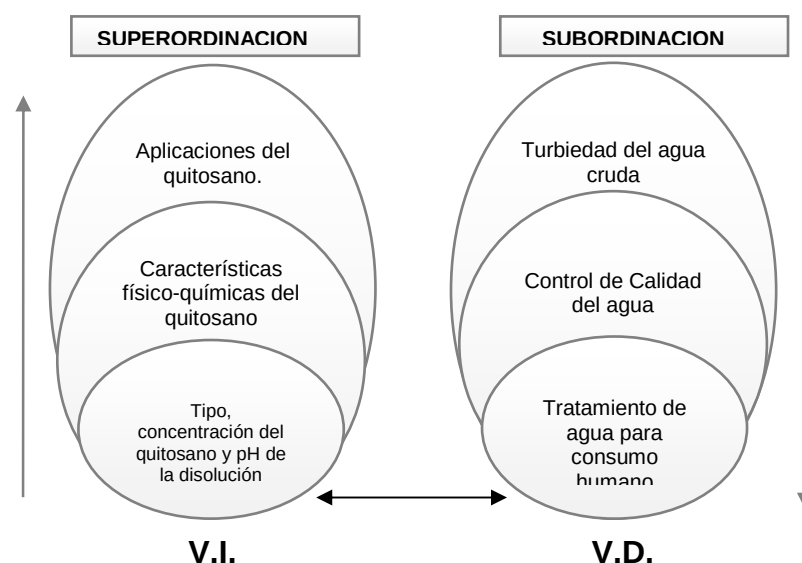
2.4 FUNDAMENTACIÓN LEGAL

Con fines de purificación, las materias suspendidas o disueltas, que se encuentran en exceso en el agua para consumo humano, deben ser removidas a fin de garantizar la idoneidad del agua potable. El control de calidad del agua potable en la ciudad de Ambato, tiene su base técnica en la norma INEN 1108–2004. y USEPA–2002 en lo referente a parámetros de turbiedad y contenido de aluminio (EMAPA, 2006).

2.5 CATEGORÍAS FUNDAMENTALES

Superordinación Conceptual

Figura 6. Superordenación Conceptual de las variables independiente y dependiente.



Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

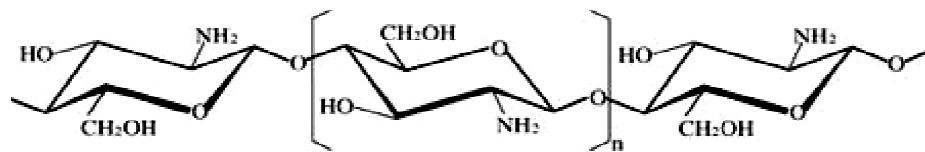
2.5.1 Variable Independiente

Tipo, concentración de quitosano y pH de la disolución

El quitosano es un biopolímero lineal de la D-glucosamina y la N-acetil-D-glucosamina producido por la desacetilación alcalina de la quitina, el segundo polímero natural más abundante después de la celulosa. Las principales fuentes explotadas son dos crustáceos: cangrejos y camarones.

El quitosano tiene propiedades únicas en relación a otros biopolímeros especialmente por la presencia de grupos amino (Fig. 7) y su alto contenido de nitrógeno en comparación con la celulosa.

Figura 7. Estructura molecular del quitosano parcialmente desacetilado.

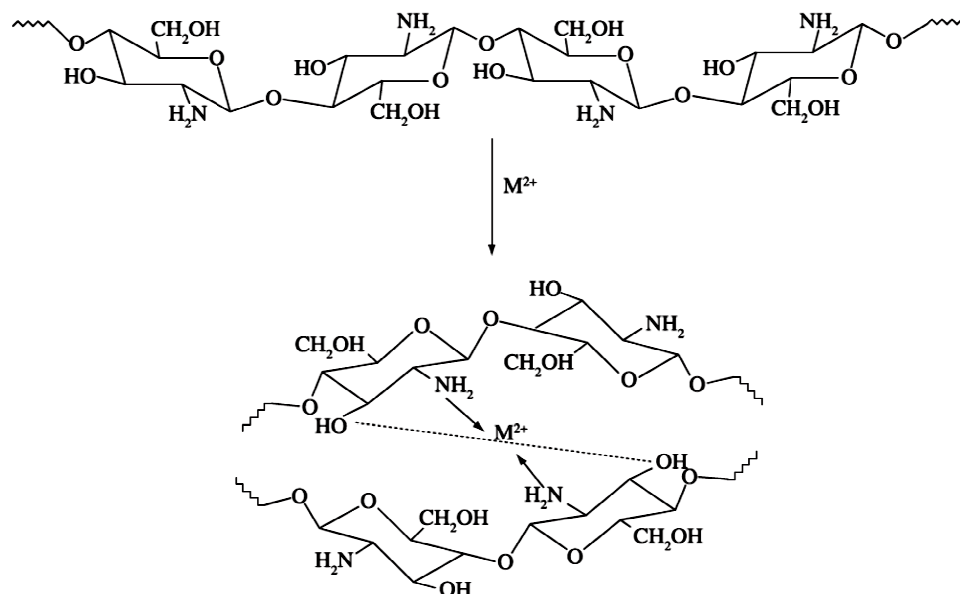


Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

La estructura molecular del quitosano permite disponer de pares de electrones para actuar como agente quelante y formar complejos con metales pesados (Fig. 8) como: Al^{3+} , Zn^{2+} , Cr^{3+} , Hg^{2+} , Ag^+ , Pb^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} y Cd^{2+} presentes en el agua (Gyliene, Rekertas, & Salkauskas, 2002; Zeng, Wu, & Kennedy, 2008).

Figura 8. Complejo formado por quitosano y un metal



Fuente: Goy, De Britto, & Asis, 2009

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Posee además características intrínsecas que lo hacen un efectivo agente coagulante y/o floculante. Esta doble acción se debe a su alta carga catiónica, gran longitud de la cadena polimérica y a su capacidad para estabilizarse a un pH superior a la constante de disociación (pK_a) de la macromolécula (pH neutro o alcalino) en donde coagula y precipita llevándose consigo partículas orgánicas, colorantes, contaminantes entre otros (H. No & Meyers, 2000). Las diferencias en el pH de la solución influyen sobre la capacidad de adsorción del quitosano, en muchos casos la tasa de adsorción decrece conforme decrece el pH.

Es importante destacar la relación entre las propiedades fisicoquímicas, la fuente de quitosano y el método de obtención, una hidrólisis homogénea permite obtener quitosanos con alta capacidad de adsorción de iones metálicos que uno preparado bajo condiciones heterogéneas con el mismo grado de desacetilación (Sannan, Kurita, Ogura, & Iwakura, 1978).

Características fisicoquímicas del quitosano

La morfología y polimorfismos del quitosanos, polímero semicristalino, ha sido muy bien estudiado en la literatura (Cervera, Heinämäki, Räsänen, Maunu, Karjalainen, Acosta, et al., 2004; Pillai, Paul, & Sharma, 2009; Ravi Kumar, 2000; Rinaudo, 2006). La cristalinidad del quitosano está condicionada a la fuente de quitina, la cual presenta tres polimorfos: la α -quitina, β -quitina y γ -quitina, que difieren en el reordenamiento de las cadenas poliméricas de las regiones cristalinas y al proceso de desacetilación durante la obtención (Ravi Kumar, 2000).

El grado de desacetilación es una de las características químicas más importante del quitosano ya que gobierna su potencial aplicación, toxicidad, solubilidad, contenido de grupos amino libres y permite diferenciarlo de la quitina. La desacetilación se ve afectada por la concentración de álcali, temperatura de reacción, tamaño de partícula y densidad de la quitina. Estos dos últimos factores afectan la penetración del álcali en la zona amorfa y cristalina del polímero, por lo que generalmente se consiguen quitosanos con 75-80% de desacetilación. Durante el proceso de desacetilación ocurre también la degradación de la cadena polimérica. (Guinesi & Cavalheiro, 2006).

El quitosano en disolución posee carga positiva correspondiente a la protonación de los grupos amino originales ($-\text{NH}_3^+$). Tanto la solubilidad como la agregación son propiedades excelentes a tener en cuenta en la formación de geles útiles en el tratamiento de aguas crudas y residuales (Deng, He, Zhao, Yang, & Liu, 2007).

La variabilidad, heterogeneidad del polímero y cambios macromoleculares provocan cambios en las propiedades de coagulación. Cada quitosano debe ser caracterizado en términos de su grado de

desacetilación, peso molecular, cristalinidad e hidrofiliidad ya que estos parámetros afectan la solubilidad y viscosidad de las disoluciones (Kim & Mendis, 2006). Algunos autores consideran que el tiempo de contacto, tamaño de partícula, temperatura, pH, concentración del ión bajo investigación y concentración de otros iones presentes en el agua constituyen también factores importantes (Muzzarelli, Raith, & Tubertini, 1970).

Aplicaciones del quitosano

El potencial industrial del quitosano ha sido ampliamente reconocido, su versatilidad se ha utilizado en ingeniería biomédica, farmacéutica, oftalmología, biotecnología, química, cosmética, textiles, papel, industria de alimentos, agricultura y fotografía. El quitosano es también ampliamente aplicado en el tratamiento de aguas residuales; en estado sólido se aprovecha su capacidad quelante. Es eficiente en agua fría y a concentraciones menores que las de coagulantes comerciales.

El uso del quitosano como agente floculante está ampliamente justificado por dos ventajas importantes: primero, es no-tóxico y biodegradable y segundo, interacciona con varios contaminantes incluyendo partículas y sustancias disueltas. Por ejemplo, ha sido exitosamente utilizado en el tratamiento de suspensiones minerales y orgánicas y la coagulación de contaminantes con carga negativa en soluciones acídicas que contenían ácido húmico sin dejar metales libres que podrían generar problemas de contaminación secundaria favorecida además por su condición de biodegradabilidad lo que hace que sea eficientemente degradado por microorganismos en la naturaleza.

A nivel industrial la efectividad del quitosano como agente floculante o coagulante ha sido probada en plantas procesadoras de pescado (Guerrero, Omil, Méndez, & Lema, 1998), industrias de alimentos (Fernández & Fox, 1997; Pinotti, Bevilacqua, & Zaritzky, 1997), sedimentos en ríos (Divakaran &

Sivasankara Pillai, 2002b), partículas de látex (Ashmore, Hearn, & Karpowicz, 2001), microorganismos (Strand, Nordengen, & Østgaard, 2002) y coloides minerales (Huang, Chen, & Ruhsing Pan, 2000) con excelentes resultados.

2.5.2 Variable Dependiente

Tratamiento de agua para consumo humano

En la presente investigación se estudió la eficacia del quitosano como biomaterial para el tratamiento de aguas durante el proceso de coagulación y floculación (Tabla 2). Los análisis se realizarán a nivel de laboratorio con un test de Jarras. En este estudio se utilizaron dos tipos de quitosano el primero obtenido convencionalmente a partir de quitina y el segundo por desacetilación directa de los caparazones de camarón. La eficiencia de la coagulación y floculación se determinará por medición directa de la turbidez de la solución acuosa, pH y conductividad eléctrica.

Tabla 2. Principales propiedades del quitosano en relación a su uso y aplicación en el tratamiento de agua.

<i>Principales características</i>	<i>Aplicaciones potenciales</i>
• No tóxico	• Floculante para clarificar agua (agua para consumo humano, piscinas)
• Biodegradable	• Reduce la turbiedad en efluentes de industrias de alimentos
• Recurso renovable	• Coagulación de sólidos suspendidos, suspensiones orgánicas y minerales
• Polímero ecológico	• Floculación de suspensiones bacterianas
• Eficiente frente a bacterias, virus y hongos	• Interactúa con moléculas negativamente cargadas
• Forma sales con ácidos orgánicos e inorgánicos	• Recuperación de productos valiosos (proteínas)
• Habilidad para formar puentes de hidrogeno intermoleculares	• Agente quelante de iones metálicos

- Habilidad para encapsular
- Remoción de moléculas coloreadas mediante adsorción
- Remueve contaminantes
- Reducción de olores
- Tratamiento de lodos
- Filtración y separación
- Asistente en ultrafiltración

Fuente: Renault, Sancey, Badot, & Crini, 2009

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Control de calidad del agua

La producción de agua potable a partir de fuentes naturales usualmente involucra procesos de coagulación-floculación y clarificación seguidos de una rápida filtración asistida por la gravedad que se convierten en puntos clave durante un tratamiento de aguas tradicional (Fig. 9). Esta tecnología está muy bien desarrollada y remueve hasta algunos microorganismos como *Cryptosporidium oocysts* y *Giardia cysts* (Betancourt & Rose, 2004; French, Guest, Finch, & Haas, 2000; Hsu & Yeh, 2003), virus, bacterias y otros (Fonseca, Scott Summers, & Hernandez, 2001).

Figura 9. Esquema ilustrativo de las etapas en el tratamiento de agua para consumo humano



Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

En los últimos años, ha crecido el interés por los coagulantes naturales como el quitosano, no solo por la reducción de costos sino por la biodegradabilidad y facilidad en la disposición final de los sólidos remanentes del proceso. Las características intrínsecas del polímero a nivel bacteriostático y bactericida, lo convierten en un candidato ideal para el tratamiento de aguas crudas.

Turbiedad del agua cruda

La producción de agua potable a partir de la mayoría de fuentes de agua cruda generalmente implica una etapa de coagulación-floculación para eliminar la turbidez en forma de materia coloidal en suspensión (Liu & Glasgow, 1995). La presencia de partículas en suspensión puede obstruir filtros o poner en peligro el proceso de desinfección (Hemphonsert, Tansel, & Laha, 2010), por lo que es considerada una etapa que reduce dramáticamente el riesgo de enfermedades por consumo de agua (Guigui, Rouch, Durand-Bourlier, Bonnelye, & Aptel, 2002).

Existen muchos estudios sobre la remoción de la turbiedad, bacterias, parásitos del agua para consumo humano utilizando membranas y procesos de filtración adaptados con quitosano. El quitosano reduce efectivamente la turbiedad tanto por floculación como por coagulación, se requieren dosis mínimas de polímero y la floculación es rápida incluso a elevadas concentraciones de material suspendido (Roussy, Van Vooren, & Guibal, 2005).

HIPÓTESIS

Ho La concentración de quitosano y el pH de la disolución de quitosano no influyen sobre la turbiedad del agua

Hi La concentración de quitosano y el pH de la disolución de quitosano si influyen sobre la turbiedad del agua

Señalamiento de variables

Variable Independiente: Tipo de quitosano, concentración y pH de la disolución de quitosano.

Variable Dependiente: Turbiedad del agua cruda.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

3.1 ENFOQUE

La presente investigación abarca información relevante para la aplicación de quitosano en el proceso de coagulación/floculación en el tratamiento de agua para consumo humano. Los análisis e interpretación de resultados realizados permitieron evaluar la dosis y el pH óptimo de la disolución de quitosano.

3.2 MODALIDAD BÁSICA DE LA INVESTIGACIÓN

La investigación tiene un sustento bibliográfico o documental; puesto que se requiere una revisión previa de libros, textos, revistas, folletos, internet; esta información actualizada constituye un complemento bibliográfico sobre el uso del quitosano en el tratamiento de aguas.

Se la debe considerar también una modalidad de investigación experimental, de modo que de esta manera se alcancen los objetivos de predicción y de control en relación con la hipótesis puesta a prueba en el estudio; dicha investigación requiere el uso de equipos de laboratorio que ofrezcan las facilidades para efectuar dicha predicción mediante análisis de las causas y efectos de las variables de estudio sobre la naturaleza e implicaciones del problema.

3.3 NIVELES O TIPOS DE INVESTIGACIÓN

La investigación tiene los siguientes niveles: exploratorio, descriptivo, correlacional o de asociación de variables; es exploratorio porque permite desarrollar un tema nuevo o poco conocido como es el uso de quitosano, con y sin el paso previo por quitina, como agente coagulante/floculante en el tratamiento de agua para consumo humano.

Es descriptivo porque desarrolla ampliamente criterios y contenidos. La efectividad del quitosano como agente coagulante/floculante se determina mediante técnicas fisicoquímicas, de las cuales se obtienen valores confiables de turbidez y de esta manera se pueden emitir criterios de aceptabilidad.

Es correlacional o de asociación de variables porque permite confrontar a la variable independiente con la variable dependiente. Además el nivel o tipo de investigación que alcanzará este trabajo es de correlación de variables ya que se pretende valorar el comportamiento de una de las variables en función de la otra y su grado de correlación tanto cualitativa como cuantitativamente.

Los parámetros evaluados permiten determinar las características con las que debe contar el quitosano y la dosis óptima a ser añadida para evaluar su efecto en la reducción de la turbidez de aguas para consumo humano.

3.4 MÉTODOS Y TÉCNICAS DE INVESTIGACIÓN

POBLACIÓN Y MUESTRA

Población

Esta investigación consideró como población quitosano obtenido a partir de camarones *Penaeus vannamei*.

Muestra

BIOPOLIMERO

Extracción

En éste estudio se utilizaron quitosanos obtenidos en la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos de la Universidad Técnica de Ambato (Ecuador) a partir de caparazones de camarón (*Penaeus vannamei*) sintetizados por dos métodos (directo e indirecto) que se detallan a continuación:

Método indirecto: requirió la obtención previa de quitina mediante la desproteinización de los caparazones de langostino con 0,5% NaOH a 80 °C durante 30 minutos; el sólido remanente se lavó con abundante agua hasta llegar a un pH cercano a la neutralidad. Se realizó una segunda desproteinización con 3% NaOH a 80 °C durante 10 minutos, proceso que se ejecutó por triplicado. La eliminación del contenido mineral se realizó con HCl 2N en una relación 1:3 (v/v) a temperatura ambiente por 72 horas.

La quitina obtenida se lavó hasta pH neutro y se secó en estufa a 50 °C durante 6 horas. La desacetilación alcalina de quitina se realizó con 50% NaOH (p/v) a 100 °C (Almeida & Arancibia, 2005).

Método directo: la producción de quitosano por el método directo no requirió la obtención previa de quitina, sino que se procedió directamente a una desmineralización del caparazón de camarón con HCl 2N durante 72 horas. Las restantes etapas fueron las mismas que en el método indirecto (Alvarado, Almeida, Arancibia, Aparecida de Carvalho, Sobral, Quinta Barbosa, et al., 2007).

Caracterización

FT-IR

Los espectros en fase sólida fueron obtenidos en los laboratorios de Química Inorgánica de la Universidad de Leipzig-Alemania en un

espectrofotómetro Bruker, modelo IFS 66v. Típicamente el rango de números de onda estudiados fue desde 4000 a 400 cm^{-1} , con una resolución de 1 cm^{-1} . Los espectros se analizaron con el programa EssentialFTIR®.

Difracción de Rayos X

El análisis de difracción se realizó en un equipo XPert Pro P Modelo Analítico 3040/60 (Almelo, The Netherlands). Los difractogramas se registraron a temperatura ambiente utilizando como radiación la línea $K\alpha$ del Cu (1.542 Å), haciendo un barrido en el intervalo de (2θ) entre 3–60°.

Calorimetría Diferencial de Barrido

Las propiedades térmicas fueron determinadas en un equipo Perkin Elmer DSC-7, entre 40 °C y 400 °C, a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

Aplicación

Preparación de la disolución

Los dos quitosanos 1 y 2% (p/v) se disolvieron en 10 mL de ácido clorhídrico 0.1M, la disolución final se aforó hasta 100 mL con agua destilada. El pH final de las disoluciones se ajustó con NaOH 2N hasta alcanzar el pH de 3, 4 y 5 $\pm 0,2$. Una vez disuelto el quitosano, la disolución se dejó reposar durante 30 minutos para eliminación de burbujas.

Test de Jarras

La turbiedad de las aguas crudas fue determinada con un turbidímetro Eutech TN 100. El pH de las suspensiones de agua cruda se midió con un pH metro digital Hanna (HI9812). El test de floculación se realizó en un equipo de seis jarras de 2 L con agitador individual modelo HACH programado para una mezcla rápida de 1 min a 100 rpm, seguida de una mezcla lenta de 15 min a 40 rpm. Una vez terminada la agitación, se dejó en

reposo por 30 minutos para seguidamente tomar una alícuota a 5 cm por debajo de la superficie del agua y determinar la turbiedad.

Diseño experimental

De acuerdo al problema de investigación planteado “APLICACIÓN DE QUITOSANO COMO MATERIAL BIOABSORBENTE EN EL PROCESO DE COAGULACIÓN-FLOCULACIÓN DURANTE EL TRATAMIENTO DE AGUA PARA CONSUMO HUMANO”, en función de establecer la relación entre los factores de estudio: concentración del quitosano, dosis y pH de la disolución, se considera apropiado aplicar un diseño factorial $A \times B \times C \times D$ ($2 \times 2 \times 3 \times 7$)

Factor A Tipo de quitosano

- A₀ Quitosano obtenido a través de quitina
- A₁ Quitosano obtenido sin la etapa de quitina

Factor B Concentración de la disolución madre de quitosano (p/V)

- B₀ 1%
- B₁ 2%

Factor C pH de la disolución

- C₀ pH 3
- C₁ pH 4
- C₂ pH 5

Factor D Volumen disolución de quitosano (mL)

- D₀ 0
- D₁ 4
- D₂ 5
- D₃ 6
- D₄ 7
- D₅ 8
- D₆ 9

Respuesta experimental

Las variables de control en el Factor A fueron:

- Grado de desacetilación (% , FT-IR)
- Peso molecular promedio (viscosimetría capilar, kDa)
- Cristalinidad (RXD)
- Propiedades térmicas (DSC)

Las variables de control para la interacción en el equipo de prueba de jarras fueron:

- Turbiedad del agua (Unidades Nefelométricas de Turbidez, NTU)
- Conductividad Eléctrica (μS)
- pH

Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

3.5 OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES

3.5.1 Variable independiente

Tabla 3. Método de obtención del quitosano, concentración y pH de la disolución de quitosano

Conceptualización	Dimensiones	Indicadores	Ítems Básicos	Técnicas e instrumentos de recolección de información
El quitosano es un copolímero hidrofílico de estructura rígida que contiene tanto glucosamina como acetilglucosamina. Es un polímero catiónico con alta densidad de carga lo que facilita la interacción electrostática con otros polímeros y la remoción de contaminantes.	A altas concentraciones el quitosano dispone de grupos amino libres. El quitosano es soluble en medio ácido (pH<6,3).	Concentración pH	¿La concentración de quitosano afecta el proceso de coagulación-floculación? ¿El pH de la disolución influye sobre la turbidez del agua?	Análisis de laboratorio mediante un test de jarras. Medida directa de la turbidez (NTU) en la muestra de agua. Medida directa del pH.

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

3.5.2 Variable dependiente

Tabla 4. Turbiedad del agua cruda durante el proceso de coagulación.

Conceptualización	Dimensiones	Indicadores	Ítems Básicos	Técnicas e instrumentos de recolección de información
Analizar la turbidez del agua.	Turbidez del agua	Unidades nefelométricas (NTU)	¿Qué es la turbidez? ¿Cómo se mide la turbidez?	Medida directa de la turbidez (NTU) con un turbidímetro Hach Chemical 2100P

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

3.6 PLAN DE RECOPIACIÓN DE INFORMACIÓN

La observación directa fue la técnica utilizadas para la recolección de la información ya que se está en contacto con el objeto de estudio en escenarios y ambientes debidamente preparados y equipados para realizar la investigación a fin de lograr la comprobación o rechazo de las hipótesis planteadas.

La recolección de las muestras se realizó en el horario de 08:00 a 09:00 am, una vez que el agua ingresó a la planta de tratamiento; los análisis de turbidez se realizaron en el laboratorio de control de calidad de la Empresa Municipal de Agua Potable y Alcantarillado de Ambato ubicado en la misma planta en el sector de Santa Rosa provincia de Tungurahua.

3.7 PLAN DE PROCESAMIENTO Y ANÁLISIS DE LA INFORMACIÓN

La información obtenida se procesó con los paquetes informáticos: Microcal Origin 7.0 para la tabulación de datos, EssentialFTIR® para análisis de espectros y termogramas, Graphpad 3.0 para el análisis estadístico y End Note para bibliografía.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS

4.1 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Caracterización del Biopolímero

Grado de desacetilación (GD) por FT-IR

En el Anexo A, Tabla A-1, se encuentran las longitudes de ondas experimentales y bibliográficas además de la asignación tentativa de las bandas de infrarrojo para los dos tipos de quitosano tomadas a partir del espectro FT-IR (Anexo C, Fig. C-1). La técnica de FT-IR permitió detectar todas las señales del polímero así como también evidenciar el efecto del método de obtención sobre la intensidad de las bandas.

En el espectro se pudieron observar las vibraciones de tensión de estrechamiento del grupo OH a 3433 cm^{-1} (Domszy & Roberts, 1985), a 2871 cm^{-1} el estrechamiento C-H (Choi, Ahn, Lee, Byun, & Park, 2002) las vibraciones del esqueleto del polímero que involucran el estrechamiento C-O-C (Borzacchiello, Ambrosio, Netti, Nicolais, Peniche, Gallardo, et al., 2001) a 1026 y 1071 cm^{-1} ; la tensión de deformación del $-\text{CH}_2$ a 1420 cm^{-1}

(Brugnerotto, Lizardi, Goycoolea, Argüelles-Monal, Desbrières, & Rinaudo, 2001; Zentz, Bédouet, Almeida, Milet, Lopez, & Giraud, 2001); el estrechamiento antisimétrico del puente C-O-C alrededor de 1151 cm^{-1} (Miya, Iwamoto, Yoshikawa, & Mima, 1980); a 1323 cm^{-1} la banda de la amida III (C. Qin, Li, Xiao, Liu, Zhu, & Du, 2006); a 1600 cm^{-1} la deformación –NH (Shigemasa, Matsuura, Sashiwa, & Saimoto, 1996); y a 890 cm^{-1} la vibración del enlace glucosídico C-O-C (Qu, Wirsén, & Albertsson, 2000).

Los valores del grado de desacetilación de los dos quitosanos obtenidos se encuentran en la Tabla A-2, y fueron calculados considerando la absorbancia de dos bandas patrón a las longitudes de onda de 1560 y 1030 cm^{-1} (Shigemasa, Matsuura, Sashiwa, & Saimoto, 1996):

$$\begin{aligned} GA(\%) &= A_{1560} / A_{1030} \\ GD(\%) &= 100 - GA \end{aligned} \quad (\text{Ec. 1})$$

El quitosano obtenido por el método indirecto (GD, 80.22%) presentó un grado de desacetilación menor que aquel obtenido por el método directo (GD, 83.53%). Por otro lado, el quitosano obtenido por el método directo presenta mayor intensidad en la banda a 2870 cm^{-1} , correspondiente al estrechamiento C-H del anillo de glucosa; esta banda es sensible a variaciones en el grado de desacetilación, un incremento en la intensidad de la misma está directamente relacionado con un incremento en el grado de desacetilación.

De manera similar la banda a 3291 cm^{-1} correspondiente al estrechamiento N-H, sensible al grado de desacetilación, es más intensa para el quitosano obtenido por el método directo. (Takai, Shimizu, Hayashi, Uraki, & Tokura, 1989)

La prueba de Mann Whitney ($p < 0.05$) para el grado de desacetilación indica que no existen diferencias significativas entre réplicas ni entre los dos tratamientos (Anexo B, Fig. B-1).

Peso Molecular Viscosimétrico Promedio

El peso molecular viscosimétrico promedio de los quitosanos se determinó por viscosimetría capilar, reemplazando el valor de la viscosidad intrínseca del quitosano disuelto en una solución 2% de ácido acético y 0.2M de acetato de sodio, en la ecuación de Mark–Houwink:

$$[\eta] = K \cdot \alpha (M_v) \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde, $[\eta]$ es la viscosidad intrínseca del quitosano, K y α son constantes para el soluto y el solvente ($K = 1.38 \times 10^{-5}$ y $\alpha = 0.85$) (Gamzazade, Šlimak, Skljär, Štykova, Pavlova, & Rogožin, 1985).

En el Anexo A, Tabla A-2 se presentan los valores del peso molecular viscosimétrico promedio para cada quitosano, el efecto del tratamiento sobre la longitud de la cadena polimérica es marcado, existen diferencias significativas entre las muestras (Anexo B, Fig. B-2), el quitosano obtenido a partir de quitina presenta un peso molecular mucho mayor que aquel obtenido por desacetilación directa.

Estos resultados podrían estar asociados a un mayor grado de desacetilación alcanzado con el método directo. Aparentemente el método de obtención influye sobre las características fisicoquímicas y propiedades funcionales del quitosano en donde un incremento en el grado de desacetilación provocaría una disminución considerable del peso molecular del polímero (Yen, Yang, & Mau, 2009).

Difracción de Rayos X

En el Anexo C, Figura C-2, se presentan los difractogramas característicos de los dos quitosanos en estado sólido, el fondo representa la fase amorfa y una fuerte reflexión en 2θ de alrededor 10° corresponde a la fase cristalina (Harish Prashanth, Kittur, & Tharanathan, 2002).

En general los quitosanos presentan la variedad polimórfica “ α ” con reflexiones típicas a ángulos 2θ de 10.3° ; 19.7° ; 21.7° ; 29.6° ; 35° y 40° que fue menor en el caso del quitosano obtenido a través de quitina con un menor grado de desacetilación y mayor peso molecular (Harish Prashanth, Kittur, & Tharanathan, 2002).

La presencia de un pico alrededor de 2θ : 22° indica la existencia de una estructura amorfa característica de la quitina parcialmente desacetilada (Rivero, García, & Pinotti, 2010).), el quitosano obtenido por el método directo supone mayor cristalinidad por la intensidad de los picos y es consistente con reglas generales establecidas para quitosanos con alto grado de desacetilación (Chatterjee, Chatterjee, Chatterjee, Das, & Guha, 2005).

Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

El evento térmico más importante registrado fue un pico exotérmico asociado con la degradación térmica del polímero, específicamente de los grupos amino (GlcN), centrado alrededor de 311°C para el quitosano obtenido a partir de quitina (Anexo C, Fig. C-3) y 315°C para el quitosano obtenido sin la etapa previa de quitina. (Anexo C, Fig. C-4).

El método de obtención no influye significativamente sobre la estabilidad térmica del polímero (Anexo B, Fig. B-3) otros autores (Guinesi & Cavalheiro, 2006) ,presentan valores de ΔH próximos a 208°C lo cual implica que los quitosanos obtenidos a partir de caparazones de camarón

son mucho más estables térmicamente a pesar de su alto grado de desacetilación.

Test de Jarras

El quitosano al ser insoluble en agua y solventes orgánicos, requiere un medio ácido para actuar como agente coagulante, al utilizar ácido clorhídrico las unidades de glucosamina de naturaleza insoluble adoptan la forma $R-NH_3^+$ con gran aplicación en los procesos de floculación. En la literatura manifiestan que la capacidad de adsorción del quitosano depende absolutamente del pH del mismo, generando interacciones electrostáticas entre los sólidos suspendidos y el polímero (Chatterjee, Chatterjee, Chatterjee, Das, & Guha, 2005).

El test de jarras (Fig. 8) permitió determinar el pH y la dosis óptima de quitosano, los resultados se presentan en el Anexo C, Fig. C-5. La acción del biopolímero se verificó solo entre un pH 4 a 5 en donde las unidades nefelométricas disminuyeron hasta valores de 9 NTU.

El efecto del pH de la disolución jugó un papel importante en la capacidad de adsorción influenciada no solo por la superficie de carga del polímero, el grado de ionización del quitosano y la disposición de grupos funcionales activos, sino además por la acidez de la solución inicial. Algunos autores reportan un pH 6 como óptimo con dosis de quitosano de 150 mg/L en donde se alcanza una reducción de la turbiedad del 80% (H. K. No & Meyers, 1989). Suspensiones de algas con 170 NTU fueron altamente clarificadas empleando disoluciones de quitosano a pH 7 (Divakaran & Sivasankara Pillai, 2002a), estos resultados son comparables con los obtenidos.

Para poder establecer la dosis adecuada de quitosano se llevaron a cabo experimentos variando la concentración del biopolímero entre (1y 2% p/v) y la dosis de quitosano (Anexo A, Tabla.A-3). En el Anexo C, Figuras C-

6, C-7 y C-8 se presentan los resultados del efecto del método de obtención del polímero, la concentración, pH de la disolución y la dosis de quitosano sobre la turbiedad del agua cruda. Los cambios de turbiedad en respuesta a las diferentes dosis de quitosano mostraron que el método directo tiene una capacidad adsorbente superior al quitosano obtenido por el método indirecto.

Es importante notar que el proceso de desacetilación provoca una depolimerización parcial simultánea de ahí que es difícil separar la contribución del grado de desacetilación y el peso molecular en la eficiencia de la floculación.

La turbiedad final de las muestras se vio ligeramente afectada por el grado de desacetilación del polímero ya tanto el quitosano obtenido por el método indirecto como por el método directo, presentaron un valor de GD similar (80 y 83% respectivamente). Si bien las NTU disminuyeron al utilizar quitosano sin el paso previo por quitina, el quitosano obtenido con el método indirecto compensa su efectividad a través de su mayor peso molecular.

En medio ácido, el grado de desacetilación tiene efecto limitado lo cual es perfectamente compensado cuando la concentración del polímero se incrementa.

Algunos autores trabajaron con dosis de quitosano de 2 a 5 mg/L y lograron un óptimo proceso de floculación, describieron este proceso como una neutralización de carga con una contribución del mecanismo y la disposición de las mismas en el polielectrolito; las cargas positivas se encuentran más juntas que la distancia existente entre las cargas negativas de la superficie de las partículas a manera de un mosaico permitiendo mayor superficie libre para flocular (Roussy, Van Vooren, & Guibal, 2005).

La eficiencia del quitosano fue mayor a pH 5 que a pH 3 y 4. La máxima reducción a pH 3 se consiguió a dosis de quitosano de ~4 mL (2 mg/L, 1% p/v y 4 mg/L, 2% p/v) (Anexo C, Figura C-6), conforme se

incrementó la concentración de polímero, no se alcanzaron valores menores de turbiedad. Esto puede estar asociado al excesivo número de cargas catiónicas de los grupos amino protonados (pH 3) que originalmente forman el flóculo pero que finalmente se re-estabilizan en la suspensión y provocan una baja eficiencia en el proceso de coagulación-floculación (Fig. 10)

Figura 10. Test de jarras para determinar la dosis óptima de quitosano

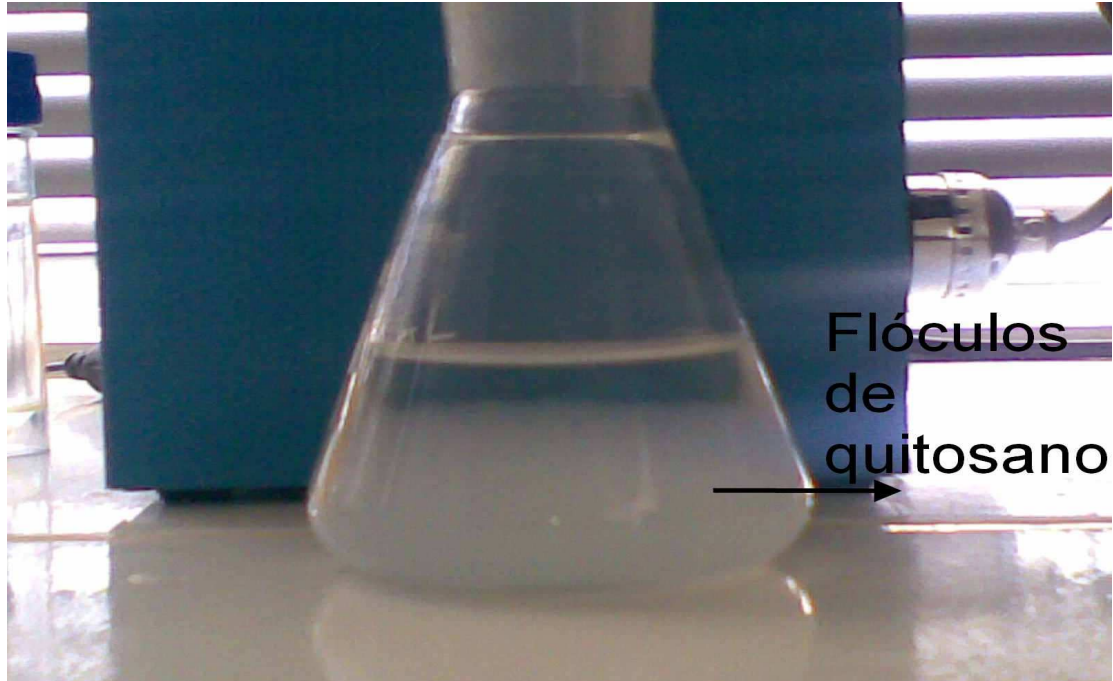


Fuente. Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado. Mirari Yosune Arancibia Soria

Al incrementar el pH de la disolución, (pH 4 y 5) la máxima eficiencia en la disminución de la turbiedad se obtuvo con dosis de quitosano entre 6 y 8 mL (3 mg/L (1% p/v) y 8 mg/L (2% p/v)) (Anexo C, Figuras C-7 y C-8 respectivamente) en donde se alcanzó un valor de turbiedad de ~ 6 NTU con el quitosano obtenido por el método directo en una concentración del 2% (p/V) y a pH 5, es evidente que conforme se incrementó el pH, la concentración de polímero también debió aumentar para que el desempeño sea óptimo (Fig. 11).

Figura 11. Flóculos de quitosano



Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Los resultados confirman el doble efecto del quitosano en el proceso, específicamente el efecto del pH sobre la relativa contribución de la coagulación (neutralización de carga) y floculación (atrapamiento coloidal) en la disminución de la turbiedad.

La concentración de la disolución inicial también influyó sobre el proceso siendo más efectiva la floculación cuando se utilizó una concentración de polímero igual al 2%, esto quizá está asociado a una mayor disposición de grupos amino libres y a que el quitosano obtenido por el método directo presenta un mayor grado de desacetilación.

Si bien el quitosano obtenido por el método indirecto dispone de una cadena polimérica superior, la disponibilidad de grupos amino libres es menor en tanto que menor es su grado de desacetilación. El quitosano obtenido por el método directo tuvo mayor poder floculante en todos los casos favorecido por el pH de la disolución y por su grado de desacetilación.

Para tener una idea clara de la capacidad de adsorción del polímero, se calculó el porcentaje de reducción de la turbiedad (%) a partir de la ecuación:

$$\text{ReducciónTurbiedad}(\%) = \frac{NTU_i - NTU_f}{NTU_i} * 100 \quad (\text{Ec. 3})$$

Cuando se trabajó con la disolución de quitosano a pH 3, se logró apenas un 25% de reducción de la turbiedad, a pH 4 un 48% de reducción y a pH 5 un 60% (Anexo C, Fig. C-9) siendo éste último el pH óptimo de aplicación del quitosano.

Al realizar los análisis de varianza, en la prueba Tukey ($p < 0.05$), si se encontraron diferencias significativas entre los tratamientos (Anexo B, Tablas B-1 a B-4 y Fig. B-4). El pH, la dosis de polímero y el método de obtención del mismo si tuvieron efecto sobre la reducción de la turbiedad durante el test de jarras (Anexo B, Tabla B-5, Fig. B-5). Entre los tratamientos a pH 3 no existen diferencias significativas lo que permite comprobar que a este valor de pH el quitosano no puede actuar efectivamente como agente coagulante o floculante ya que no alcanza su punto isoeléctrico y se ve imposibilitado para formar el complejo y flocular.

Los resultados demostraron que el quitosano obtenido por el método directo sin la obtención previa de quitina, es más efectivo en la remoción de sólidos suspendidos en las muestras de agua cruda independientemente de la turbiedad inicial. Una dosis de apenas 7 mg/L de disolución inicial al 2% produce una máxima reducción de la turbiedad (6 NTU).

Otros autores reportaron valores entre 10 NTU como turbiedad final al utilizar dosis de entre 6-15 mg/L (Divakaran & Sivasankara Pillai, 2001), el quitosano *per se* requiere dosis menores que cuando se combina con otros agentes coagulantes, Chen y Chung (2011) realizaron mezclas de quitosano con policloruro de aluminio en dosis de 40 mg/mL y superiores para corregir

el efecto que tiene el pH sobre el biopolímero, sin embargo la dosis a emplear fue superior en relación a otros datos documentados. Esto sugiere que la interacción entre las partículas suspendidas es óptima cuando el quitosano está protonado y libre (Chen & Chung, 2011).

En cuanto a la conductividad eléctrica (μS) (Anexo A, Tabla A-4) los valores se incrementaron cuando se alcanzó la dosis óptima del polímero. En el análisis estadístico (Anexo B, Tabla B-6, Fig. B6) si se encontraron diferencias significativas a pH 4 y pH 5, posiblemente asociado con la desestabilización de la carga del polímero durante el proceso de coagulación. No existe en la literatura estudios relacionados con el efecto del quitosano sobre la conductividad eléctrica durante el proceso de floculación/coagulación.

4.2 VERIFICACIÓN DE LA HIPÓTESIS

Se ha rechazado la hipótesis nula que señala que la concentración de quitosano, y el pH de la disolución no influyen sobre la turbiedad del agua.

En consecuencia, se acepta la hipótesis alternativa, es decir que la concentración de quitosano, y el pH de la disolución si influyen sobre la turbiedad del agua

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

- El quitosano obtenido fue un eficiente agente coagulante y floculante por su alta solubilidad asociada a la cristalinidad del polímero medida por rayos-X, que fue menor cuanto mayor el grado de desacetilación. El paso por quitina permitió obtener quitosanos con un menor grado de desacetilación, mayor peso molecular y relativamente menor estabilidad térmica.
- El proceso de coagulación/floculación fue altamente sensible a las variaciones de pH de la disolución, al disminuir el pH (pH 3) la concentración de polímero utilizado no fue suficiente para efectuar una reducción considerable de la turbiedad. En el intervalo de pH investigado, los mejores resultados se obtuvieron a pH 5 en todos los casos, en donde los grupos amino están altamente protonados y disponibles para neutralizar la carga e interaccionar con los coloides aniónicos presentes en el agua.

- A pH 5, dosis de 7 mL (~3mg/L, disolución 1% p/v y ~8 mg/L, disolución 2% p/v) fueron suficientes para alcanzar una reducción del 60% de la turbiedad de las muestras (6NTU). Bajo estas condiciones el grado de desacetilación y el peso molecular tuvieron un efecto limitado. Sin embargo, un mejor desempeño de la coagulación se observó con el quitosano obtenido por el método directo en donde el grado de desacetilación fue mayor y menor su peso molecular.
- Una concentración de quitosano cercana a 3 mg/L puede ser suficiente para alcanzar una efectiva coagulación/floculación y por consiguiente reducir la turbiedad aprovechando las propiedades del polímero bajo condiciones ácidas.
- Como conclusión general tanto el quitosano obtenido por el método indirecto como por el método directo, son apropiados para ser utilizados como agentes coagulantes y floculantes en el tratamiento de aguas. Sin embargo, evitar el paso por quitina confiere mayor grado de desacetilación y menor longitud de la cadena polimérica lo que confiere al polímero mayor capacidad de protonación en medio ácido.

5.2 RECOMENDACIONES

- Se recomienda evaluar las propiedades fisicoquímicas del quitosano, determinar su peso molecular y grado de desacetilación antes de utilizarlo como agente coagulante/floculante para optimizar y controlar el proceso.
- Se recomienda medir el pH de la disolución y mantenerlo cercano a 5 así como también la dosis de polímero para de esta manera favorecer la neutralización de la carga y la consecuente coagulación y floculación del material suspendido.
- Se recomienda preparar la disolución de quitosano y utilizarla en el momento para evitar la polimerización del mismo lo que provocaría una considerable reducción de la eficacia del proceso.

CAPÍTULO VI

PROPUESTA

6.1 DATOS INFORMATIVOS

Título: *“Método para evaluar la capacidad coagulante y floculante del polímero quitosano en aguas residuales de la industria láctea”.*

- **Institución ejecutora:** Universidad Técnica de Ambato, Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos.
- **Beneficiarios:** Centros de Investigación Científica, Organizaciones no gubernamentales (ONG's), Empresas con gestión de residuos, Plantas de tratamiento de agua Municipales, estudiantes de las carreras de Ingeniería de Alimentos e Ingeniería Bioquímica.
- **Ubicación:** Ambato, Ecuador.
- **Tiempo estimado de ejecución:** 5 meses.
Inicio: Enero 2011
Fin: Junio 2011
- **Equipo técnico responsable:** Ing. Mirari Arancibia, Ing. Juan de Dios Alvarado.
- **Costo:** 12205 usd.

6.2 ANTECEDENTES

El quitosano es un amino-polisacárido que ha sido ampliamente estudiado por su capacidad para adsorber contaminantes orgánicos e inorgánicos. Cationes metálicos son adsorbidos por los grupos amino del biopolímero mediante quelación en el electrón libre del doblete del átomo de nitrógeno (Bratskaya, Shamov, Avramenko, & Chervonetskiy, 2001).

La protonación de los grupos amino en soluciones acídicas dan al polímero interesantes propiedades de intercambio iónico. A pH 5, el polímero está altamente protonado y esto abre la posibilidad de atraer aniones metálicos y compuestos metálicos (H. No & Meyers, 2000). La protonación de los grupos amino también es responsable de la disolución del polímero en soluciones ácidas (J.-J. Qin, Oo, Kekre, Knops, & Miller, 2006).

Muchos estudios han sido enfocados en el uso del quitosano en el procesamiento de pescado (Guerrero, Omil, Méndez, & Lema, 1998), industria de alimentos (Fernández & Fox, 1997), aguas crudas (Chen & Chung, 2011), partículas de látex (Li, Du, Xu, Zhan, & Kennedy, 2004), microorganismos (Lertsutthiwong, Sutti, & Powtongsook, 2009) y suspensiones que contienen coloides minerales (Pinotti, Bevilacqua, & Zaritzky, 1997).

Las propiedades del quitosano, incluyendo este comportamiento catiónico y peso molecular pueden ser utilizadas para neutralizar la carga (efecto coagulante por compuestos aniónicos) y por atrapamiento de partículas (efecto floculante). Actualmente el mecanismo de coagulación y la floculación puede ser utilizado simultánea o alternadamente para la remoción de partículas suspendidas. La contribución de cada mecanismo depende del pH de la suspensión. Solo algunos estudios se han enfocado en el impacto del quitosano en la mejora de las propiedades de coagulación y floculación de partículas suspendidas especialmente proteínas y lípidos provenientes de la industria láctea (Qu, Wirsén, & Albertsson, 2000).

6.3 JUSTIFICACIÓN

Esta investigación es de gran importancia ya que no se han realizado este tipo de estudios en la Provincia. Con esto se pretende contribuir con resultados a nivel experimental que sirvan de base para la aplicación del proceso a escala industrial y a su vez promover la utilización de desechos de la industria camaronera y sustituir total o parcialmente el uso de agentes coagulantes sintéticos que a más de ser un problema para el medio ambiente, constituyen un riesgo para la salud de la población en general.

La investigación es original y brinda la posibilidad de aplicar conocimientos científicos de síntesis química durante la extracción del biopolímero quitosano, caracterizar el material en sus propiedades fisicoquímicas y aprovechar la capacidad de adsorción de sólidos suspendidos a través de su accionar como agente coagulante en medio ácido.

La investigación es definitivamente factible puesto que está respaldada por material bibliográfico actualizado para constituirse además en una guía de consulta y análisis de resultados, es asequible económicamente por su presupuesto relativamente bajo.

6.4 OBJETIVOS

6.4.1 Objetivo General

- Proponer un método para evaluar la capacidad coagulante y floculante del polímero quitosano en aguas residuales de la industria láctea.

6.4.2 Objetivos Específicos

- Extraer quitosano sin paso previo por quitina, con un alto grado de desacetilación y bajo peso molecular.
- Determinar las propiedades fisicoquímicas del quitosano obtenido.
- Evaluar la capacidad coagulante/floculante del polímero mediante un test de Jarras.
- Determinar la dosis óptima de quitosano a adicionar durante el proceso de coagulación/floculación de sólidos suspendidos en aguas residuales de la industria láctea.

6.5 ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD

El proyecto de investigación es de tipo tecnológico, ya que con ello se puede implementar como una nueva tecnología para la evaluación de la actividad coagulante/floculante del quitosano. El análisis de factibilidad es además de carácter sociológico, puesto que contribuye con investigaciones y estudios que se pueden realizar con los datos expuestos en éste trabajo y serían de gran ayuda para industrias de alimentos, plantas de tratamiento de agua, Municipios, estudiantes de Ciencias Ambientales y afines, entre otros.

Tabla 6. Costos de Investigación

CONCEPTO	VALOR (USD)
Graduando	750
Tutor	250
Materiales, equipos, reactivos	10900
Publicaciones	105
Subtotal	2005
Imprevistos (10%)	200
Total	12205

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

6.6 FUNDAMENTACIÓN

El proceso de coagulación-floculación es una de las etapas más importantes durante el tratamiento de agua, directa o indirectamente, en el control de partículas suspendidas y contaminantes, se efectúa en esta etapa.

En los últimos años, el uso extensivo de materiales sintéticos y su peligrosa acumulación en el planeta ha sido motivo de una creciente preocupación no solo por la toxicidad sino por la dificultad en su disposición final. El quitosano, un polímero biodegradable, no tóxico y un efectivo agente coagulante, por su bajo impacto ambiental, han logrado posicionarse a nivel industrial especialmente como agente quelante (Bratskaya, Shamov, Avramenko, & Chervonetskiy, 2001). Sumado a esto, es biocompatible cualidad que ha sido muy explotada en la industria biomédica; la presencia de grupos amino ($-NH_2$) en su estructura, le confieren un carácter catiónico en medio ácido con importantes implicaciones tecnológicas (Tokura & Tamura, 2007).

Posee además características intrínsecas que lo hacen un efectivo agente coagulante y/o floculante. Esta doble acción, única en este polímero, se debe a su alta carga catiónica, gran longitud de la cadena polimérica y a su capacidad para estabilizarse a un pH superior a la constante de disociación de la macromolécula en donde coagula y precipita llevándose consigo partículas orgánicas, colorantes, contaminantes entre otros sólidos suspendidos (H. No & Meyers, 2000). Las diferencias en el pH de la disolución influyen sobre la capacidad de adsorción del quitosano, en muchos casos la tasa de adsorción decrece conforme decrece el pH.

La solubilidad y la agregación son propiedades a tener en cuenta si se requiere un eficiente tratamiento de aguas crudas o residuales (Deng, He, Zhao, Yang, & Liu, 2007) y están altamente influenciadas por la variabilidad, heterogeneidad del polímero y cambios macromoleculares por lo cual el polímero debe ser caracterizado en términos de su grado de desacetilación,

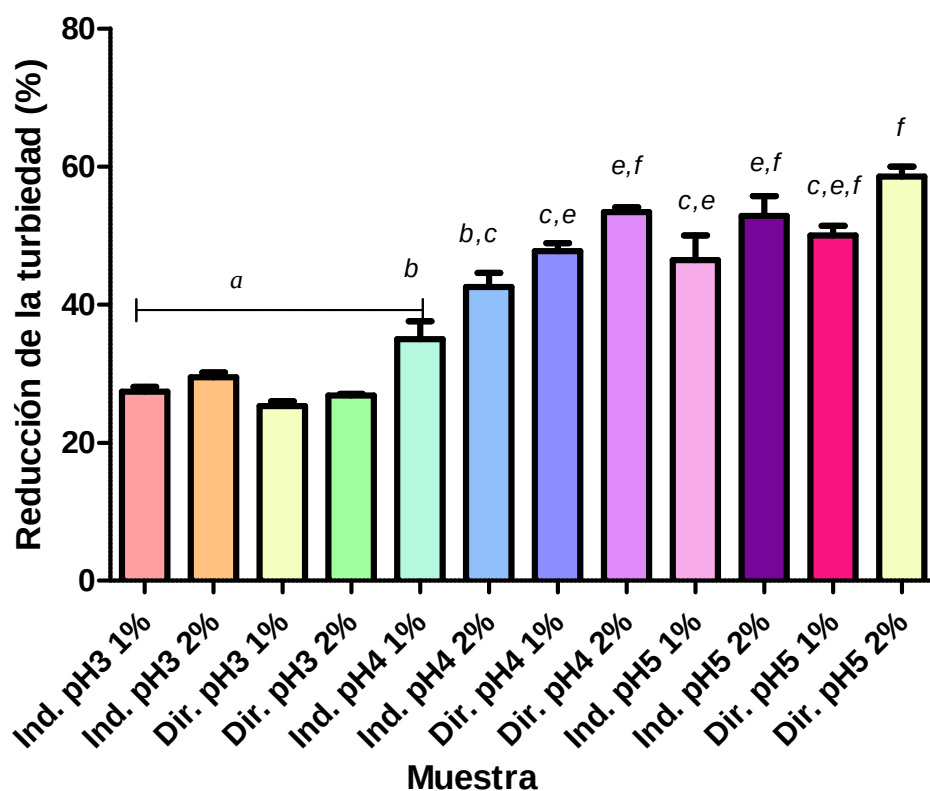
peso molecular, cristalinidad e hidrofiliidad ya que estos parámetros afectan la solubilidad y viscosidad de las disoluciones (Kim & Mendis, 2006). Provocando cambios en las propiedades de coagulación.

El uso del quitosano como agente coagulante/floculante está ampliamente justificado por dos características importantes: primero, es no-tóxico y biodegradable y segundo, interacciona con contaminantes incluyendo partículas y sustancias disueltas. Ha sido utilizado exitosamente en el tratamiento de suspensiones orgánicas y contaminantes que además de su condición de biodegradabilidad ha sido eficiente durante el proceso. Su eficiencia incluso se ha demostrado a bajas temperaturas y a concentraciones menores que las de coagulantes comerciales (H. No & Meyers, 2000).

En este estudio, la efectividad del proceso de coagulación/floculación del polímero quitosano sobre aguas residuales de la industria láctea se evaluará a partir de medidas de turbiedad tal como se realizó en la memoria de aplicación de quitosano como material bioabsorbente en el proceso de coagulación-floculación durante el tratamiento de agua para consumo humano. Las conclusiones presentadas como: pH óptimo de la disolución (pH 5), dosis óptima de polímero (~3mg/L, disolución 1% p/v y ~8 mg/L, disolución 2% p/v) y tipo de quitosano utilizado mostraron que se puede alcanzar una reducción del 60% de la turbiedad en aguas con sólidos suspendidos.

El análisis estadístico (Fig. 12) permite deducir que el método es valedero y aplicable en el tratamiento de aguas residuales de la industria de alimentos.

Figura 12. Test de Tukey ($p < 0.05$) para el porcentaje de reducción de turbiedad de la interacción de los factores. Diferentes letras indican diferencias significativas entre los tratamientos



Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

6.7 METODOLOGÍA

Para la extracción de quitosano, se procederá directamente a desmineralizar los caparazón de camarón con HCl 2N durante 72 horas. Las restantes etapas fueron las mismas que en el método indirecto (Alvarado, et al., 2007).

Caracterización Fisicoquímica

Grado de desacetilación: Por espectroscopia de infrarrojo (FT-IR) en fase sólida, considerando la absorbancia de dos bandas patrón a las longitudes de onda de 1560 y 1030 cm^{-1} (Shigemasa, Matsuura, Sashiwa, & Saimoto, 1996):

$$GA(\%) = A_{1560} / A_{1030}$$

$$GD(\%) = 100 - GA$$
(Ec. 1)

Peso molecular: Por viscosimetría capilar, reemplazando el valor de la viscosidad intrínseca del quitosano disuelto en una solución 2% de ácido acético y 0.2M de acetato de sodio, en la ecuación de Mark–Houwink:

$$[\eta] = K \cdot \alpha (M_v)$$
(Ec. 2)

Donde, $[\eta]$ es la viscosidad intrínseca del quitosano, K y α son constantes para el soluto y el solvente ($K = 1.38 \times 10^{-5}$ y $\alpha = 0.85$) (Gamzazade, Šlimak, Skljár, Štykova, Pavlova, & Rogožin, 1985).

Cristalinidad: Por difracción de rayos X haciendo un barrido en el intervalo de (2θ) entre 3–60°.

Test de Jarras: Preparar una disolución al 1% (p/v) en HCl 0.1M, y disponer 6 concentraciones de polímero. El test de floculación se realizará en un equipo de seis jarras de 2 L, con agitador individual programado para una mezcla rápida de 1 min a 100 rpm, seguida de una mezcla lenta de 15 min a 40 rpm.

Tabla 7. Modelo Operativo (Plan de acción)

Fases	Metas	Actividades	Responsables	Recursos	Presupuesto (USD)	Tiempo (meses)
Formulación de la Propuesta	Evaluar la capacidad coagulante, floculante del quitosano	Revisión bibliográfica	Investigador	Humanos Técnicos Económicos	270	1
Desarrollo preliminar de la propuesta	Cronograma de la propuesta	Pruebas preliminares	Investigador	Humanos Técnicos Económicos	750	2
Implementación de la propuesta	Ejecución de la propuesta	Determinación de la Turbiedad (Test de Jarras)	Investigador	Humanos Técnicos Económicos	10990	2
Evaluación de la propuesta	Comprobación del proceso	Cálculos estadísticos y evaluación de resultados	Investigador	Humanos Técnicos Económicos	195	1

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria
Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

6.8 ADMINISTRACIÓN

La ejecución de la propuesta estará coordinada por los responsables del proyecto: Ing. Mirari Arancibia e Ing. Juan de Dios Alvarado.

Tabla 8. Administración de la propuesta

Indicadores a mejorar	Situación actual	Resultados esperados	Actividades	Responsables
Método para evaluar la capacidad coagulante y floculante del polímero quitosano basado en la variación de la turbiedad en aguas con sólidos suspendidos	Falta de información sobre la aplicación de biopolímeros como agentes coagulantes/floculantes	Cuantificación de la capacidad de coagulación/floculación del quitosano por medidas de turbiedad en aguas con sólidos suspendidos	-Obtener el biopolímero quitosano -Determinar sus propiedades fisicoquímicas -Preparar la disolución de quitosano en HCl 0,1M -Controlar el pH de la disolución -Determinar la dosis óptima de polímero -Evaluar los cambios de turbiedad mediante un test de Jarras	Investigadores: Ing. Mirari Arancibia, Ing. Juan de Dios Alvarado

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria
Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

6.9 PREVISIÓN DE LA EVALUACIÓN

Tabla 9. Previsión de la evaluación

Preguntas Básicas	Explicación
¿Quiénes solicitan evaluar?	Centros de Investigación Científica
	Organizaciones no gubernamentales (ONG's)
	Empresas con gestión de residuos
	Plantas de tratamiento de agua Municipales
	Estudiantes de las carreras de Ingeniería de Alimentos e Ingeniería Bioquímica
¿Por qué evaluar?	Novedad de la aplicación de la investigación en el país
	Implementar nuevas tecnologías
¿Para qué evaluar?	Determinar la metodología adecuada para la aplicación de un biopolímero en el tratamiento de aguas
¿Qué evaluar?	Metodología utilizada
	Materias primas
	Resultados obtenidos
¿Quién evalúa?	Tutor
	Calificadores
¿Cuándo evaluar?	Todo el tiempo, desde la caracterización del biopolímero, hasta la obtención de datos de turbiedad (NTU)
¿Cómo evaluar?	Utilizando equipos e instrumentos de evaluación
¿Con qué evaluar?	Datos experimentales publicados

Fuente: Mirari Yosune Arancibia Soria
Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 Almeida, A., & Arancibia, M. (2005). *Desarrollo de una Tecnología para la Obtención de Quitina y Quitosano a partir de Caparazones de Camarón (Penaeus vannamei)*. Unpublished Pregrado, Universidad Técnica de Ambato, Ambato.
- 2 Alvarado, J., Almeida, A., Arancibia, M., Aparecida de Carvalho, R., Sobral, P., Quinta Barbosa, A., Monterrey-Quintero, E., & Sereno, A. (2007). Método Directo para la Obtención de Quitosano de Desperdicios de Camarón para la Elaboración de Películas Biodegradables. *Afinidad*, 64(531), 605-611.
- 3 Ashmore, M., Hearn, J., & Karpowicz, F. (2001). Flocculation of Latex Particles of Varying Surface Charge Densities by Chitosans. *Langmuir*, 17(4), 1069-1073.
- 4 Betancourt, W. Q., & Rose, J. B. (2004). Drinking water treatment processes for removal of Cryptosporidium and Giardia. *Veterinary Parasitology*, 126(1-2), 219-234.
- 5 Bolto, B., & Gregory, J. (2007). Organic polyelectrolytes in water treatment. *Water Research*, 41(11), 2301-2324.
- 6 Borzacchiello, A., Ambrosio, L., Netti, P. A., Nicolais, L., Peniche, C., Gallardo, A., & San Roman, J. (2001). Chitosan-based hydrogels: Synthesis and characterization. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 12(10), 861-864.
- 7 Bratskaya, S. Y., Shamov, M. V., Avramenko, V. A., & Chervonetskiy, D. V. (2001). Colloid-chemical properties of chitosan. In N. O. Yasuhiro Iwasawa & K. Hironobu (Eds.), *Studies in Surface Science and Catalysis*, vol. Volume 132 (pp. 221-224): Elsevier.
- 8 Brostow, W., Pal, S., & Singh, R. P. (2007). A model of flocculation. *Materials Letters*, 61(22), 4381-4384.
- 9 Brugnerotto, J., Lizardi, J., Goycoolea, F. M., Argüelles-Monal, W., Desbrières, J., & Rinaudo, M. (2001). An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. *Polymer*, 42(8), 3569-3580.
- 10 Cervera, M. F., Heinämäki, J., Räsänen, M., Maunu, S. L., Karjalainen, M., Acosta, O. M. N., Colarte, A. I., & Yliruusi, J. (2004). Solid-state characterization of chitosans derived from lobster chitin. *Carbohydrate Polymers*, 58(4), 401-408.
- 11 Chatterjee, S., Chatterjee, S., Chatterjee, B. P., Das, A. R., & Guha, A. K. (2005). Adsorption of a model anionic dye, eosin Y, from aqueous solution by chitosan hydrobeads. *Journal of Colloid and Interface Science*, 288(1), 30-35.
- 12 Chen, C.-Y., & Chung, Y.-C. (2011). Comparison of Acid-Soluble and Water-Soluble Chitosan as Coagulants in Removing Bentonite Suspensions. *Water, Air, & Soil Pollution*, 217(1), 603-610.

- 13 Choi, W.-S., Ahn, K.-J., Lee, D.-W., Byun, M.-W., & Park, H.-J. (2002). Preparation of chitosan oligomers by irradiation. *Polymer Degradation and Stability*, 78(3), 533-538.
- 14 Deng, C.-M., He, L.-Z., Zhao, M., Yang, D., & Liu, Y. (2007). Biological properties of the chitosan-gelatin sponge wound dressing. *Carbohydrate Polymers*, 69(3), 583-589.
- 15 Divakaran, R., & Sivasankara Pillai, V. N. (2001). Flocculation of kaolinite suspensions in water by chitosan. *Water Research*, 35(16), 3904-3908.
- 16 Divakaran, R., & Sivasankara Pillai, V. N. (2002a). Flocculation of algae using chitosan. *Journal of Applied Phycology*, 14(5), 419-422.
- 17 Divakaran, R., & Sivasankara Pillai, V. N. (2002b). Flocculation of river silt using chitosan. *Water Research*, 36(9), 2414-2418.
- 18 Domszy, J. G., & Roberts, G. A. F. (1985). Evaluation of infrared spectroscopic techniques for analysing chitosan. *Die Makromolekulare Chemie*, 186(8), 1671-1677.
- 19 EMAPA. (2006). Control de Calidad. In E. M. d. A. P. y. A. d. Ambato (Ed.), (pp. 2). Ambato.
- 20 Fan, A., Turro, N. J., & Somasundaran, P. (2000). A study of dual polymer flocculation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 162(1-3), 141-148.
- 21 Fernández, M., & Fox, P. F. (1997). Fractionation of cheese nitrogen using chitosan. *Food Chemistry*, 58(4), 319-322.
- 22 Fonseca, A. C., Scott Summers, R., & Hernandez, M. T. (2001). Comparative measurements of microbial activity in drinking water biofilters. *Water Research*, 35(16), 3817-3824.
- 23 French, K., Guest, R. K., Finch, G. R., & Haas, C. N. (2000). Correlating Cryptosporidium removal using dissolved air flotation in water treatment. *Water Research*, 34(16), 4116-4119.
- 24 Gamzazade, A. I., Šlimak, V. M., Skljarić, A. M., Štykova, E. V., Pavlova, S. S. A., & Rogožin, S. V. (1985). Investigation of the hydrodynamic properties of chitosan solutions. *Acta Polymerica*, 36(8), 420-424.
- 25 Goy, R., De Britto, D., & Asis, O. (2009). A Review of the antimicrobial activity of chitosan. *Polymer Science and Technology*, 19(3), 241-247.
- 26 Guerrero, L., Omil, F., Méndez, R., & Lema, J. M. (1998). Protein recovery during the overall treatment of wastewaters from fish-meal factories. *Bioresource Technology*, 63(3), 221-229.
- 27 Guibal, E., & Roussy, J. (2007). Coagulation and flocculation of dye-containing solutions using a biopolymer (Chitosan). *Reactive and Functional Polymers*, 67(1), 33-42.
- 28 Guigui, C., Rouch, J. C., Durand-Bourlier, L., Bonnelye, V., & Aptel, P. (2002). Impact of coagulation conditions on the in-line coagulation/UF process for drinking water production. *Desalination*, 147(1-3), 95-100.
- 29 Guinesi, L. S., & Cavaleiro, É. T. G. (2006). The use of DSC curves to determine the acetylation degree of chitin/chitosan samples. *Thermochimica Acta*, 444(2), 128-133.

- 30 Gyliene, O., Rekertas, R., & Salkauskas, M. (2002). Removal of free and complexed heavy-metal ions by sorbents produced from fly (*Musca domestica*) larva shells. *Water Research*, 36(16), 4128-4136.
- 31 Han, M., Lee, H., Lawler, D. F., & Choi, S. (1997). Collision efficiency factor in Brownian coagulation ($[\alpha]Br$) including hydrodynamics and interparticle forces. *Water Science and Technology*, 36(4), 69-75.
- 32 Harish Prashanth, K. V., Kittur, F. S., & Tharanathan, R. N. (2002). Solid state structure of chitosan prepared under different N-deacetylating conditions. *Carbohydrate Polymers*, 50(1), 27-33.
- 33 Hempoonsert, J., Tansel, B., & Laha, S. (2010). Effect of temperature and pH on droplet aggregation and phase separation characteristics of flocs formed in oil-water emulsions after coagulation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 353(1), 37-42.
- 34 Hogg, R. (2000). Flocculation and dewatering. *International Journal of Mineral Processing*, 58(1-4), 223-236.
- 35 Hsu, B.-M., & Yeh, H.-H. (2003). Removal of Giardia and Cryptosporidium in drinking water treatment: a pilot-scale study. *Water Research*, 37(5), 1111-1117.
- 36 Huang, C., Chen, S., & Ruhsing Pan, J. (2000). Optimal condition for modification of chitosan: a biopolymer for coagulation of colloidal particles. *Water Research*, 34(3), 1057-1062.
- 37 Ives, K. J., Ladislav, S., Dipl, I., PhD, Ceng, & E, F. I. (2001). Coagulation and flocculation: Part II--Orthokinetic flocculation. In *Solid-Liquid Separation (Fourth Edition)*, (pp. 130-165). Oxford: Butterworth-Heinemann.
- 38 Kim, S.-K., & Mendis, E. (2006). Bioactive compounds from marine processing byproducts - A review. *Food Research International*, 39(4), 383-393.
- 39 Klimpel, R. C., & Hogg, R. (1986). Effects of flocculation conditions on agglomerate structure. *Journal of Colloid and Interface Science*, 113(1), 121-131.
- 40 Lertsutthiwong, P., Sutti, S., & Powtongsook, S. (2009). Optimization of chitosan flocculation for phytoplankton removal in shrimp culture ponds. *Aquacultural Engineering*, 41(3), 188-193.
- 41 Li, H., Du, Y., Xu, Y., Zhan, H., & Kennedy, J. F. (2004). Interactions of cationized chitosan with components in a chemical pulp suspension. *Carbohydrate Polymers*, 58(2), 205-214.
- 42 Lin, J.-L., Huang, C., Chin, C.-J. M., & Pan, J. R. (2008). Coagulation dynamics of fractal flocs induced by enmeshment and electrostatic patch mechanisms. *Water Research*, 42(17), 4457-4466.
- 43 Liu, S. X., & Glasgow, L. A. (1995). Conformation of adsorbed macromolecules and solid-liquid separation in coagulation processes. *Separations Technology*, 5(3), 139-145.
- 44 Lombi, E., Stevens, D. P., & McLaughlin, M. J. (2010). Effect of water treatment residuals on soil phosphorus, copper and aluminium availability and toxicity. *Environmental Pollution*, 158(6), 2110-2116.
- 45 Miya, M., Iwamoto, R., Yoshikawa, S., & Mima, S. (1980). I.r. spectroscopic determination of CONH content in highly deacylated

- chitosan. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2(5), 323-324.
- 46 Muzzarelli, R. A. A., Raith, G., & Tubertini, O. (1970). Separations of trace elements from sea water, brine and sodium and magnesium salt solutions by chromatography on chitosan. *Journal of Chromatography A*, 47, 414-420.
 - 47 No, H., & Meyers, S. (2000). Application of chitosan for treatment of wastewaters. In G. Ware (Ed.), *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*, vol. 163 (pp. 1-28). Tucson: Springer-Verlag New York Inc.
 - 48 No, H. K., & Meyers, S. P. (1989). Crawfish chitosan as a coagulant in recovery of organic compounds from seafood processing streams. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 37(3), 580-583.
 - 49 OMS. (2011). Agua, saneamiento y salud. In, vol. 2011).
 - 50 Pallier, V., Feuillade-Cathalifaud, G., Serpaud, B., & Bollinger, J.-C. (2010). Effect of organic matter on arsenic removal during coagulation/flocculation treatment. *Journal of Colloid and Interface Science*, 342(1), 26-32.
 - 51 Parazak, D. P., Burkhardt, C. W., McCarthy, K. J., & Stehlin, M. P. (1988). Hydrophobic flocculation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 123(1), 59-72.
 - 52 Pillai, C. K. S., Paul, W., & Sharma, C. P. (2009). Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation. *Progress in Polymer Science*, 34(7), 641-678.
 - 53 Pinotti, A., Bevilacqua, A., & Zaritzky, N. (1997). Optimization of the flocculation stage in a model system of a food emulsion waste using chitosan as polyelectrolyte. *Journal of Food Engineering*, 32(1), 69-81.
 - 54 Pritchard, M., Craven, T., Mkandawire, T., Edmondson, A. S., & O'Neill, J. G. (2011). A comparison between *Moringa oleifera* and chemical coagulants in the purification of drinking water - An alternative sustainable solution for developing countries. *Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C*, 35(13-14), 798-805.
 - 55 Qin, C., Li, H., Xiao, Q., Liu, Y., Zhu, J., & Du, Y. (2006). Water-solubility of chitosan and its antimicrobial activity. *Carbohydrate Polymers*, 63(3), 367-374.
 - 56 Qin, J.-J., Oo, M. H., Kekre, K. A., Knops, F., & Miller, P. (2006). Impact of coagulation pH on enhanced removal of natural organic matter in treatment of reservoir water. *Separation and Purification Technology*, 49(3), 295-298.
 - 57 Qu, X., Wirsén, A., & Albertsson, A. C. (2000). Novel pH-sensitive chitosan hydrogels: swelling behavior and states of water. *Polymer*, 41(12), 4589-4598.
 - 58 Ravi Kumar, M. N. V. (2000). A review of chitin and chitosan applications. *Reactive and Functional Polymers*, 46(1), 1-27.
 - 59 Ray, D. T., & Hogg, R. (1987). Agglomerate breakage in polymer-flocculated suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 116(1), 256-268.

- 60 Renault, F., Sancey, B., Badot, P. M., & Crini, G. (2009). Chitosan for coagulation/flocculation processes - An eco-friendly approach. *European Polymer Journal*, 45(5), 1337-1348.
- 61 Rinaudo, M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Progress in Polymer Science*, 31(7), 603-632.
- 62 Rivero, S., García, M. A., & Pinotti, A. (2010). Crosslinking capacity of tannic acid in plasticized chitosan films. *Carbohydrate Polymers*, 82(2), 270-276.
- 63 Rondeau, V., & Commenges, D. (2001). The Epidemiology of Aluminium and Alzheimer's Disease. In E. Christopher (Ed.), *Aluminium and Alzheimer's Disease (First Edition)*, (pp. 59-73). Amsterdam: Elsevier.
- 64 Roussy, J., Van Vooren, M., & Guibal, E. (2005). Influence of chitosan characteristics on coagulation and flocculation of organic suspensions. *Journal of Applied Polymer Science*, 98(5), 2070-2079.
- 65 Sannan, T., Kurita, K., Ogura, K., & Iwakura, Y. (1978). Studies on chitin: 7. I.r. spectroscopic determination of degree of deacetylation. *Polymer*, 19(4), 458-459.
- 66 Shigemasa, Y., Matsuura, H., Sashiwa, H., & Saimoto, H. (1996). Evaluation of different absorbance ratios from infrared spectroscopy for analyzing the degree of deacetylation in chitin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 18(3), 237-242.
- 67 Sinha, S., Yoon, Y., Amy, G., & Yoon, J. (2004). Determining the effectiveness of conventional and alternative coagulants through effective characterization schemes. *Chemosphere*, 57(9), 1115-1122.
- 68 Somasundaran, P., & Yu, X. (1994). Flocculation/dispersion of suspensions by controlling adsorption and conformation of polymers and surfactants. *Advances in Colloid and Interface Science*, 53, 33-49.
- 69 Strand, S. P., Nordengen, T., & Østgaard, K. (2002). Efficiency of chitosans applied for flocculation of different bacteria. *Water Research*, 36(19), 4745-4752.
- 70 Tokura, S., & Tamura, H. (2007). Chitin and Chitosan. In C. Editor in, xA & P. K. Johannis (Eds.), *Comprehensive Glycoscience*, (pp. 449-475). Oxford: Elsevier.
- 71 Will, R. (2010). Synthetic Water-Soluble Polymers. In, vol. 2010): SRI Consulting.
- 72 Yan, M., Wang, D., Qu, J., He, W., & Chow, C. W. K. (2007). Relative importance of hydrolyzed Al(III) species (Ala, Alb, and Alc) during coagulation with polyaluminum chloride: A case study with the typical micro-polluted source waters. *Journal of Colloid and Interface Science*, 316(2), 482-489.
- 73 Yan, M., Wang, D., Yu, J., Ni, J., Edwards, M., & Qu, J. (2008). Enhanced coagulation with polyaluminum chlorides: Role of pH/Alkalinity and speciation. *Chemosphere*, 71(9), 1665-1673.
- 74 Yang, Z. L., Gao, B. Y., Yue, Q. Y., & Wang, Y. (2010). Effect of pH on the coagulation performance of Al-based coagulants and residual aluminum speciation during the treatment of humic acid-kaolin synthetic water. *Journal of Hazardous Materials*, 178(1-3), 596-603.

- Yen, M.-T., Yang, J.-H., & Mau, J.-L. (2009). Physicochemical characterization of chitin and chitosan from crab shells. *Carbohydrate Polymers*, 75(1), 15-21.
- Yu, X., & Somasundaran, P. (1993). Enhanced flocculation with double flocculants. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 81, 17-23.
- Zeng, D., Wu, J., & Kennedy, J. F. (2008). Application of a chitosan flocculant to water treatment. *Carbohydrate Polymers*, 71(1), 135-139.
- Zentz, F., Bédouet, L., Almeida, M. J., Milet, C., Lopez, E., & Giraud, M. (2001). Characterization and Quantification of Chitosan Extracted from Nacre of the Abalone *Haliotis tuberculata*; and the Oyster *Pinctada maxima*. *Marine Biotechnology*, 3(1), 36-44.

ANEXOS

ANEXO A

RESPUESTAS EXPERIMENTALES

Caracterización del Biopolímero

Tabla A-1. Longitudes de onda (cm^{-1}) seleccionadas tanto experimentales como bibliográficas con su asignación para quitosano en estado sólido.

Experimental	Bibliográfico	Asignación	Referencia
3433	3450	ν (OH)	
3291	3300	ν (-NH)	
2871	2870-2880	ν (C-H)	
1600	1620-1630	ν (NH ₂)	Kasaai, 2008
1650	1655	ν (C=O)	Kasaai, 2008
1570	1560	δ (N-H), amida II	
1420	1420	δ (CH ₂)	
1323	1315-1320	ν (C-N), amida II	
1151	1160	ν_{as} (C-O-C)	
1026	1030	ν (C-O)	
1074	1070	ν (C-O)	
893	890-900	ν_{as} (C-O)	

ν Vibración de tensión

δ Vibración de deformación

as asimétrica

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla A-2. Grado de desacetilación (%) y Peso molecular viscosimétrico promedio (kDa) de los quitosanos obtenidos.

Quitosano	Grado de Desacetilación	Peso Molecular Viscosimétrico	Entalpía de transición
	GD (%)	M_v (kDa)	ΔH (J/g)
Método Indirecto	80.22 ± 0.5^a	2410 ± 295.3^a	311 ± 0.3^a
Método Directo	83.53 ± 1.3^a	700 ± 63.1^b	315 ± 0.1^a

Diferentes letras, ^a, ^b indican diferencias significativas entre los tratamientos. Elaborado: Mirari Arancibia Soria

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla A-3. Turbiedad (NTU) y porcentaje de reducción de la turbiedad obtenido durante el test de jarras

Dosis (mL)	TURBIEDAD (NTU)											
	Dir. pH3 (1%) ^a	Dir. pH3 (2%) ^a	Ind. pH3 (1%) ^a	Ind. pH3 (2%) ^a	Ind. pH4 (1%) ^b	Ind. pH4 (2%) ^{b,c}	Dir. pH4 (1%) ^{c,e,f}	Dir. pH4 (2%) ^{d,e,g}	Ind. pH5 (1%) ^{c,g,h}	Ind. pH5 (2%) ^{d,f,h}	Dir. pH5 (1%) ^{d,f}	Dir. pH5 (2%) ^{d,f}
0	24.0	24.0	24.0	24.0	14.8	14.8	14.8	14.8	14.0	14.0	14.0	14.0
4	17.8	17.3	18.3	17.8	12.6	11.7	11.0	10.8	10.5	11.0	11.6	10.6
5	17.8	17.0	18.3	17.5	11.6	10.3	9.0	8.5	8.9	9.0	8.6	7.5
6	17.6	17.1	18.1	17.6	10.0	8.8	7.9	7.0	8.0	7.0	7.2	6.0
7	17.3	16.8	17.8	17.5	9.2	8.2	7.6	6.8	7.0	6.2	6.8	5.6
8	17.3	17.0	17.8	17.6	10.2	9.0	8.6	7.2	8.0	7.0	7.4	6.3
9	17.3	16.8	17.8	17.6	11.2	9.5	10.0	8.0	8.8	7.8	8.0	7.0
	REDUCCIÓN DE LA TURBIEDAD (%)											
	Dir. pH3 (1%) ^a	Dir. pH3 (2%) ^a	Ind. pH3 (1%) ^a	Ind. pH3 (2%) ^a	Ind. pH4 (1%) ^b	Ind. pH4 (2%) ^{b,c}	Dir. pH4 (1%) ^{c,e,f}	Dir. pH4 (2%) ^{d,e,g}	Ind. pH5 (1%) ^{c,g,h}	Ind. pH5 (2%) ^{d,f,h}	Dir. pH5 (1%) ^{d,f}	Dir. pH5 (2%) ^{d,f}
4	25.9	27.9	23.8	25.8	14.9	20.7	25.7	27.0	25.0	21.4	17.1	24.4
5	25.9	29.2	23.8	27.0	21.6	30.2	39.2	42.6	36.4	35.7	38.9	46.4
6	26.7	28.8	24.6	26.6	32.4	40.5	46.6	52.7	42.9	50.0	48.6	57.1
7	28.1	30.2	26.0	27.1	37.6	44.6	48.9	54.1	50.0	55.7	51.4	60.0
8	28.1	29.2	26.0	26.7	30.9	39.2	41.9	51.4	42.9	50.0	47.1	55.0
9	28.1	30.0	25.8	26.7	24.1	35.8	32.4	45.9	36.9	44.3	42.9	50.0

Diferentes letras, ^{a,b,c,d,e,f,g} indican diferencias significativas entre los tratamientos.

Fuente:

Representa la dosis óptima de polímero a utilizar

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla A-4. Datos de conductividad eléctrica (μS) obtenidos después del test de jarras

Dosis (mL)	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA (μS)											
	Dir. pH3 (1%) ^a	Dir. pH3 (2%) ^a	Ind. pH3 (1%) ^a	Ind. pH3 (2%) ^a	Ind. pH4 (1%) ^a	Ind. pH4 (2%) ^{a,b}	Dir. pH4 (1%) ^a	Dir. pH4 (2%) ^{a,b,c}	Ind. pH5 (1%) ^{a,b}	Ind. pH5 (2%) ^{a,b,c}	Dir. pH5 (1%) ^{b,c}	Dir. pH5 (2%) ^c
0	178	178	178	178	178	178	178	178	179	179	179	179
4	174	175	174	175	175	175	175	174	174	178	180	182
5	177	177	178	176	176	176	176	177	176	180	184	185
6	175	178	179	178	177	177	180	180	178	182	186	188
7	180	181	179	182	180	185	184	186	182	185	188	190
8	177	180	177	181	179	179	185	185	181	184	186	188
9	177	178	176	180	178	178	182	184	180	183	185	188

Diferentes letras, ^{a, b, c} indican diferencias significativas entre los tratamientos.

Representa la dosis óptima de polímero a utilizar

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

ANEXO B

ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Caracterización del Biopolímero

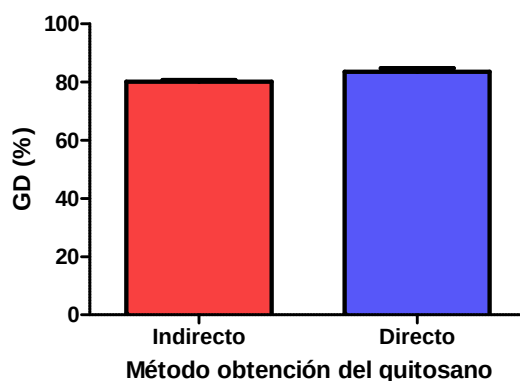


Figura B-1. Prueba de Mann Whitney ($p < 0.05$) para el Grado de Desacetilación de los quitosanos obtenidos (Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras) Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

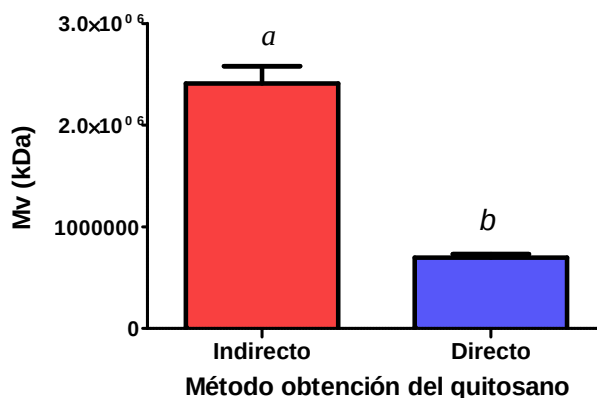


Figura B-2. Prueba de Mann Whitney ($p < 0.05$) para el peso molecular viscosimétrico promedio de los quitosanos obtenidos (Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras) Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

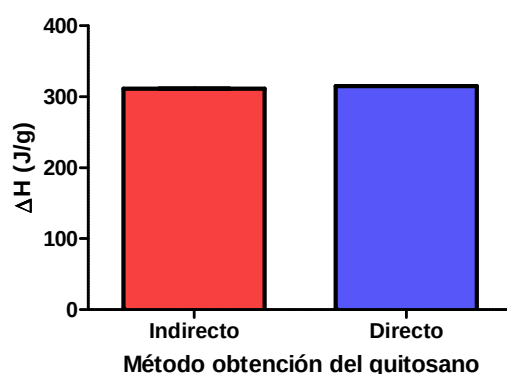


Figura B-3. Prueba de Mann Whitney ($p < 0.05$) para entalpía de transición (ΔH) de los quitosanos obtenidos)Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras) Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Test de Jarras

Tabla B-1. Prueba Tukey para evaluar el efecto del método de obtención y la concentración a pH 3

Tabla ANOVA	SS	df	MS
Tratamiento (entre columnas)	2.158	3	0.7195
Residual (entre columnas)	0.6217	8	0.07772
Total	2.780	11	

Test de comparación múltiple de Tukey	Dif. Medias.	q	Significante P < 0.05?	Resumen	95% CI of diff
Ind. pH3 1% vs Ind. pH3 2%	0.1893	1.176	No	ns	-0.5396 to 0.9183
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 1%	0.4067	2.527	No	ns	-0.3223 to 1.136
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	1.120	6.959	Si	**	0.3910 to 1.849
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 1%	0.2173	1.350	No	ns	-0.5116 to 0.9463
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 2%	0.9307	5.782	Si	*	0.2017 to 1.660
Dir. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	0.7133	4.432	No	ns	-0.01562 to 1.442

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras
Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla B-2. Prueba Tukey para evaluar el efecto del método de obtención y la concentración a pH 4

Tabla ANOVA	SS	df	MS
Tratamiento (entre columnas)	11.14	3	3.713
Residual (entre columnas)	2.719	8	0.3399
Total	13.86	11	

Test de comparación múltiple de Tukey	Dif. Medias.	q	Significante P < 0.05?	Resumen	95% CI of diff
---------------------------------------	--------------	---	------------------------	---------	----------------

Ind. pH4 1% vs Ind. pH4 2%	1.087	3.228	No	ns	-0.4377 to 2.611
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 1%	1.700	5.051	Si	*	0.1756 to 3.224
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	2.653	7.883	Si	**	1.129 to 4.178
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 1%	0.6133	1.822	No	ns	-0.9111 to 2.138
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 2%	1.567	4.655	Si	*	0.04226 to 3.091
Dir. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	0.9533	2.832	No	ns	-0.5711 to 2.478

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla B-3. Prueba Tukey para evaluar el efecto del método de obtención y la concentración a pH 5

Tabla ANOVA	SS	df	MS
Tratamiento (entre columnas)	4.309	3	1.436
Residual (entre columnas)	2.953	8	0.3692
Total	7.263	11	

Test de comparación múltiple de Tukey	Dif. Medias.	q	Significante P < 0.05?	Resumen	95% CI of diff
Ind. pH5 1% vs Ind. pH5 2%	0.8667	2.471	No	ns	-0.7221 to 2.455
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 1%	0.4667	1.330	No	ns	-1.122 to 2.055
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	1.633	4.656	Si	*	0.04459 to 3.222
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 1%	-0.4000	1.140	No	ns	-1.989 to 1.189
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 2%	0.7667	2.186	No	ns	-0.8221 to 2.355
Dir. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	1.167	3.326	No	ns	-0.4221 to 2.755

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla B-4. Prueba Tukey para evaluar el efecto de la interacción sobre la turbiedad

Son las medias significativamente diferentes (P < 0.05)	Si		
Número de grupos	12		
F	43.52		
R ²	0.9755		
Tabla ANOVA	SS	df	MS
Tratamiento (entre columnas)	3119	11	283.6
Residual (entre columnas)	78.19	12	6.516
Total	3198	23	

Test de comparación múltiple de Tukey	Dif. Medias.	q	Significant P < 0.05	Resumen	95% CI de diff
Ind. pH3 1% vs Ind. pH3 2%	-2.100	1.163	No	ns	-12.23 a 8.035
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 1%	2.100	1.163	No	ns	-8.035 a 12.23
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	0.5500	0.3047	No	ns	-9.585 a 10.68
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-7.600	4.211	No	ns	-17.73 a 2.535
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-15.15	8.393	Si	**	-25.28 a -5.015
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-20.35	11.27	Si	***	-30.48 a -10.22
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-26.00	14.40	Si	***	-36.13 a -15.87
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-19.05	10.55	Si	***	-29.18 a -8.915
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-25.45	14.10	Si	***	-35.58 a -15.32
Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-22.60	12.52	Si	***	-32.73 a -12.47

Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-31.15	17.26	Si	***	-41.28 a -21.02
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 1%	4.200	2.327	No	ns	-5.935 a 14.33
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 2%	2.650	1.468	No	ns	-7.485 a 12.78
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	-5.500	3.047	No	ns	-15.63 a 4.635
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	-13.05	7.230	Si	**	-23.18 a -2.915
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-18.25	10.11	Si	***	-28.38 a -8.115
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-23.90	13.24	Si	***	-34.03 a -13.77
Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	-16.95	9.391	Si	***	-27.08 a -6.815
Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-23.35	12.94	Si	***	-33.48 a -13.22
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-20.50	11.36	Si	***	-30.63 a -10.37
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-29.05	16.09	Si	***	-39.18 a -18.92
Dir. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	-1.550	0.8587	No	ns	-11.68 a 8.585
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-9.700	5.374	No	ns	-19.83 a 0.4349
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-17.25	9.557	Si	***	-27.38 a -7.115
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-22.45	12.44	Si	***	-32.58 a -12.32
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-28.10	15.57	Si	***	-38.23 a -17.97
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-21.15	11.72	Si	***	-31.28 a -11.02
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-27.55	15.26	Si	***	-37.68 a -17.42
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-24.70	13.68	Si	***	-34.83 a -14.57
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-33.25	18.42	Si	***	-43.38 a -23.12
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	-8.150	4.515	No	ns	-18.28 a 1.985
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	-15.70	8.698	Si	**	-25.83 a -5.565
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-20.90	11.58	Si	***	-31.03 a -10.77
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-26.55	14.71	Si	***	-36.68 a -16.42
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	-19.60	10.86	Si	***	-29.73 a -9.465
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-26.00	14.40	Si	***	-36.13 a -15.87
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-23.15	12.83	Si	***	-33.28 a -13.02
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-31.70	17.56	Si	***	-41.83 a -21.57
Ind. pH4 1% vs Ind. pH4 2%	-7.550	4.183	No	ns	-17.68 a 2.585
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 1%	-12.75	7.064	Si	**	-22.88 a -2.615
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-18.40	10.19	Si	***	-28.53 a -8.265
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	-11.45	6.344	Si	*	-21.58 a -1.315
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-17.85	9.889	Si	***	-27.98 a -7.715
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-15.00	8.310	Si	**	-25.13 a -4.865
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-23.55	13.05	Si	***	-33.68 a -13.42
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 1%	-5.200	2.881	No	ns	-15.33 a 4.935
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 2%	-10.85	6.011	Si	*	-20.98 a -0.7151
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	-3.900	2.161	No	ns	-14.03 a 6.235
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	-10.30	5.706	Si	*	-20.43 a -0.1651
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	-7.450	4.127	No	ns	-17.58 a 2.685
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-16.00	8.864	Si	**	-26.13 a -5.865
Dir. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-5.650	3.130	No	ns	-15.78 a 4.485
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	1.300	0.7202	No	ns	-8.835 a 11.43
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-5.100	2.826	No	ns	-15.23 a 5.035
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-2.250	1.247	No	ns	-12.38 a 7.885
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-10.80	5.983	Si	*	-20.93 a -0.6651
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	6.950	3.850	No	ns	-3.185 a 17.08
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	0.5500	0.3047	No	ns	-9.585 a 10.68
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	3.400	1.884	No	ns	-6.735 a 13.53
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-5.150	2.853	No	ns	-15.28 a 4.985
Ind. pH5 1% vs Ind. pH5 2%	-6.400	3.546	No	ns	-16.53 a 3.735
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 1%	-3.550	1.967	No	ns	-13.68 a 6.585
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-12.10	6.704	Si	*	-22.23 a -1.965
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 1%	2.850	1.579	No	ns	-7.285 a 12.98
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 2%	-5.700	3.158	No	ns	-15.83 a 4.435
Dir. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-8.550	4.737	No	ns	-18.68 a 1.585

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

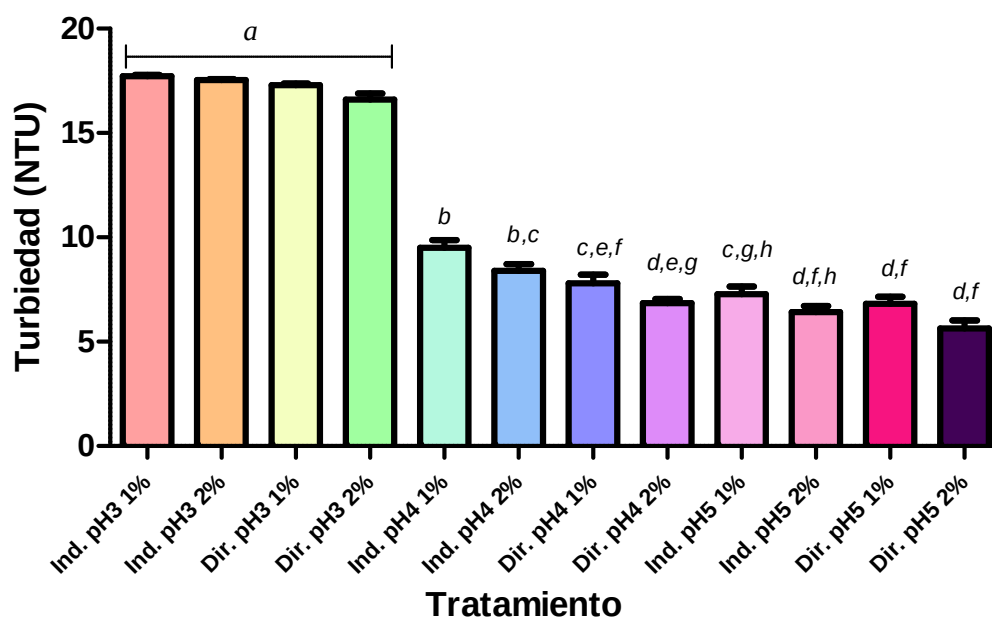


Figura B-4. Test de Tukey ($p < 0.05$) para el análisis de turbiedad de la interacción de los factores. Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla B-5. Prueba Tukey para evaluar el efecto de la interacción sobre el porcentaje de reducción de la turbiedad

Son las medias significativamente diferentes? (P < 0.05)		Si		
Número de grupos		12		
F		43.52		
R ²		0.9755		
Tabla ANOVA		SS	df	MS
Tratamiento (entre columnas)		3119	11	283.6
Residual (entre columnas)		78.19	12	6.516
Total		3198	23	

Test de comparación múltiple de Tukey		Significativa?		Resumen	95% CI de diff
Dif. medias.	q	P < 0.05?			
Ind. pH3 1% vs Ind. pH3 2%	-2.100	1.163	No	ns	-12.23 a 8.035
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 1%	2.100	1.163	No	ns	-8.035 a 12.23
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	0.5500	0.3047	No	ns	-9.585 a 10.68
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-7.600	4.211	No	ns	-17.73 a 2.535
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-15.15	8.393	Si	**	-25.28 a -5.015
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-20.35	11.27	Si	***	-30.48 a -10.22
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-26.00	14.40	Si	***	-36.13 a -15.87
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-19.05	10.55	Si	***	-29.18 a -8.915
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-25.45	14.10	Si	***	-35.58 a -15.32
Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-22.60	12.52	Si	***	-32.73 a -12.47
Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-31.15	17.26	Si	***	-41.28 a -21.02
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 1%	4.200	2.327	No	ns	-5.935 a 14.33
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 2%	2.650	1.468	No	ns	-7.485 a 12.78
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	-5.500	3.047	No	ns	-15.63 a 4.635
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	-13.05	7.230	Si	**	-23.18 a -2.915
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-18.25	10.11	Si	***	-28.38 a -8.115
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-23.90	13.24	Si	***	-34.03 a -13.77

Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	-16.95	9.391	Si	***	-27.08 a -6.815
Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-23.35	12.94	Si	***	-33.48 a -13.22
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-20.50	11.36	Si	***	-30.63 a -10.37
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-29.05	16.09	Si	***	-39.18 a -18.92
Dir. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	-1.550	0.8587	No	ns	-11.68 a 8.585
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-9.700	5.374	No	ns	-19.83 a 0.4349
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-17.25	9.557	Si	***	-27.38 a -7.115
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-22.45	12.44	Si	***	-32.58 a -12.32
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-28.10	15.57	Si	***	-38.23 a -17.97
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-21.15	11.72	Si	***	-31.28 a -11.02
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-27.55	15.26	Si	***	-37.68 a -17.42
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-24.70	13.68	Si	***	-34.83 a -14.57
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-33.25	18.42	Si	***	-43.38 a -23.12
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	-8.150	4.515	No	ns	-18.28 a 1.985
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	-15.70	8.698	Si	**	-25.83 a -5.565
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-20.90	11.58	Si	***	-31.03 a -10.77
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-26.55	14.71	Si	***	-36.68 a -16.42
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	-19.60	10.86	Si	***	-29.73 a -9.465
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-26.00	14.40	Si	***	-36.13 a -15.87
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-23.15	12.83	Si	***	-33.28 a -13.02
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-31.70	17.56	Si	***	-41.83 a -21.57
Ind. pH4 1% vs Ind. pH4 2%	-7.550	4.183	No	ns	-17.68 a 2.585
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 1%	-12.75	7.064	Si	**	-22.88 a -2.615
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-18.40	10.19	Si	***	-28.53 a -8.265
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	-11.45	6.344	Si	*	-21.58 a -1.315
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-17.85	9.889	Si	***	-27.98 a -7.715
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-15.00	8.310	Si	**	-25.13 a -4.865
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-23.55	13.05	Si	***	-33.68 a -13.42
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 1%	-5.200	2.881	No	ns	-15.33 a 4.935
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 2%	-10.85	6.011	Si	*	-20.98 a -0.7151
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	-3.900	2.161	No	ns	-14.03 a 6.235
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	-10.30	5.706	Si	*	-20.43 a -0.1651
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	-7.450	4.127	No	ns	-17.58 a 2.685
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-16.00	8.864	Si	**	-26.13 a -5.865
Dir. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-5.650	3.130	No	ns	-15.78 a 4.485
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	1.300	0.7202	No	ns	-8.835 a 11.43
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-5.100	2.826	No	ns	-15.23 a 5.035
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-2.250	1.247	No	ns	-12.38 a 7.885
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-10.80	5.983	Si	*	-20.93 a -0.6651
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	6.950	3.850	No	ns	-3.185 a 17.08
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	0.5500	0.3047	No	ns	-9.585 a 10.68
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	3.400	1.884	No	ns	-6.735 a 13.53
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-5.150	2.853	No	ns	-15.28 a 4.985
Ind. pH5 1% vs Ind. pH5 2%	-6.400	3.546	No	ns	-16.53 a 3.735
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 1%	-3.550	1.967	No	ns	-13.68 a 6.585
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-12.10	6.704	Si	*	-22.23 a -1.965
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 1%	2.850	1.579	No	ns	-7.285 a 12.98
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 2%	-5.700	3.158	No	ns	-15.83 a 4.435
Dir. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-8.550	4.737	No	ns	-18.68 a 1.585

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

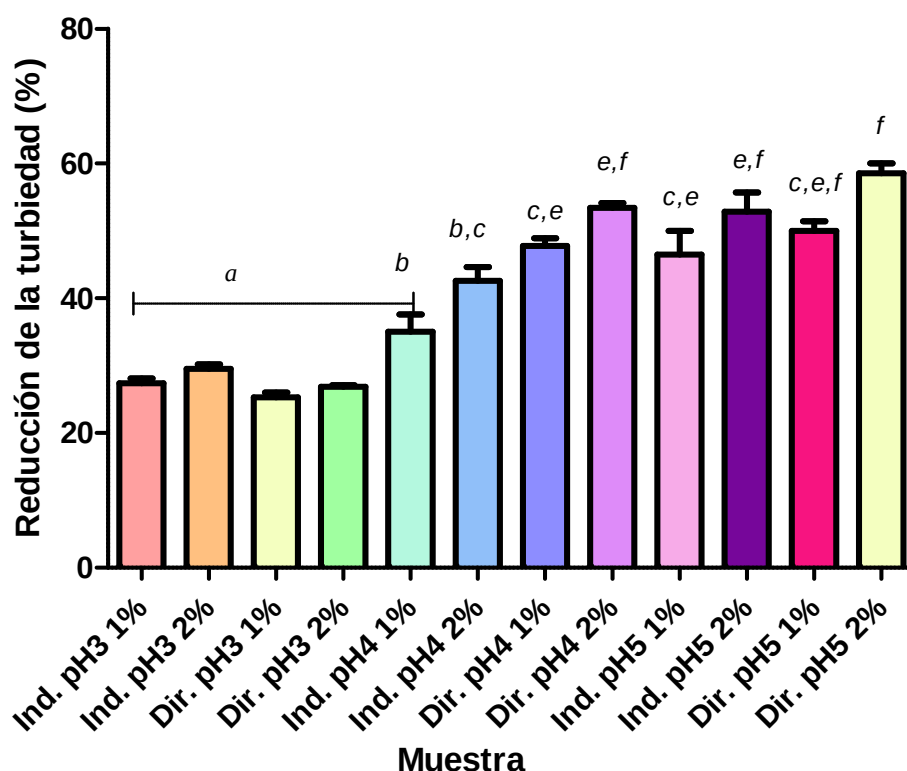


Figura B-5. Test de Tukey ($p < 0.05$) para el porcentaje de reducción de turbiedad de la interacción de los factores. Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Tabla B-6. Prueba Tukey para evaluar el efecto de la interacción sobre la conductividad eléctrica

Son las medias significativamente diferentes? (P < 0.05)				Si		
Número de grupos				12		
F				7.119		
R ²				0.7654		
Tabla ANOVA				SS	df	MS
Tratamientos (Entre columnas)				395.9	11	35.99
Residual (Entre columnas)				121.3	24	5.056
Test de Comparación				Significancia?		
Múltiple de Tukey	Dif. Medias.	q	P < 0.05?	Resumen	95% CI de diff	
Ind. pH3 1% vs Ind. pH3 2%	-2.333	1.797	No	ns	-8.953 a 4.286	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 1%	-1.000	0.7703	No	ns	-7.619 a 5.619	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	-3.000	2.311	No	ns	-9.619 a 3.619	
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-1.333	1.027	No	ns	-7.953 a 5.286	
Ind. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-3.000	2.311	No	ns	-9.619 a 3.619	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-5.667	4.365	No	ns	-12.29 a 0.9526	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-6.333	4.879	No	ns	-12.95 a 0.2859	
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-3.000	2.311	No	ns	-9.619 a 3.619	
Ind. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-6.333	4.879	No	ns	-12.95 a 0.2859	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-9.333	7.190	Si	**	-15.95 a -2.714	
Ind. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-11.33	8.730	Si	***	-17.95 a -4.714	

Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 1%	1.333	1.027	No	ns	-5.286 a 7.953
Ind. pH3 2% vs Dir. pH3 2%	-0.6667	0.5135	No	ns	-7.286 a 5.953
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	1.000	0.7703	No	ns	-5.619 a 7.619
Ind. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	-0.6667	0.5135	No	ns	-7.286 a 5.953
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Ind. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-4.000	3.081	No	ns	-10.62 a 2.619
Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	-0.6667	0.5135	No	ns	-7.286 a 5.953
Ind. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-4.000	3.081	No	ns	-10.62 a 2.619
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-7.000	5.392	Si	*	-13.62 a -0.3807
Ind. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-9.000	6.933	Si	**	-15.62 a -2.381
Dir. pH3 1% vs Dir. pH3 2%	-2.000	1.541	No	ns	-8.619 a 4.619
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 1%	-0.3333	0.2568	No	ns	-6.953 a 6.286
Dir. pH3 1% vs Ind. pH4 2%	-2.000	1.541	No	ns	-8.619 a 4.619
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 1%	-4.667	3.595	No	ns	-11.29 a 1.953
Dir. pH3 1% vs Dir. pH4 2%	-5.333	4.108	No	ns	-11.95 a 1.286
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 1%	-2.000	1.541	No	ns	-8.619 a 4.619
Dir. pH3 1% vs Ind. pH5 2%	-5.333	4.108	No	ns	-11.95 a 1.286
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 1%	-8.333	6.419	Si	**	-14.95 a -1.714
Dir. pH3 1% vs Dir. pH5 2%	-10.33	7.960	Si	***	-16.95 a -3.714
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 1%	1.667	1.284	No	ns	-4.953 a 8.286
Dir. pH3 2% vs Ind. pH4 2%	0.0	0.0	No	ns	-6.619 a 6.619
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 1%	-2.667	2.054	No	ns	-9.286 a 3.953
Dir. pH3 2% vs Dir. pH4 2%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 1%	0.0	0.0	No	ns	-6.619 a 6.619
Dir. pH3 2% vs Ind. pH5 2%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 1%	-6.333	4.879	No	ns	-12.95 a 0.2859
Dir. pH3 2% vs Dir. pH5 2%	-8.333	6.419	Si	**	-14.95 a -1.714
Ind. pH4 1% vs Ind. pH4 2%	-1.667	1.284	No	ns	-8.286 a 4.953
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 1%	-4.333	3.338	No	ns	-10.95 a 2.286
Ind. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-5.000	3.852	No	ns	-11.62 a 1.619
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	-1.667	1.284	No	ns	-8.286 a 4.953
Ind. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-5.000	3.852	No	ns	-11.62 a 1.619
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-8.000	6.163	Si	**	-14.62 a -1.381
Ind. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-10.00	7.703	Si	***	-16.62 a -3.381
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 1%	-2.667	2.054	No	ns	-9.286 a 3.953
Ind. pH4 2% vs Dir. pH4 2%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	0.0	0.0	No	ns	-6.619 a 6.619
Ind. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	-6.333	4.879	No	ns	-12.95 a 0.2859
Ind. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-8.333	6.419	Si	**	-14.95 a -1.714
Dir. pH4 1% vs Dir. pH4 2%	-0.6667	0.5136	No	ns	-7.286 a 5.953
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 1%	2.667	2.054	No	ns	-3.953 a 9.286
Dir. pH4 1% vs Ind. pH5 2%	-0.6667	0.5136	No	ns	-7.286 a 5.953
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 1%	-3.667	2.825	No	ns	-10.29 a 2.953
Dir. pH4 1% vs Dir. pH5 2%	-5.667	4.365	No	ns	-12.29 a 0.9526
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 1%	3.333	2.568	No	ns	-3.286 a 9.953
Dir. pH4 2% vs Ind. pH5 2%	0.0	0.0	No	ns	-6.619 a 6.619
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 1%	-3.000	2.311	No	ns	-9.619 a 3.619
Dir. pH4 2% vs Dir. pH5 2%	-5.000	3.852	No	ns	-11.62 a 1.619
Ind. pH5 1% vs Ind. pH5 2%	-3.333	2.568	No	ns	-9.953 a 3.286
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 1%	-6.333	4.879	No	ns	-12.95 a 0.2859
Ind. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-8.333	6.419	Si	**	-14.95 a -1.714
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 1%	-3.000	2.311	No	ns	-9.619 a 3.619
Ind. pH5 2% vs Dir. pH5 2%	-5.000	3.852	No	ns	-11.62 a 1.619
Dir. pH5 1% vs Dir. pH5 2%	-2.000	1.541	No	ns	-8.619 a 4.619

Diferentes letras ^{a,b} y * indican diferencias significativas entre las muestras

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

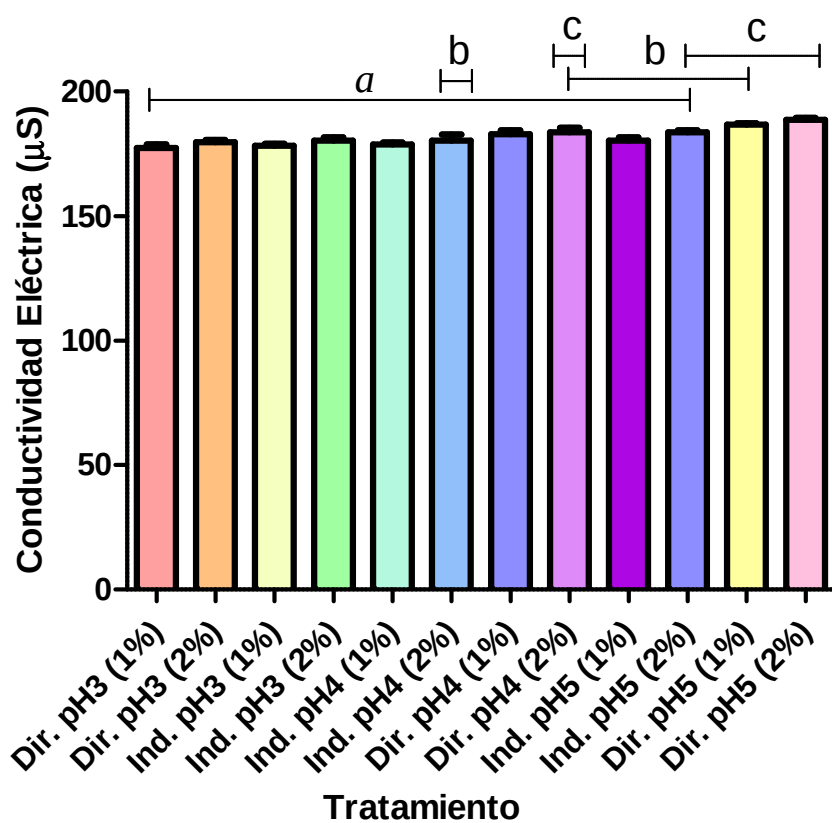


Figura B-6. Test de Tukey ($p < 0.05$) para el efecto de la interacción de los factores sobre la conductividad eléctrica. Elaborado: Mirari Yosune Arancibia

Soria

ANEXO C

GRÁFICOS DE LOS DATOS EXPERIMENTALES

Caracterización del Biopolímero

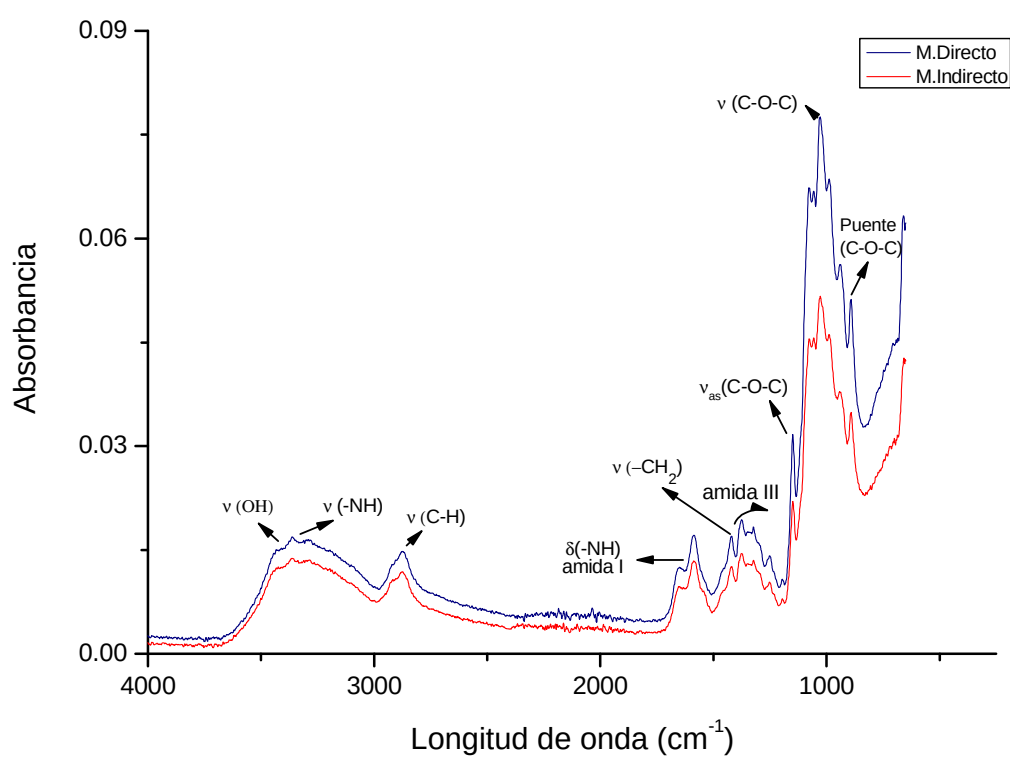


Figura C-1. Espectro de infrarrojo (FT-IR) de quitosanos en estado sólido en la región de 650 a 4000 cm^{-1}

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria.

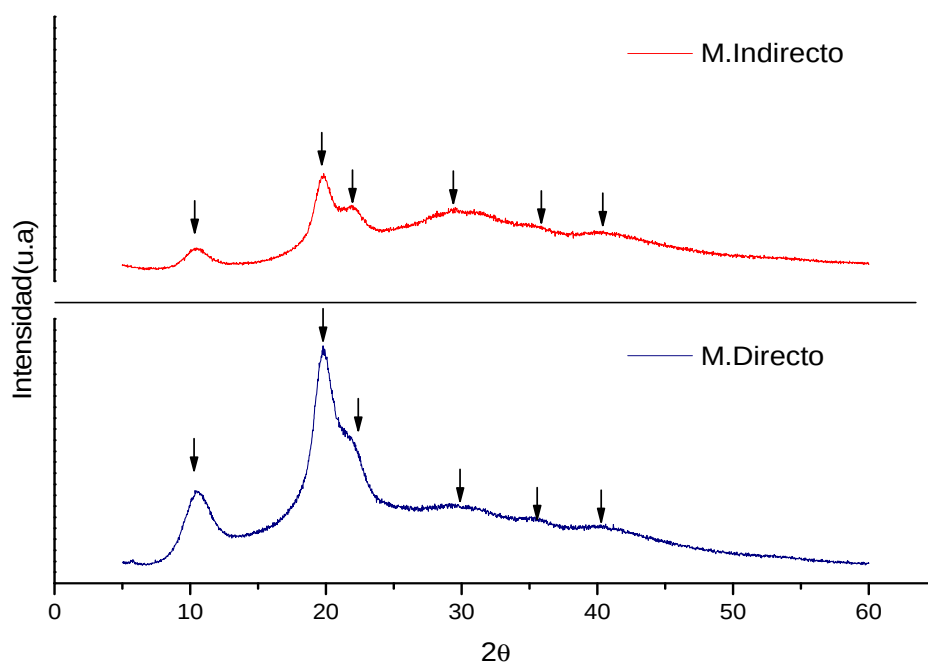


Figura C-2. Difractogramas de RX característicos de los quitosanos

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Propiedades Térmicas.

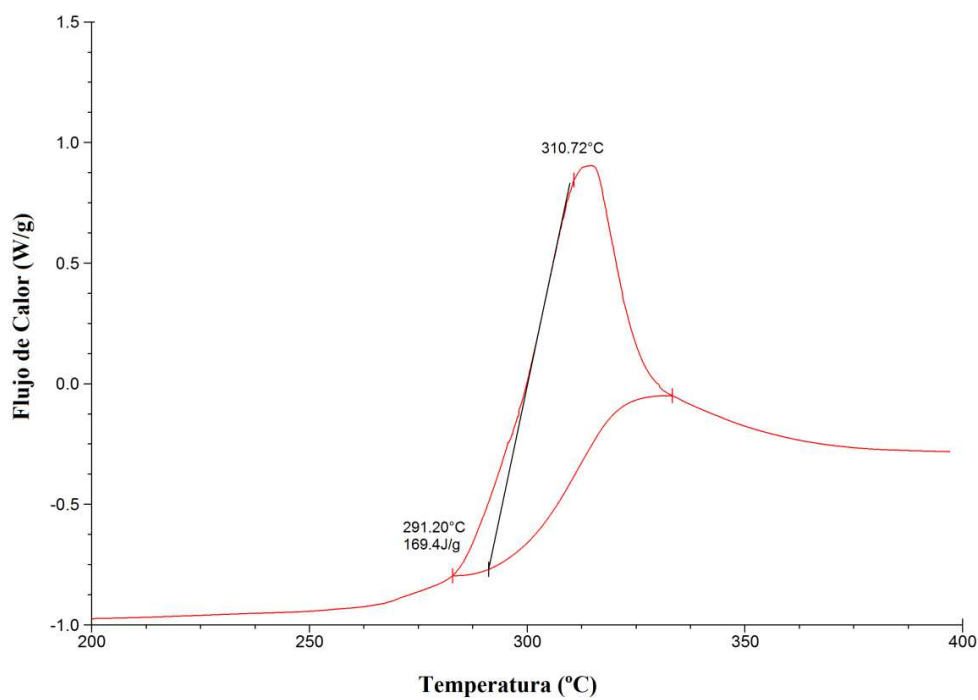


Figura C-3. DSC para quitosano obtenido por el método indirecto.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

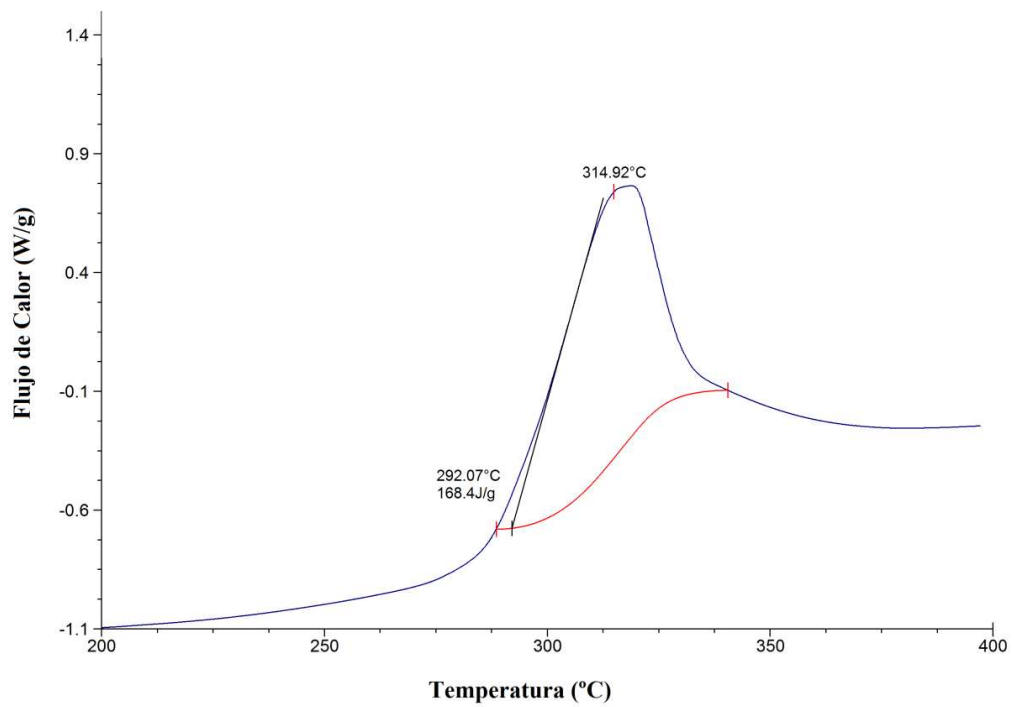


Figura C-4. DSC para quitosano obtenido por el método directo.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

Test de Jarras

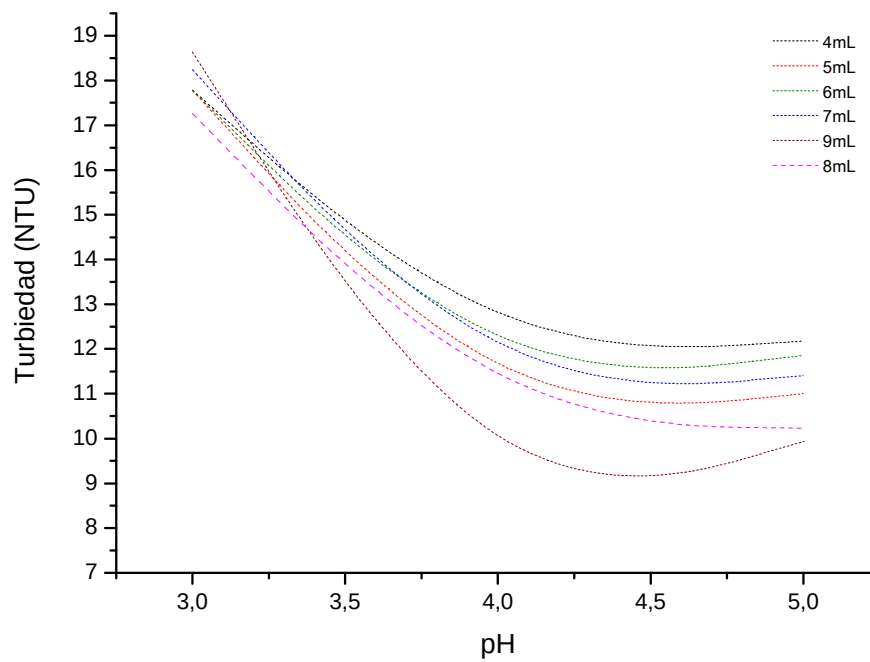


Figura C-5. Determinación del pH óptimo de floculación con quitosano.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

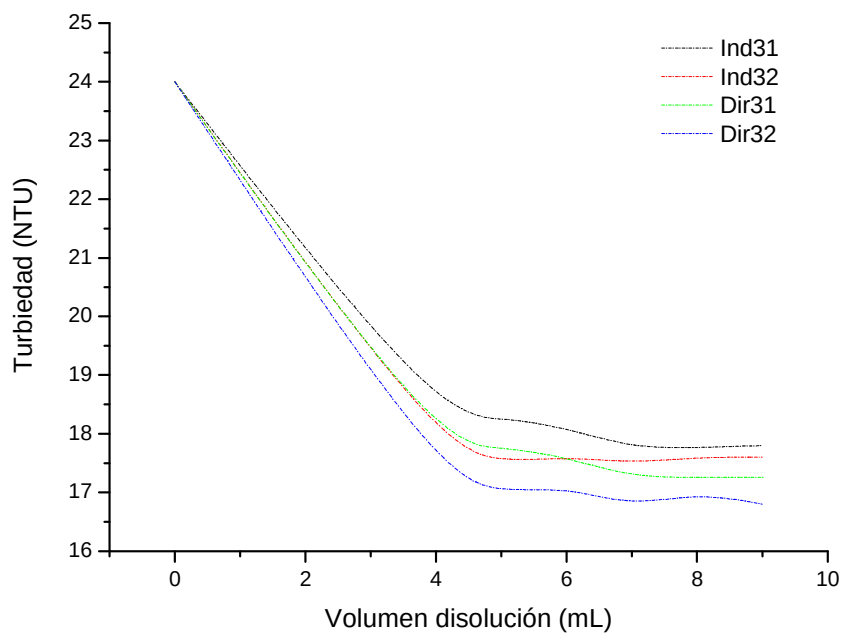


Figura C-6. Determinación del volumen óptimo de disolución a pH 3.

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

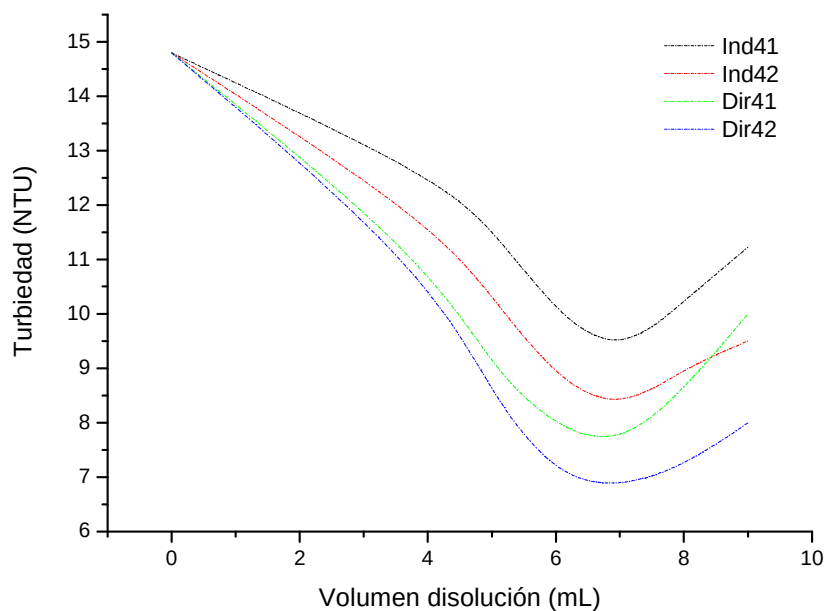


Figura C-7. Determinación del volumen óptimo de disolución a pH 4

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

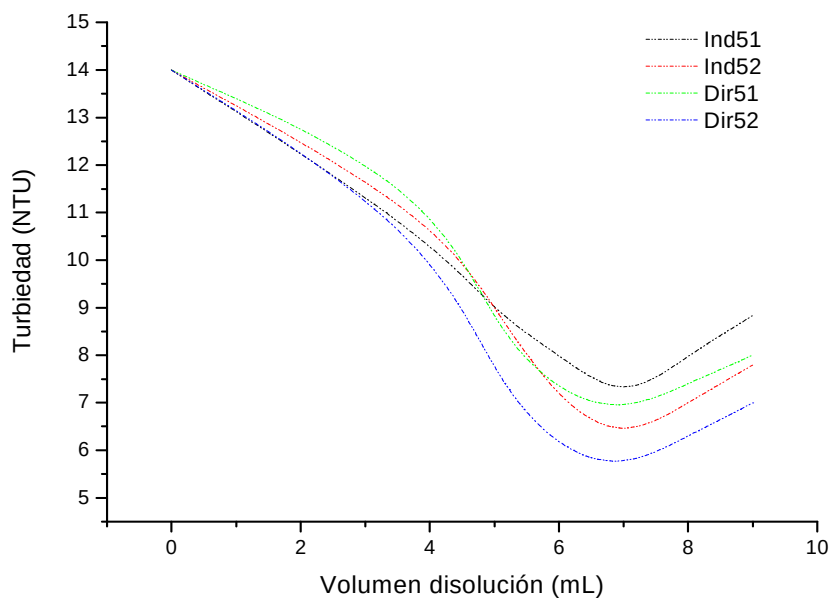


Figura C-8. Determinación del volumen óptimo de disolución a pH 5

Fuente:

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria

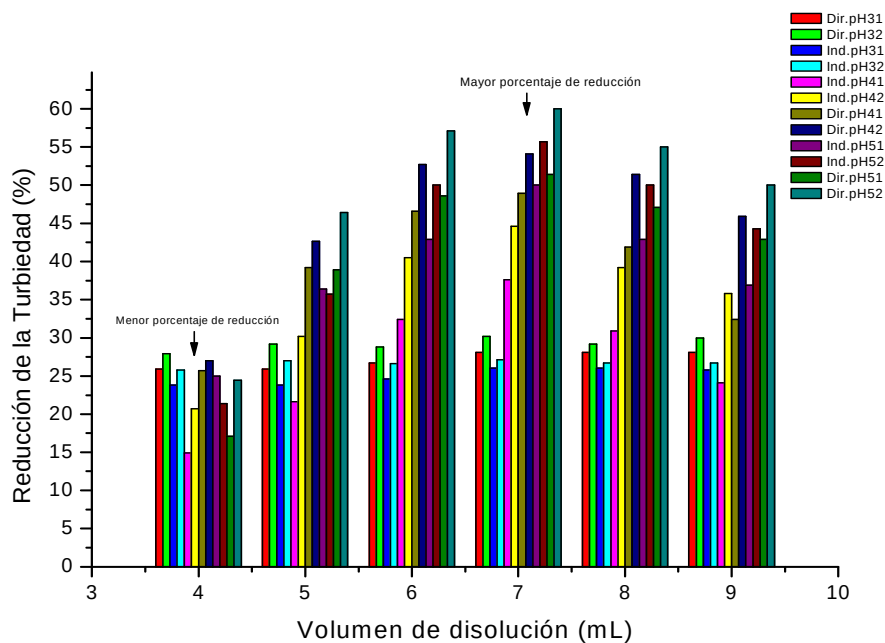


Figura C-9. Efecto de la dosis de quitosano sobre la reducción de la turbiedad del agua cruda.

Fuente:

Elaborado: Mirari Yosune Arancibia Soria