

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ

Colegio de Ciencias e Ingenierías

Evaluación y caracterización fisicoquímica y eléctrica de hidrocarbones (hydrochars) producidos a partir de residuos lignocelulósicos para la remoción de contaminantes emergentes presentes en el agua

**María Fernanda Lecaro Cervantes
Yuliana Nayomi Pullas Gallardo**

Ingeniería Química

Trabajo de fin de carrera presentado como requisito
para la obtención del título de
Ingeniera Química

Quito, 19 de diciembre de 2023

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ

Colegio de Ciencias e Ingenierías

HOJA DE CALIFICACIÓN DE TRABAJO DE FIN DE CARRERA

**Evaluación y caracterización fisicoquímica y eléctrica de
hidrocarbones (hydrochars) producidos a partir de residuos
lignocelulósicos para la remoción de contaminantes emergentes
presentes en el agua**

**María Fernanda Lecaro Cervantes
Yuliana Nayomi Pullas Gallardo**

Nombre del profesor, Título académico

Andrea Carolina Landázuri Flores, PhD

Quito, 19 de diciembre de 2023

© DERECHOS DE AUTOR

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en la Ley Orgánica de Educación Superior del Ecuador.

Nombres y apellidos: María Fernanda Lecaro Cervantes

Yuliana Nayomi Pullas Gallardo

Código: 00215632

00212977

Cédula de identidad: 1719908830

1718996638

Lugar y fecha: Quito, 19 de diciembre de 2023

ACLARACIÓN PARA PUBLICACIÓN

Nota: El presente trabajo, en su totalidad o cualquiera de sus partes, no debe ser considerado como una publicación, incluso a pesar de estar disponible sin restricciones a través de un repositorio institucional. Esta declaración se alinea con las prácticas y recomendaciones presentadas por el Committee on Publication Ethics COPE descritas por Barbour et al. (2017) Discussion document on best practice for issues around theses publishing, disponible en <http://bit.ly/COPETHeses>.

UNPUBLISHED DOCUMENT

Note: The following capstone project is available through Universidad San Francisco de Quito USFQ institutional repository. Nonetheless, this project – in whole or in part – should not be considered a publication. This statement follows the recommendations presented by the Committee on Publication Ethics COPE described by Barbour et al. (2017) Discussion document on best practice for issues around these publishing available on <http://bit.ly/COPETHeses>.

RESUMEN

La gestión sostenible de residuos se presenta como un reto a nivel mundial y es necesario buscar soluciones para la reducción del impacto de residuos orgánicos que generan contaminantes al terminar en rellenos sanitarios. En este sentido, la carbonización hidrotermal (HTC) se destaca como una opción prometedora para abordar esta problemática. En este estudio se explora el potencial de los hydrochars (hidrocarbones) derivados de residuos de frutas exóticas como mango, mangostino, palma africana y moringa para eliminar dos contaminantes emergentes: acesulfamo-K y carbamazepina, presentes en muestras de agua artificial a través de procesos de adsorción. Para esto, se prioriza la caracterización detallada de estos materiales y se evalúan sus capacidades adsorbentes, considerando variables como dosis y tamaño de partícula, además de proponer posibles aplicaciones alternativas. Los resultados sugieren que la dosis no influye significativamente en el proceso, pero tanto el tipo de biomasa como el tamaño de partícula sí son factores relevantes, siendo la palma y el mangostino los mejores materiales adsorbentes. Las caracterizaciones fisicoquímicas y eléctricas confirman la presencia aún de celulosa en el material tratado, lo que sugiere su utilidad para la remoción de contaminantes, y destacan el potencial de los hidrocarbones como materiales dieléctricos y aislantes.

Palabras clave: hydrochar, contaminantes emergentes, biomasa residual, adsorción, caracterización, carbonización hidrotermal.

ABSTRACT

The sustainable management of waste presents a global challenge, requiring solutions to reduce the impact of organic waste that generates pollutants when ending up in landfills. In this regard, hydrothermal carbonization (HTC) stands out as a promising option to address this issue. This study explores the potential of hydrochars derived from exotic fruits like mango, mangosteen, African oil palm, and moringa to eliminate emerging contaminants like Acesulfame-K and Carbamazepine from water through an adsorption process. The investigation prioritizes detailed characterization of these materials and the evaluation of their adsorptive capacities, considering variables such as dosage and particle size, alongside proposing potential alternative applications. Findings suggest that dosage does not significantly impact the process, yet both biomass type and particle size are relevant factors, with oil palm and mangosteen emerging as superior adsorbent materials. Physicochemical and electrical characterizations confirm the presence of cellulose in the treated material, indicating its utility in pollutant removal, while highlighting the potential of hydrochars as dielectric and insulating materials.

Key words: hydrochar, emerging contaminants, residual biomass, adsorbent, characterization, hydrothermal carbonization.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	11
METODOLOGÍA.....	17
2.1. Descripción y pretratamiento de biomasa lignocelulósica residual	17
2.2. Carbonización hidrotermal (HTC).....	17
2.3. Preparación de soluciones artificiales de agua contaminada	18
2.4. Análisis de remoción de contaminantes emergentes	18
2.4.1. Experimentos batch.....	18
2.4.2. Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis).....	19
2.4.3. Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC).....	19
2.5. Caracterización fisicoquímica	20
2.5.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	20
2.5.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	21
2.5.3. Análisis Brunauer-Emmet-Teller (BET).....	21
2.5.4. Análisis de difracción de rayos-X (XRD).....	21
2.7. Caracterización eléctrica	22
RESULTADOS	23
3.1. Remoción de contaminantes.....	23
3.1.1. Análisis exploratorio mediante UV-Vis.....	23
3.1.2. Cuantificación vía HPLC – UV-Vis.....	24
3.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	28
3.2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	30
3.2.3. Resultados Brunauer-Emmet-Teller (BET).....	31
3.2.4. Análisis de difracción de rayos-X (XRD).....	32
3.4. Resultados eléctricos.....	33

DISCUSIONES	34
4.1 Remoción de contaminantes orgánicos y efecto del tamaño de partícula.....	34
4.2 Caracterizaciones fisicoquímicas (FTIR, cristalinidad, BET).....	36
4.3. Correlación entre el poder de remoción y propiedades eléctricas de los materiales.....	38
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	39
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	40
ANEXOS	45

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Ecuaciones para transformar absorbancia en concentración.	24
Tabla 2.	Resultados del análisis estadístico ANOVA.....	26
Tabla 3.	Observaciones respecto a picos de FTIR.....	30
Tabla 4.	Área y volumen específicos de poro.....	31
Tabla A1.	Remoción de contaminantes resumida.	45

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Remoción de contaminantes medida con UV-Vis.....	23
Figura 2.	Cromatogramas para la remoción de carbamazepina.....	24
Figura 3.	Remoción de carbamazepina empleando una dosis de 1,5 g/L de palma con tratamiento (HTC) y nativo (Nat).	25
Figura 4.	Remoción de acesulfamo K empleando una dosis de 0,5 g/L con material procesado de mangostino.....	25
Figura 5.	Remoción de acesulfamo K empleando una dosis de 0,5 g/L de palma con tratamiento (HTC) y nativo (Nat).	26
Figura 6.	Efecto del tratamiento térmico sobre el porcentaje de remoción de contaminantes. (a) tamaño de 125 a 250 μm , (b) tamaño de 355 a 500 μm y (c) tamaño de 710 a 1000 μm	27
Figura 7.	Efecto de la biomasa sobre la remoción de contaminantes. (a) carbamazepina y (b) acesulfamo K.	27
Figura 8.	Efecto de la dosis sobre la remoción de contaminantes.	28
Figura 9.	Efecto del tamaño de partícula sobre la remoción. (a) Materiales Nativos sobre acesulfamo K, (b) Hidrocarbones sobre acesulfamo K y (c) Materiales sobre carbamazepina.	28
Figura 10.	Espectros FTIR de materiales nativos.....	29
Figura 11.	Espectros FTIR de hydrochars a 175 °C y 1 h.	29

Figura 12. Ejemplos de morfología de materiales nativos obtenidos mediante SEM (magnificación 500x).....	30
Figura 13. Ejemplos de morfología de hydrochars obtenidos mediante SEM (magnificación 500x).....	31
Figura 14. Difractogramas de rayos-X de material nativo e hydrochar de endocarpio de mango.	32
Figura 15. Resultados de permitividad relativa (ϵ_R) y conductividad (σ).....	33

INTRODUCCIÓN

La adecuada gestión de los residuos representa un desafío ambiental a nivel global, así como dentro del Ecuador. En el país, los residuos orgánicos generalmente terminan en rellenos sanitarios, lo cuales al descomponerse producen gases y líquidos contaminantes que son filtrados por el suelo (Ulloa, 2006). Esta filtración representa un riesgo para aguas subterráneas y el suelo que pueden verse comprometidos por los lixiviados de la descomposición de residuos mal manejada. Adicionalmente, según un reporte de la Contraloría General del Estado (2021) existe un incumplimiento de las obligaciones para la gestión de residuos sólidos tanto a nivel público como privado. En el mismo informe se menciona que en los botaderos hay ausencia de controles sobre la calidad de los líquidos producto de descomposición de desechos, los cuales rebasan los límites de elementos tóxicos según la normativa ambiental antes de ser descargados a fuentes hídricas naturales. La creciente conciencia sobre la importancia de preservar los recursos naturales y proteger la salud humana ha llevado a una búsqueda constante de enfoques innovadores para el tratamiento de estos residuos orgánicos también denominados biomasa. En este contexto, la descomposición hidrotermal de estos materiales se presenta como una opción atractiva.

La carbonización hidrotermal es un proceso térmico y químico en la que se descomponen materiales orgánicos en un ambiente acuoso en temperaturas que van de 150 °C hasta 260 °C y altas presiones generadas por el agua contenida en el reactor para generar una fracción sólida llamada hidrocarbón (hydrochar en inglés) y licor, a partir de materiales como residuos agroindustriales (Pauline & Joseph, 2020). La temperatura seleccionada para la producción del hydrochar va a depender de las aplicaciones que se den a este material con alto contenido de energía y carbono (Pauline & Joseph, 2020).

Hydrochars a partir de diversa biomasa residual son utilizados para diferentes aplicaciones industriales, agrícolas y ambientales, por ejemplo, se han usado como biofertilizantes (Wang

et al., 2022), material de construcción en la producción de bloques y ladrillos (Santos et al., 2023), para producción de combustibles para la generación de energía (Song et al., 2022), y recientes estudios revelan la potencialidad de hydrochar de residuos lignocelulósicos abundantes como potenciales materiales dieléctricos (Landázuri et al., 2023), entre otros. Asimismo, otras aplicaciones en remediación ambiental comprenden su utilización como material adsorbente de diferentes tipos de contaminantes presentes en aguas residuales: metales y metaloides, compuestos orgánicos emergentes, entre otros (Delgado-Moreno et al., 2021).

El carbón activado es uno de los materiales más efectivos para la remoción de contaminantes del agua, y por ello, su demanda ha ido incrementando y la necesidad de encontrar alternativas sostenibles para este mismo objetivo también, por lo que la carbonización hidrotermal (HTC) realizada con residuos agrícolas ha proporcionado la posibilidad de obtener carbones activados eficaces con un mayor valor agregado. En investigaciones previas se ha comprobado que, dependiendo del material y condiciones utilizadas, la remoción de contaminantes puede ser muy efectiva. Por ejemplo, en ensayos realizados con biochars e hydrochars provenientes de residuos de la producción de aceite de oliva, se observó un porcentaje de adsorción de diclofenaco del 64% con hydrochar procesado a 190 y 240°C, y del 98% de adsorción de triclosán con el mismo material y condiciones (Delgado-Moreno et al., 2021).

La contaminación del agua es un problema ambiental ocasionado por la actividad humana y según avanza la industrialización y creciente uso de medicinas surgen preocupaciones adicionales relacionadas con contaminantes que antes pasaban desapercibidos. Los contaminantes emergentes son compuestos químicos cuya presencia en el medio ambiente no se considera significativa pero que ahora están siendo detectados y tienen el potencial de generar un impacto ecológico y sobre la salud negativo (Janet Gil et al., 2012) Debido a su reciente aparición, los tratamientos de aguas residuales actuales no tienen una metodología

eficiente y económicamente viable para eliminar estos contaminantes (Martínez Garrido, 2021). Actualmente hay Procesos de Oxidación Avanzados (POA) que emplean oxidantes poderosos como el ozono y la radiación UV para degradar los contaminantes (Delgado Nina & Santander Pacoricona, 2017). También existen procesos de filtración por membranas, uso de carbón activado y la biodegradación que involucra microorganismos que descomponen los contaminantes, y la nanotecnología utiliza nanopartículas para eliminarlos (Zahmatkesh et al., 2022). Cada uno de los métodos mencionados tiene sus dificultades para ser implementados a excepción del carbón activado; sin embargo, para también abarcar el problema de los residuos sólidos industriales, se plantea la evaluación del hidrocarbón para su reemplazo.

La carbamazepina es un fármaco que se usa para tratar la epilepsia, el trastorno bipolar, entre otras afecciones mentales (Maan et al., 2023). Según Voloshenko-Rossin et al., (2015) este fármaco está presente en las aguas de los ríos San Pedro, Guayllabamba y Esmeraldas, en altas concentraciones. Adicionalmente, debido a su conservación estable puede usarse como trazador de aguas residuales tratadas de manera deficiente. Los efectos de este contaminante emergente han sido evidentes en algunas especies acuáticas como los embriones de peces cebrá que pueden sufrir una disminución de sus respuestas sensoriales por la exposición al fármaco, así como malformaciones por algunos de sus metabolitos (Rodrigues et al., 2023).

El acesulfamo-K es un endulzante artificial de sabor intenso cuya utilización ha sido incrementada debido a que no tiene un efecto negativo sobre pacientes con diabetes, no causa el decaimiento dental, así como tampoco contiene calorías (Mayer & Kemper, 1991). Este contaminante se encuentra en plantas de tratamiento de aguas con altas concentraciones; sin embargo, luego del tratamiento su concentración no suele disminuir en comparación con otros contaminantes lo que lo vuelve de interés para lograr su remoción. Por ejemplo, se encontró que este contaminante es precursor de la oxidación de subproductos durante el tratamiento con ozono resultando en aldehídos intermediarios y ácidos carboxílicos (Lange et al., 2012).

Ecuador es un país productor y exportador de frutas por excelencia, sin embargo, comúnmente se desechan los subproductos de las frutas sin recibir tratamiento o procesamiento alguno, cuando estos pueden tener diversas aplicaciones. En la presente investigación se aprovechan los subproductos de plantas y frutas exóticas introducidas como el mango, el mangostino, la palma africana y la moringa con el fin de promover la economía circular de los procesos.

Por un lado, el mango es una fruta tropical conocida por su delicioso sabor y jugosa pulpa, pero es mucho más que una simple fuente de nutrición. Empleando el concepto de biorrefinería de segunda generación, los subproductos del mango pueden tener un papel fundamental debido a la extracción de valiosos fitoquímicos y compuestos bioactivos (Maldonado-Celis et al., 2019). La cáscara, por ejemplo, contiene aceites esenciales, polifenoles, vitamina C y carotenoides, los cuales son utilizados en diversos productos cosméticos y nutracéuticos (Yahia et al., 2023). Además, la cáscara y la semilla del mango que tienen entre sus componentes celulosa, almidón, pectina y hemicelulosa también encuentran su utilidad en la industria alimentaria. Por último, el endocarpio fibroso de la semilla del mango se utiliza en la creación de biofiltros, actuando como bioadsorbente y como material avanzado para la producción de nanocelulosa, biofibras y biofilms (Freire et al., 2015).

El mangostino, también llamado mangostán, es una fruta exótica de origen asiático conocida por su sabor agradable y varios beneficios, generalmente se come fresca o se utiliza en postres, mermeladas, conservas, entre otros (Hamid & You, 2021). Además, el fruto y la planta se utilizan como remedios caseros. A pesar de sus múltiples aplicaciones en la industria de alimentos, su procesamiento también conlleva una generación masiva de residuos de tallos y cáscaras. Uno de los países con mayor producción de mangostino es Malasia, y según el Ministerio de Agricultura y Agroindustria de dicho país, se generan alrededor de 0,6 kg de residuos de cáscara de mangostino por cada kilogramo cosechado (Hamid & You, 2021). Uno

de los beneficios del mangostino es su capacidad antioxidante, adicionalmente la cáscara posee una gran cantidad de sustancias orgánicas y metabolitos como fenoles y xantonas (Mayssara A. Abo Hassanin Supervised, 2014), lo que le otorga varias propiedades químicas que le permiten ser considerada para ser aprovechada como una nueva oportunidad de generar productos de valor agregado que contribuyan con el desarrollo agroindustrial.

Por otra parte, la palma africana es un árbol del que se obtiene básicamente su aceite, ya que es altamente utilizado en la industria de alimentos, producción de cosméticos, lubricantes y biocombustible (Gómez Rodríguez, 2018). Los subproductos de la palma africana incluyen las hojas, raquis y fibras de mesocarpio y son destinados principalmente para la generación de energía, aunque también pueden ser empleados como materia prima para la producción de papel y cartón o como fertilizantes para la agricultura (Agostini-Costa, 2018). Las fibras y raquis de la palma africana presentan un alto contenido de lignina, hemicelulosa y celulosa, la composición del raquis incluye aproximadamente un 38,5% de celulosa, 25,5% de lignina, 20,5% de hemicelulosa y 3,5% de cenizas (Mejía, 2012), lo que hace que este material sea apto para aplicaciones alternativas a las que ofrece el aceite de palma.

Finalmente, la moringa es un árbol originario de la India que crece en regiones tropicales y subtropicales, es conocido como el “árbol milagroso” debido a sus propiedades curativas y diversas aplicaciones en el área ambiental, farmacéutica, cosmética y de alimentos (Landázuri et al., 2018). Entre las propiedades medicinales y beneficios para la salud de la moringa se encuentran sus efectos antioxidantes y antiinflamatorios, además, se utiliza como aditivo conservante y antioxidante en la industria de alimentos y en la producción de biocombustibles, fertilizantes y fármacos (Asensi et al., 2017). Sus subproductos son las hojas y semillas, las cuales presentan un alto contenido de ácidos grasos insaturados y antioxidantes, y variedad de proteínas, vitaminas y minerales, además son usados comúnmente como materia prima en la producción de biocombustibles y como coagulantes naturales en el proceso de purificación del

agua (Asensi et al., 2017), demostrando una vez más cómo los subproductos de plantas o frutas tienen un gran potencial para ser aplicados en procesos de remediación ambiental.

Este proyecto tiene como objetivo evaluar la capacidad adsorbente de hydrochars producidos a partir de biomasa lignocelulósica residual de mango, mangostino, palma africana y moringa, para la remoción de acesulfamo-K y carbamazepina presente en el agua. Para llegar a este fin, se tiene como propósito caracterizar fisicoquímica y eléctricamente tanto los materiales nativos como los hydrochars resultantes del proceso de carbonización hidrotermal. Además, se plantea determinar el efecto de la dosis y el tamaño de partícula sobre la adsorción de contaminantes emergentes del agua. Finalmente, se busca sugerir los mejores materiales adsorbentes y proponer usos alternativos.

METODOLOGÍA

2.1. Descripción y pretratamiento de biomasa lignocelulósica residual

Las biomasas lignocelulósicas seleccionadas fueron: endocarpio de mango *Tommy Atkins*, corteza de mangostino, raquis de palma africana y cáscara de semilla de moringa, obtenidas de diferentes fuentes. La pulpa y piel del mango fueron separadas de la “pepa de mango”, y el endocarpio fibroso que envuelve a la semilla fue utilizado para la producción de hydrochar. Por otra parte, el mangostino fue obtenido de productores locales de la provincia de El Oro, las cortezas secas constituyen el material nativo de mangostino. Los residuos secos de palma africana provienen de la provincia de Esmeraldas y este material se empleó para producir hydrochar. Finalmente, las semillas de moringa fueron adquiridas de Ecuamoringa, empresa con sede en Guayaquil, reconocida como el principal productor y distribuidor de esta planta en el país, para producir el hydrochar se retiró la semilla del interior y se aprovechó la cáscara de las semillas.

Las biomasas fueron secadas a 60 °C en un horno Across International FD-19040 y trituradas en un molino Goldenwall high-speed multifunction grinder HC-300. Posteriormente se tamizaron para conocer la distribución de partículas y asegurar que luego de la carbonización hidrotermal se disponga de varios tamaños de partícula para analizar este factor sobre la remoción de contaminantes. Para separar las partículas y distribuir su tamaño, se emplearon tamices para obtener fracciones de partículas mayores a 1000 µm, 710 – 1000 µm, 500 – 710 µm, 355 – 500 µm, 250 – 355 µm, 125 – 250 µm, 125 – 63 µm y menores a 63 µm.

2.2. Carbonización hidrotermal (HTC)

Para este proceso, se pesan 15 g de cada biomasa y se colocan en un reactor de alta presión modelo TGYF-C-500ML con una relación 1:25 entre biomasa y agua destilada. Los experimentos se configuraron con una agitación de 1000 rpm, temperaturas de 175 °C, 200 °C,

225 °C y 250 °C durante tiempos de 1 y 2 horas. Tras el análisis de experimentos exploratorios, los hydrochars seleccionados para el análisis de remoción de carbamazepina y acesulfamo-K fueron aquellos de 1 h y 175 °C de carbonización hidrotermal. Una vez que el reactor termina el procesamiento se realiza una filtración al vacío para separar la parte sólidas (hydrochar) de los licores extraídos. Los hydrochars empleados para remoción de contaminantes se lavaron con 200 mL de agua destilada y luego se dejaron macerar durante 14 h en 300 mL de agua destilada. Posteriormente, se secaron los sólidos en un horno Across International FD-19040 a 105 °C para eliminar cualquier cantidad de humedad.

2.3. Preparación de soluciones artificiales de agua contaminada

La carbamazepina se preparó con una disolución al 30% de metanol para preparar una solución madre de 1000 ppm. A partir de ésta, se disolvió hasta 10 ppm, por lo cual en términos experimentales se va a desprejar el efecto del alcohol en los experimentos. En cuanto al acesulfamo-K, se preparó una solución de 1000 ppm de concentración con agua destilada.

2.4. Análisis de remoción de contaminantes emergentes

2.4.1. Experimentos batch.

Para conocer la efectividad del hydrochar como adsorbente de los contaminantes, se realizaron experimentos en los cuales se emplearon 40 mL de agua artificial contaminada con una concentración de 10 ppm para los dos compuestos. Se añadió hydrochar de manera que se logren concentraciones de 0,5 g hydrochar/L agua contaminada y 1,5 g/L. El experimento corrió durante 30 minutos con una agitación de 1000 rpm (revoluciones por minuto) en los que se tomaron alícuotas. Los análisis fueron realizados con hydrochar producido a 175 °C durante 1 hora y se compararon con el material nativo.

2.4.2. Espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis).

Para realizar los análisis del porcentaje de remoción de contaminantes se inició con un análisis exploratorio con espectroscopía UV-Vis que consistió en medir la absorbancia de la luz que tiene una muestra, para lo cual se debe seleccionar una longitud de onda en específico (Harris, 2010). Este proceso se basa en la ley de Beer que se muestra en la Ecuación 1.

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot C \quad (1)$$

Donde A es la absorbancia, ε el coeficiente de absortividad, b la longitud de la cubeta empleada que fue de cuarzo y C la concentración de la muestra. Se empleó un equipo Thermo Scientific AquaMate 8000 UV-VIS spectrophotometer para realizar las curvas de calibración para poder transformar de absorbancia a concentración, con concentraciones de 15 ppm, 10 ppm, 5 ppm, 1 ppm y 0,1 ppm. Para este proceso, se toman las alícuotas de las adsorciones, se espera a que se sedimente el hydrochar o material adsorbente y se toma la absorbancia a 210 nm para la carbamazepina y 226 nm para el acesulfamo-K, valores que fueron obtenidos de manera experimental empleando un barrido.

2.4.3. Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC).

Un método de separación que permite obtener alta resolución es la cromatografía líquida de alta eficiencia por medio del uso de una alta presión y una fase móvil que atraviesan una columna (Harris, 2010). Los análisis de los contaminantes fueron realizados en el sistema HPLC Dionex UltiMate 3000 de la marca Thermo Fisher Scientific, empleando una columna Roc C18, 3 μ m, 150 x 4,6 mm de Restek. Cabe mencionar que todos los reactivos empleados fueron grado HPLC. En este análisis es necesario obtener el área del compuesto y para conocer la concentración correspondiente se emplean curvas de calibración. Para los dos contaminantes las concentraciones para la curva fueron de 15 ppm, 10 ppm, 5 ppm, 1 ppm y 0,1 ppm. Las alícuotas de los experimentos, así como las fases móviles y soluciones para la curva de

calibración se deben pasar por un filtro de jeringa de 0,22 μm y se utilizaron labfil PPTFE Hydrophilic Syringe Filter.

La separación para la carbamazepina se realizó utilizando una fase móvil compuesta de agua, metanol y acetonitrilo en una proporción de 30:60:10 (v/v/v), respectivamente (Rajadhyaksha et al., 2007). El análisis se realizó en condiciones isocráticas, durante 5 minutos, y flujo de 1 mL/min. La detección se realizó a 230 nm, empleando 20 μL de muestra y lavando la aguja de inyección antes y después de cada análisis. La separación de acesulfamo-K se realizó utilizando una fase móvil compuesta de buffer fosfato y acetonitrilo en una proporción de 80:20 (v/v), respectivamente (Barakat et al., 2022). El buffer fosfato consistió en dihidrógeno fosfato de potasio (KH_2PO_4) 2,0 mM, ajustado a un pH de 4,50. La corrida se realizó en condiciones isocráticas, durante 5 minutos, y flujo de 1 mL/min, mientras que la detección se realizó a 226 nm y con 10 μL de muestra.

Para determinar el porcentaje de remoción del contaminante se utilizó la Ecuación 2, donde C_0 es la concentración inicial en ppm y C es la concentración final ppm.

$$\text{Porcentaje de remoción} = \frac{C}{C_0} \times 100 \quad (2)$$

2.5. Caracterización fisicoquímica

2.5.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Se realizó este análisis con el fin de identificar grupos funcionales y evaluar cambios estructurales en el material. Para esto, se utilizó un espectrómetro Cari 630 FTIR, Agilent Technologies. Pequeñas dosis de muestras fueron depositadas en el detector de cristal y con ayuda del programa Agilent MicroLabsoftware, se obtuvo el reporte de datos para su posterior importación a Excel.

2.5.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM).

Las características morfológicas de la biomasa fueron evidenciadas a través de un microscopio electrónico de barrido SEM-JEOL JSM-IT300. Se empleó un vacío bajo para analizar las diferentes muestras. Se seleccionaron los hydrochars de 175 °C y 1 hora, además del material nativo de cada biomasa, con diferentes tamaños de partícula.

2.5.3. Análisis Brunauer-Emmett-Teller (BET).

Las áreas específicas de las muestras de hydrochars fueron determinadas mediante análisis de adsorción de nitrógeno, realizados utilizando un analizador de adsorción de gases Physisorption Analyzer Nova 600. Se realizó una desgasificación bajo vacío, calentando a 10 °C/min hasta 100 °C y manteniendo las muestras durante 1200 minutos. Se consideraron al menos 35 puntos para trazar las curvas de adsorción-desorción, que se registraron a 77 K. Se determinó el área específica de Brunauer-Emmett-Teller (BET), el diámetro promedio y volumen total de poros de las muestras de hydrochar. Se escogieron aquellas que arrojaron los mejores resultados en el análisis por cromatografía líquida (HPLC).

2.5.4. Análisis de difracción de rayos-X (XRD).

Este análisis fue realizado para determinar la estructura cristalina de los materiales. Los difractogramas de rayos-X fueron obtenidos utilizando un difractómetro Bruker D8 ADVANCE ECO, equipado con un detector LYNXEYE-XE y una fuente de radiación Cu-K α , en un rango angular de 2θ entre 5 y 60°, en pasos de 0,02°. El potencial eléctrico y la corriente fueron mantenidos en 25 kV y 40 mA, respectivamente. La identificación de fase se realizó utilizando el software DIFFRAC.EVA de Bruker y la Base de Datos de Cristalografía (COD). Como ejemplo se seleccionaron muestras de hydrochar de mango a todas las temperaturas y tiempos trabajados en la carbonización hidrotermal.

2.7. Caracterización eléctrica

Muestras de material nativo y de sus hydrochars fueron prensados y transformados en pellets (pastillas) mediante una prensa hidráulica Vertical Hydraulic Pellet Press, MTI Corporation hasta alcanzar los 30 MPa. Estos pellets son sometidos a barridos de frecuencia mediante un Semiconductor Device Parameter Analyzer, equipo que permite medir la capacidad de retener el voltaje a diferentes frecuencias que van de 100 kHz a 1 MHz. El equipo realiza 10 ciclos por pellet y con las mediciones se puede determinar la permitividad relativa de los materiales con base en la ecuación 5:

$$\varepsilon_R = C \cdot \frac{\delta}{\varepsilon_0 A} \quad (5)$$

Donde ε_R es la constante dieléctrica, C es capacitancia, δ es su altura en mm, ε_0 es la permitividad del vacío y A es el área circular de la pastilla en mm².

RESULTADOS

3.1. Remoción de contaminantes

La evaluación de la remoción de contaminantes se realizó en experimentos con agua artificial, empleando métodos exploratorios con espectrometría UV-Vis. Posteriormente, también se utilizó HPLC acoplado a UV-Vis como método para verificar que las absorbancias detectadas correspondan solo a la presencia de los fármacos y no de otros extractivos provenientes de los materiales adsorbentes.

3.1.1. Análisis exploratorio mediante UV-Vis.

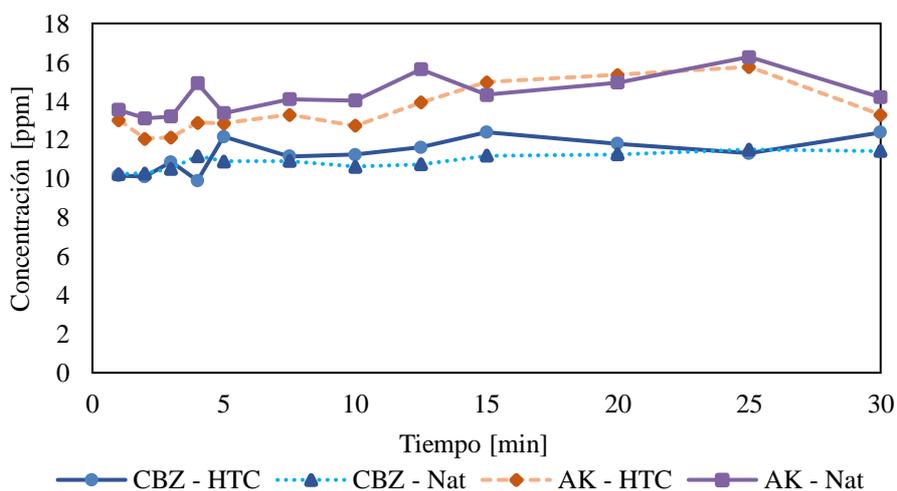


Figura 1. Remoción de contaminantes medida con UV-Vis.

En la Figura 1 se muestra la remoción para cuatro experimentos, que corresponden a la palma con tratamiento (HTC) y sin tratamiento (Nat). También se muestra el comportamiento con los dos fármacos, carbamazepina (CBZ) y acesulfamo K (AK). La concentración de hydrochar es constante de 1,5 g/L y con un tamaño de partícula en el rango de 125 - 250 μm .

3.1.2. Cuantificación vía HPLC – UV-Vis.

La cromatografía líquida de alto desempeño (HPLC) permitió realizar una separación antes de la medición de absorbancia con UV-Vis. A continuación, se muestran las ecuaciones para obtener la concentración de cada contaminante.

Tabla 1. Ecuaciones para transformar absorbancia en concentración.

Contaminante	Ecuación	Coefficiente de determinación (R ²)
Carbamazepina	$[C] = (Abs - 0,0138) / 0,8985$	0,9979
Acesulfamo-K	$[A] = (Abs + 0,0927) / 0,3232$	0,9996

Adicionalmente, se muestran ejemplos de los cromatogramas para 5 experimentos.

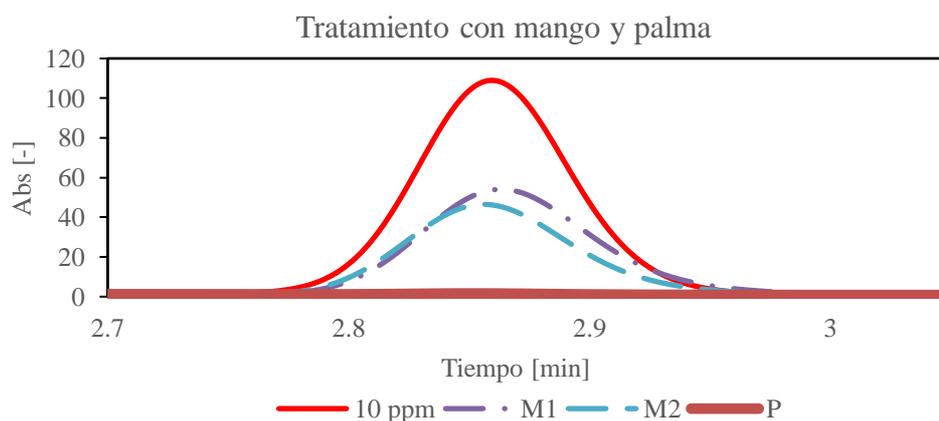


Figura 2. Cromatogramas para la remoción de carbamazepina.

Para la figura 2, M1 es hydrochar de Mango con tamaño de partícula de 125 μm a 250 μm y dosis de 1,5 g/L. M2 es el mismo material nativo. P corresponde a hydrochar de palma de 125 μm a 250 μm con dosis de 0,5 g/L. Todos las alícuotas son de 5 minutos.

Con el fin de comprender el efecto del tamaño de partícula, el tratamiento y comportamiento de la adsorción, se presenta la Figura 3 de remoción de carbamazepina para 6 experimentos, cada uno con alícuotas tomadas a los 5, 15 y 30 minutos donde se observan dos tendencias. La primera es que un menor tamaño de partícula aumenta el porcentaje de remoción

de contaminantes. Adicionalmente, se observa que con el paso del tiempo el contaminante abandona la superficie de los materiales de manera que se desorbe y aumenta su concentración en el agua.

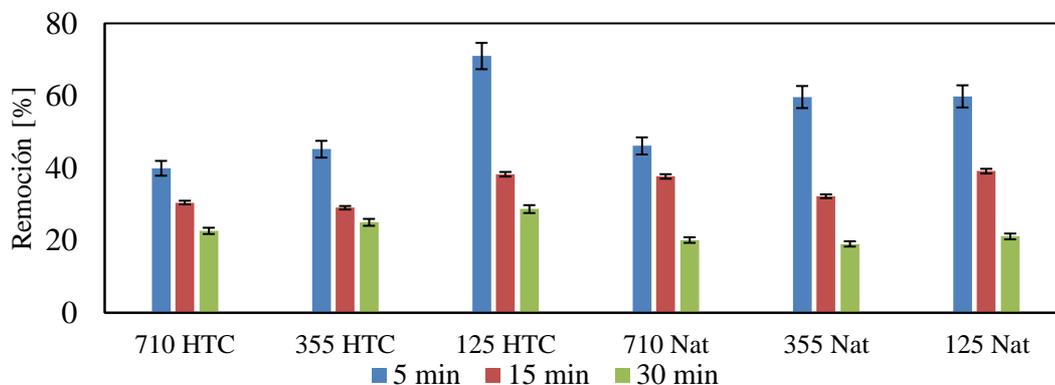


Figura 3. Remoción de carbamazepina empleando una dosis de 1,5 g/L de palma con tratamiento (HTC) y nativo (Nat).

Del mismo modo, para comprender el efecto del tamaño de partícula en el tratamiento del agua artificial contaminada, se aprecia en la Figura 4 la remoción de acesulfamo K. Mediante los cuatro cromatogramas en los que se incluye la absorbancia para tres experimentos de remoción con hidrocarbón de mangostino, un menor tamaño de partícula reduce la cantidad de contaminante por la relación proporcional entre este término con la absorbancia.

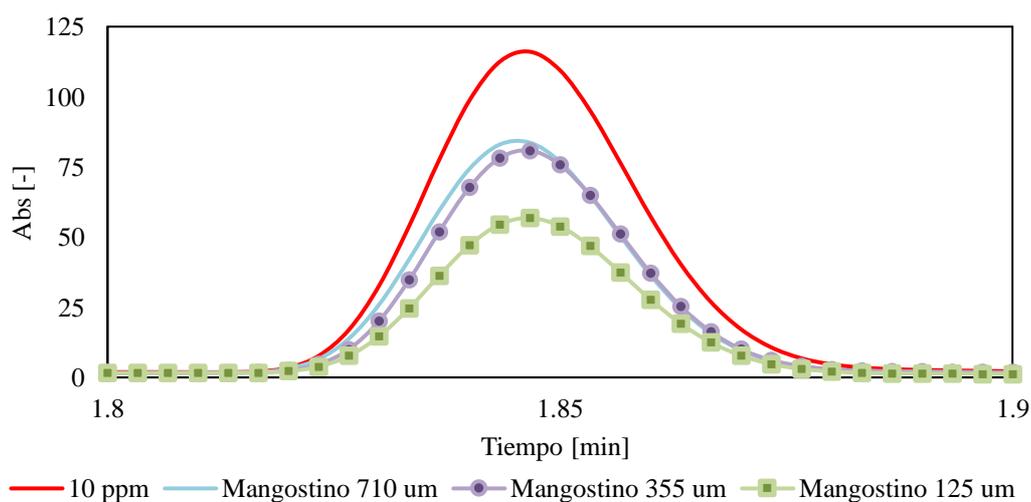


Figura 4. Remoción de acesulfamo K empleando una dosis de 0,5 g/L con material procesado de mangostino.

El tiempo en que fueron obtenidas las alícuotas fue de 5 minutos. Además, para revisar el efecto del tratamiento de carbonización se muestran los resultados de adsorción de 6 experimentos (Figura 5). Se observa realizar los experimentos por más tiempo no incrementa el porcentaje de remoción y, por el contrario, disminuye el porcentaje removido. Esto lleva a que el tiempo para una mejor remoción sea corto y de 5 minutos.

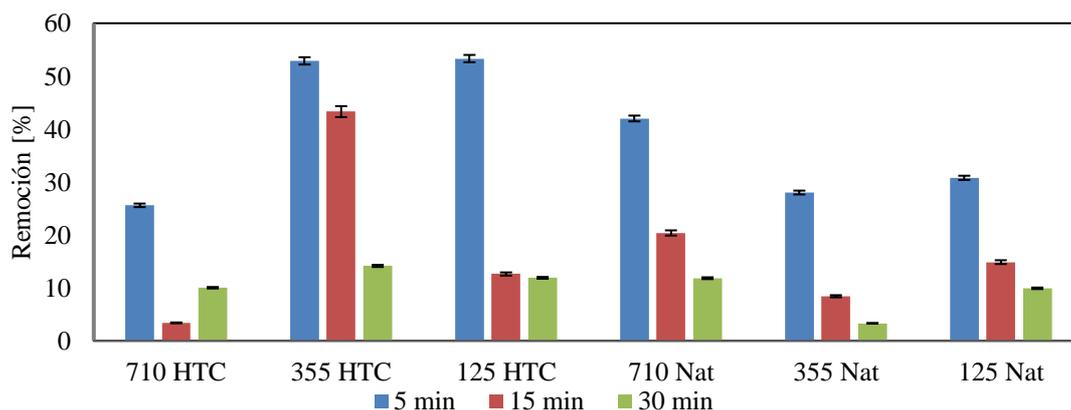


Figura 5. Remoción de acesulfamo K empleando una dosis de 0,5 g/L de palma con tratamiento (HTC) y nativo (Nat).

Se recopilaron una gran cantidad de datos y por ello, con el fin de tener un mejor análisis, fueron procesados empleando Desing Expert y así tener resultados de la relevancia estadística de factores y el resumen se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados del análisis estadístico ANOVA.

Factores	Tratamiento (T), biomasa (B), contaminante (C), dosis (D) y tamaño (t)
Respuestas	Remoción a los 5, 15 y 30 minutos.

Análisis	Tiempo [min]		
	5	15	30
R ²	0,640	0,616	0,533
R ² adj.	0,573	0,549	0,424
R ² pre.	0,482	0,460	0,270
Ad. Pre. > 4	12,9	13,8	10,6
Factores relevantes	T, B y C	T y C	T y C
Interacciones relevantes	Tt, TB, BC y tTC	Ct, BC y TBDt	Ct, BC y CTt

El efecto de la carbonización hidrotermal tomando en cuenta todos los factores y datos de los 96 experimentos y 288 muestras, así como el efecto de la dosis, tamaño de partícula y biomasa se puede observar en las Figuras 6-9. En términos generales se destaca que la dosis no aparece como uno de los factores relevantes en la remoción de contaminantes; mientras que el tratamiento de carbonización aumenta el porcentaje de eliminación de contaminantes. En la Figura 7, se observa diferencias significativas en la biomasa para de carbamazepina; siendo el mangostino el que destaca.

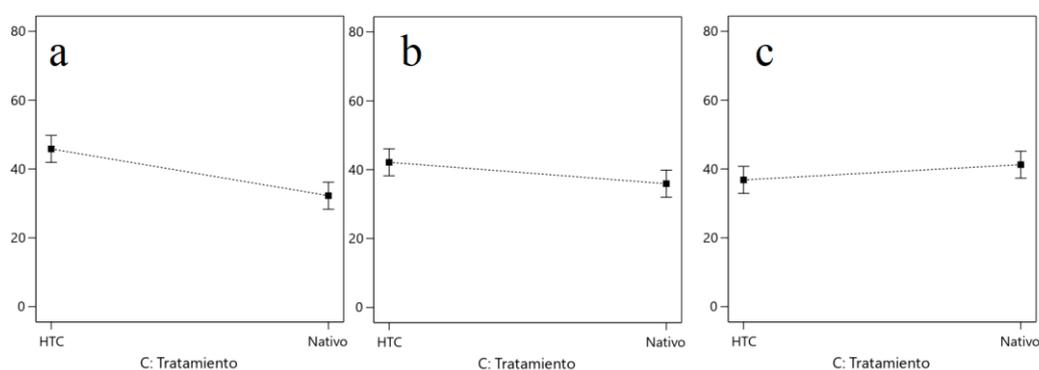


Figura 6. Efecto del tratamiento térmico sobre el porcentaje de remoción de contaminantes. (a) tamaño de 125 a 250 μm , (b) tamaño de 355 a 500 μm y (c) tamaño de 710 a 1000 μm .

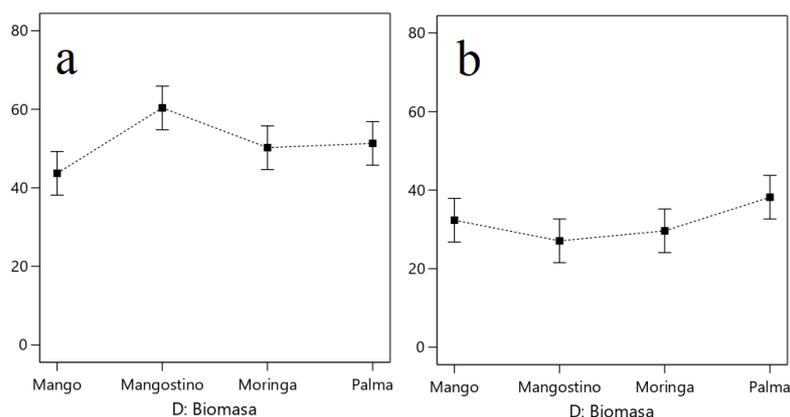


Figura 7. Efecto de la biomasa sobre la remoción de contaminantes. (a) carbamazepina y (b) acesulfamo K.

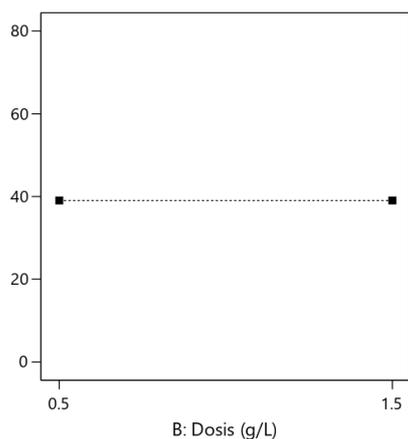


Figura 8. Efecto de la dosis sobre la remoción de contaminantes.

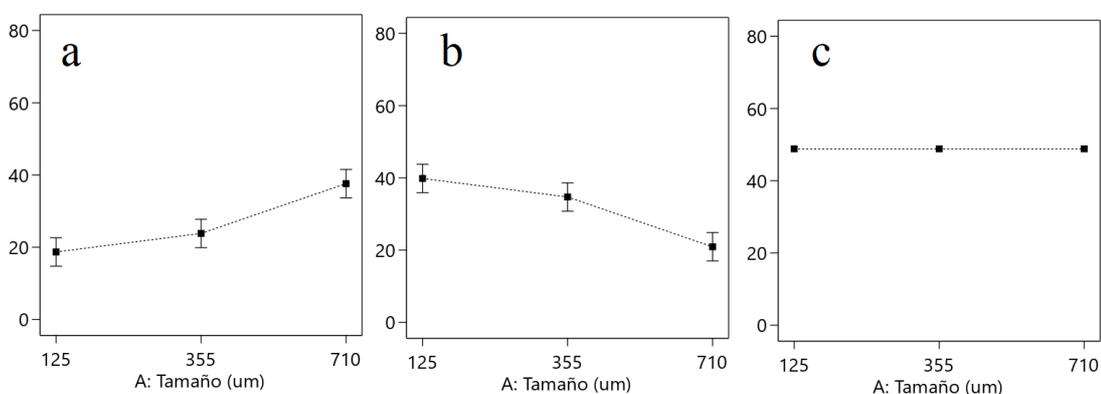


Figura 9. Efecto del tamaño de partícula sobre la remoción. (a) Materiales Nativos sobre acesulfamo K, (b) Hidrocarbones sobre acesulfamo K y (c) Materiales sobre carbamazepina.

3.2. Caracterización fisicoquímica

El comportamiento de los materiales como adsorbentes se puede entender mejor por medio de algunas caracterizaciones como las que se muestran a continuación.

3.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Este análisis es relevante para determinar los grupos funcionales presentes en la superficie de los materiales.

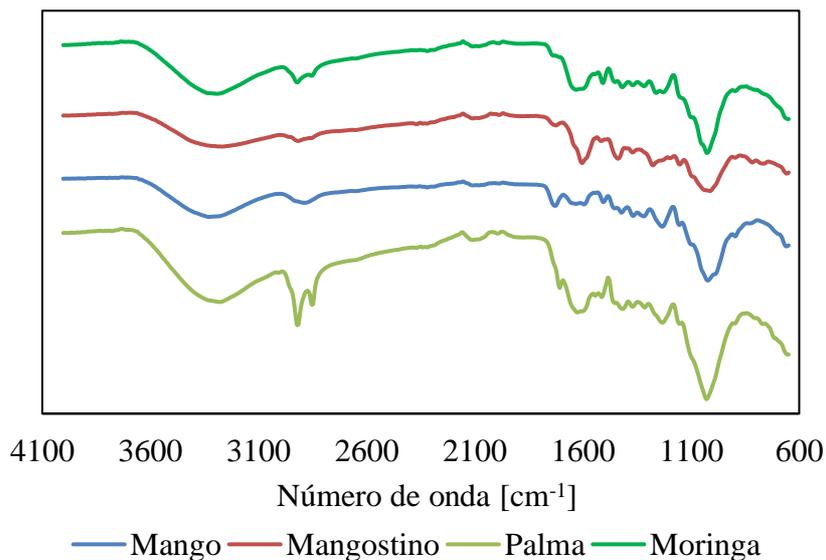


Figura 10. Espectros FTIR de materiales nativos.

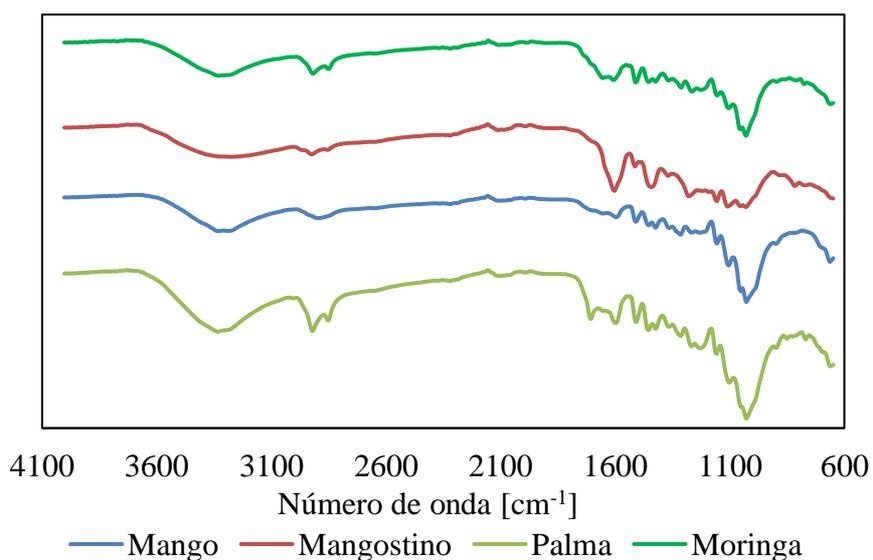


Figura 11. Espectros FTIR de hydrochars a 175 °C y 1 h.

La Figura 10 muestra los espectros FTIR de los materiales nativos y la Figura 11 de los hydrochars producidos a 175 °C y 1 h. Para este análisis no se separó por rangos de partículas ya que la superficie de los materiales mantiene los mismos grupos funcionales independientemente de su tamaño. En general se observa que los materiales comparten similitudes en cuanto a la presencia de grupos funcionales relevantes. A continuación, en la Tabla 3 se describen las observaciones.

Tabla 3. Observaciones respecto a picos de FTIR

Pico/Rango	Hallazgo
3400 cm^{-1}	Grupos hidroxilo (-OH)
2800 a 3000 cm^{-1}	Enlaces C-H
1700 cm^{-1}	Grupos carbonilo (C=O)
1580-1600 cm^{-1}	Plegamiento de las vibraciones NH
1100 a 1300 cm^{-1}	Plegamiento de (CH) con la celulosa, hemicelulosa y lignina
1730 cm^{-1}	Vibraciones de hemicelulosa con estiramiento de CO
1520 cm^{-1}	Vibraciones de lignina
1200 cm^{-1}	Estiramiento asimétrico de celulosa
1107 cm^{-1}	Estiramiento asimétrico de COC
1600 cm^{-1}	Presencia de compuestos de nitrógeno

Obtenido de Leng et al., 2021.

3.2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM).

La microscopia permite observar la morfología de los materiales tanto nativos como procesados y a continuación en las Figuras 12 y 13 se muestran algunos SEM seleccionados. En la Figura 12, se observa que los materiales nativos del mangostino, palma y moringa presentan porosidades en su superficie; mientras que el mango se presenta como fibras. Luego del proceso de carbonización, se observa degradación en la estructura del mango y en la moringa la estructura se ha desplegado de manera que parece una red.

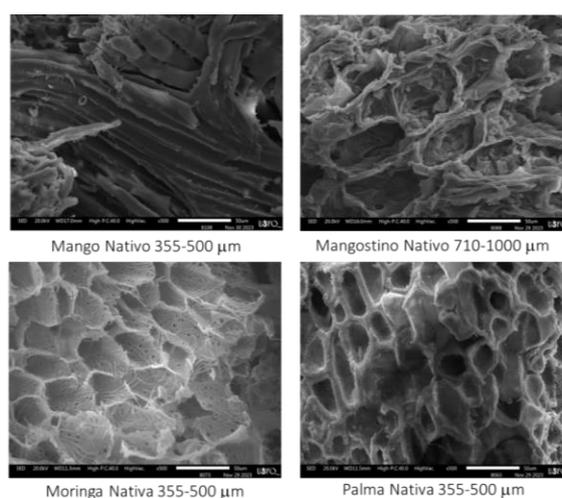


Figura 12. Ejemplos de morfología de materiales nativos obtenidos mediante SEM

(magnificación 500x).

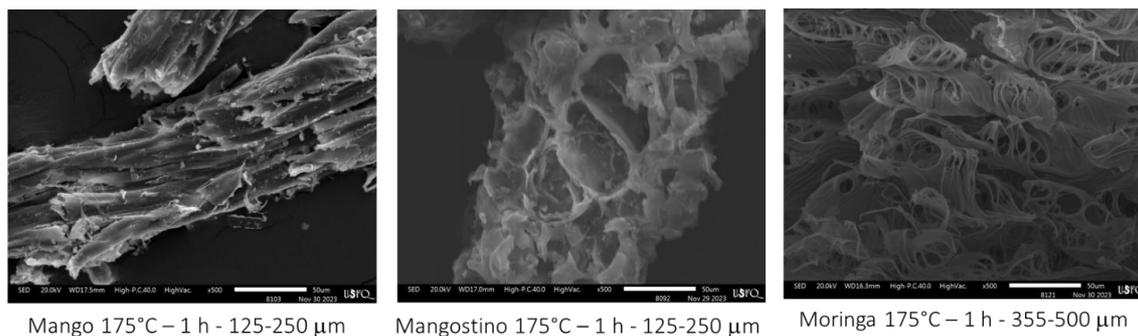


Figura 13. Ejemplos de morfología de hydrochars obtenidos mediante SEM

(magnificación 500x)

3.2.3. Resultados Brunauer-Emmet-Teller (BET).

Para realizar el análisis BET, se seleccionaron cuatro materiales que fueron determinados según su remoción para los contaminantes estudiados. Aunque para el mangostino no se pudo determinar el área específica ni diámetro promedio de poro, para la palma nativa y su hidrocarbón, se observa que el proceso de carbonización sí aumenta el área superficial.

Tabla 4. Área y volumen específicos de poro.

Material	Área específica - BET - (m^2/g)	Volumen específico de poro - BJH - (cm^3/g)	Diámetro promedio de poro (nm)
Mangostino nativo (355 – 500 μm)	-	0,0067	-
Hydrochar Mangostino (355 – 500 μm)	-	0,0821	-
Palma nativa (125 – 250 μm)	4,21140	0,0099	9,3727
Hydrochar de palma (125 – 250 μm)	8,15973	0,0310	15,2109

3.2.4. Análisis de difracción de rayos-X (XRD).

Este análisis permite obtener información sobre la estructura cristalográfica de las muestras. La Figura 14 brinda los difractogramas del material nativo y luego de procesos HTC en función de temperatura y tiempo para el caso del endocarpio de mango.

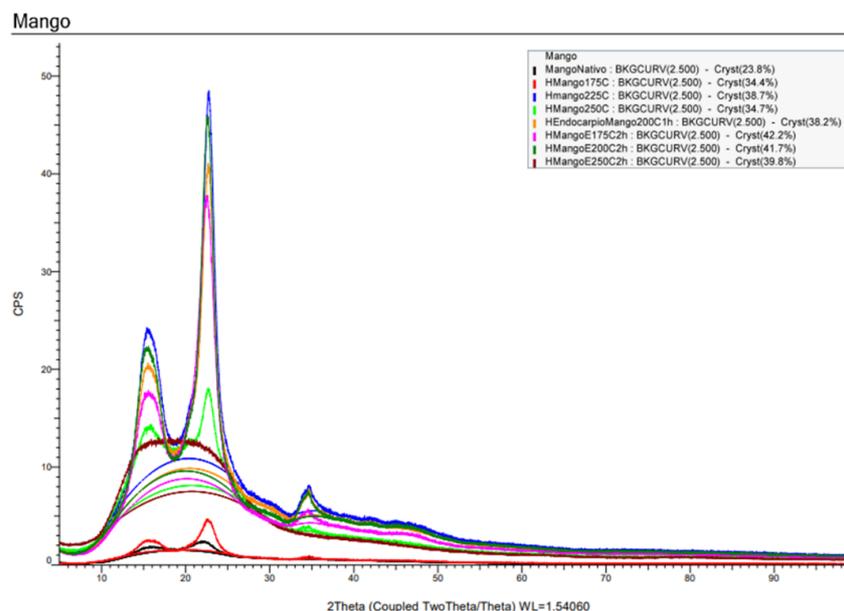


Figura 14. Difractogramas de rayos-X de material nativo e hidrochar de endocarpio de mango.

Estos difractogramas demuestran la presencia de celulosa. El mango nativo tiene un porcentaje importante de celulosa cristalina (CI del 23%). El índice de cristalinidad, CI permanece constante alrededor del 35% hasta 225 °C sin diferencia entre 1 hora y 2 horas de tratamiento hidrotermal. A 250 °C el CI decrece a un valor alrededor del 15% para 1 h. A la misma temperatura, al cabo de 2 horas se termina de descomponer la celulosa cristalina totalmente.

3.4. Resultados eléctricos

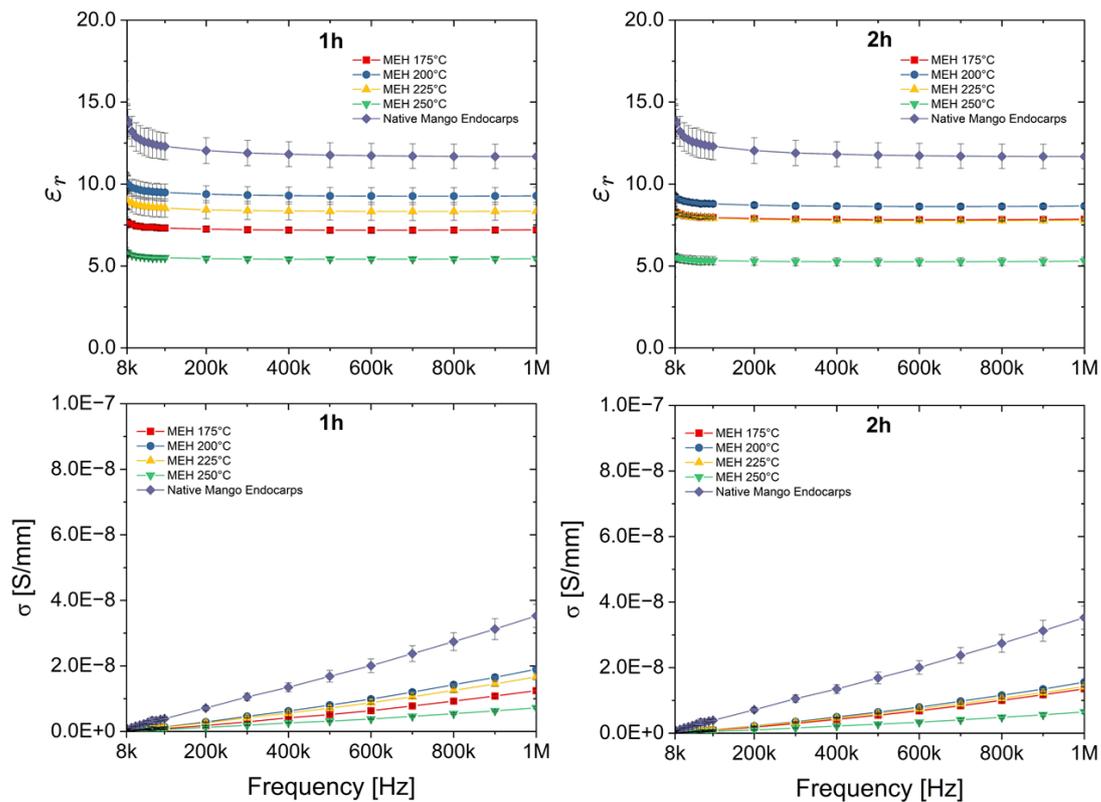


Figura 15. Resultados de permitividad relativa (ϵ_R) y conductividad (σ)

Estos materiales demuestran ser dieléctricos (capaces de almacenar energía en forma de campo electromagnético) y aislantes. A mayor temperatura y tiempo de tratamiento, la conductividad disminuye y la capacidad dieléctrica aumenta. En general, todos los materiales estudiados son materiales dieléctricos, aislantes y con baja conductividad con comportamiento similar a otros estudios (Landázuri et al., 2023).

DISCUSIONES

4.1 Remoción de contaminantes orgánicos y efecto del tamaño de partícula.

La carbamazepina y el acesulfamo-K, son fármacos que persisten en las aguas residuales y cuya remoción representa un reto. Por ello, resulta importante buscar métodos y materiales alternativos para bajar sus concentraciones. Los análisis exploratorios realizados con espectroscopía UV-Vis mostraron que la concentración de fármacos luego del proceso de adsorción aumentaba, lo cual no es de esperar según las leyes de conservación de la masa. Adicionalmente, algunos de los experimentos comenzaron a mostrar una coloración amarillenta muy leve en el agua contaminada artificial. Esto llevó a realizar mediciones en UV-Vis para los licores extraídos de la filtración del reactor, los cuales tenían absorbancia en la misma longitud de onda que los contaminantes. Por ende, se optó por realizar las mediciones de remoción empleando un método de separación previo lo cual llevó a escoger la cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC).

La cromatografía y medición de absorbancia de las muestras permitió observar la remoción de los contaminantes de manera adecuada en comparación con el UV-Vis porque sólo se mide el contaminante. En la Figura 2 de la sección anterior se puede identificar que el hidrocarbón de palma logró remover la concentración de carbamazepina por debajo del límite de detección del equipo, lo cual sería menos de 0,1 ppm, de manera que este material presenta la opción de servir como adsorbente. Cabe recalcar que los materiales estudiados no han sido sometidos a un proceso de activación ácida o básica la cual ha demostrado incrementar la capacidad de eliminación de distintos contaminantes orgánicos en aguas residuales (Danso-Boateng et al., 2020).

Un fenómeno importante que también se observa en esta Figura 2 es que la absorbancia de contaminante fue mayor para el hidrocarbón en comparación con el material nativo de

mango, lo que podría llevar a concluir que la carbonización no es necesaria. Sin embargo, dos experimentos no son suficiente a nivel estadístico para lograr sustentar esta afirmación. Por ello, resulta más conveniente referirse al análisis ANOVA multicategorico y las gráficas resultantes. En la Tabla 2 se puede observar que el tratamiento sí es un factor estadísticamente significativo, pero para conocer si el tratamiento de carbonización beneficia o no a la remoción se debe observar la Figura 6 que indica la remoción de contaminantes con tratamiento y nativos. Para tamaños de partícula de 125 a 250 μm y de 355 a 500 μm los materiales nativos reportan una menor remoción en comparación con los tratados; sin embargo, en el rango de 710 a 1000 μm sucede lo opuesto. De manera que, si se opta trabajar con los rangos de tamaño de partícula menor, lo mejor es trabajar con hidrocarbón.

Otro comportamiento que se evidenció gracias a la toma de muestras en un rango de tiempo variado fue que en los primeros 5 minutos la remoción alcanzada fue mayor y con el paso del tiempo la concentración de los contaminantes volvió a incrementarse, de manera que existió una desorción, como se observa en la Figura 3 para la carbamazepina y Figura 5 para el acesulfamo K. Sin embargo, al no tener más puntos en el tiempo de los experimentos no es posible ajustar los datos a una isoterma de adsorción. En la Figura 3 también existe evidencia de que se obtiene una remoción mayor con un tamaño de partículas más pequeño. El análisis ANOVA en la Tabla 2 indica que el tamaño de partícula como tal no es un factor significativo pero su interacción con otros factores si es relevante. En la Figura 9 se puede observar que, para la carbamazepina, el tamaño de partícula no es importante; sin embargo, para la remoción de acesulfamo si resulta significativo y varía dependiendo de si el material es tratado o no. Conociendo que la carbonización si mejora la remoción, se puede decir que para la remoción de acesulfamo K con hidrocarbón es deseable tener tamaños de partícula menores.

La dosis por su parte no fue relevante para la remoción de los contaminantes, ya que no aparece en la Tabla 2 y en la Figura 8 se puede observar cómo no cambia el porcentaje de

remoción de contaminante. Este comportamiento se repitió para los dos contaminantes y todas las biomásas con el análisis integral de los datos. Por otro lado, la biomasa resulta ser un factor de importancia para la remoción de carbamazepina como se aprecia en la Figura 7, en la que destaca el mangostino como mejor adsorbente. Para la remoción de acesulfamo K la diferencia entre biomásas no es importante tomando en cuenta el error asociado a las medidas; sin embargo, tomando en cuenta el valor medio, la palma es el mejor adsorbente. De esta forma, la carbonización hidrotérmica puede ser una opción para remover los contaminantes y tiene la ventaja de que evita la descomposición de los materiales al contacto con el agua, evento que si sucede con los materiales nativos.

4.2 Caracterizaciones fisicoquímicas (FTIR, cristalinidad, BET)

Como se analizó en la sección anterior, se seleccionó trabajar con hydrochars tratados a 1 hora y 175 °C. Hydrochars producidos a partir del endocarpio de mango, por ejemplo, contienen cantidades importantes de celulosa, corroborado por los resultados de análisis de refracción de rayos-X. Las muestras sometidas hasta 225 °C por 1 hora y 2 horas de tratamiento mantienen su índice de cristalinidad relativamente constante, mientras que las muestras sometidas a tratamientos de 250 °C no contienen celulosa cristalina, por lo cual existe una cinética importante de degradación.

La presencia de celulosa en materiales para el tratamiento de agua es relevante debido a su capacidad de adsorción y eliminación de contaminantes. Los materiales basados en lignocelulosa, como los bioadsorbentes, se han empleado para la eliminación de contaminantes emergentes del agua, como fármacos y productos químicos, gracias a su alta capacidad de adsorción. Asimismo, los materiales basados en celulosa, como las membranas de acetato de celulosa, se han utilizado en procesos de tratamiento de agua para la eliminación de metales pesados, colorantes y productos farmacéuticos. La celulosa, al ser una fuente renovable y

abundante, se convierte en una opción atractiva para aplicaciones de tratamiento de agua. En resumen, la presencia de celulosa en materiales para el tratamiento de agua es crucial debido a sus propiedades de adsorción y capacidad para eliminar contaminantes, lo que los convierte en una opción prometedora para aplicaciones de tratamiento de agua.

De manera complementaria, a partir de los espectros FTIR se observa que los hydrochars mantienen prácticamente la misma estructura química y al analizar sus picos, es posible confirmar que el material ha sufrido cambios estructurales leves. Estudios previos reportan el inicio de cambios estructurales más evidentes a temperaturas de al menos 210 °C y a mayores tiempos de tratamiento HTC con respecto al material nativo donde los picos se vuelven más pequeños y, al tener en cuenta los picos mencionados anteriormente, entre 1100 y 2000 cm^{-1} (correspondientes a la presencia de lignina, celulosa y hemicelulosa), se han producido cambios y degradación estructural (Landázuri et al., 2023).

Además, es conocido que la remoción de contaminantes por procesos de adsorción, pueden ser potenciados por el incremento de área superficial de los materiales adsorbentes. No obstante, durante la ejecución de este proyecto, se pudo evidenciar que es importante considerar que estos procesos de remoción también promueven el fenómeno de transferencia de masa por difusión de otros compuestos presentes en el hydrochar hacia el licor, que se reporta que contiene compuestos como furfurales, azúcares, compuestos fenólicos, ácido graso volátil, entre otros (Nakason et al., 2018) . Mayor investigación al respecto de este tema es relevante para tener una idea clara de este efecto sobre la remoción de contaminantes. Los resultados BET confirman que procesos HTC aumentan el área superficial disponible para la adsorción de los contaminantes. Por lo anterior, la selección de tratamientos hidrotermales a temperaturas donde exista todavía la presencia de celulosa, con tamaños de partículas menores a 250 μm y por 1 hora, es una opción práctica para el tratamiento de aguas que permite la revalorización de residuos lignocelulósicos.

4.3. Correlación entre el poder de remoción y propiedades eléctricas de los materiales

Varios estudios están disponibles sobre la preparación y características de adsorbentes en términos de hidrocarbones a partir de biomasa lignocelulósica y sus carbones activados derivados. Sin embargo, existe información limitada disponible sobre la correlación entre la eliminación de contaminantes orgánicos emergentes del agua utilizando hidrocarbones lignocelulósicos y las propiedades dieléctricas y conductoras de estos materiales. Además, la permitividad relativa y conductividad en principio son independientes entre sí.

La relación entre la conductividad de un material y su capacidad para eliminar contaminantes orgánicos del agua puede presentar una tendencia inversa. A medida que la concentración de carbono orgánico en una muestra aumenta, la conductividad tiende a disminuir, lo que puede tener aplicaciones útiles, como el monitoreo de la calidad del agua o la evaluación de la efectividad de los métodos de remoción del carbono orgánico (Gáfaró & Navarro, 2019). Además, se ha comprobado que métodos como la electrocoagulación, un proceso para eliminar contaminantes inorgánicos y orgánicos del agua, se ve influenciada por la conductividad eléctrica del agua, lo que resalta la importancia de este parámetro en los procesos de tratamiento de aguas residuales (Oviedo et al., 2023). La conductividad de un material puede afectar su capacidad para eliminar contaminantes orgánicos del agua, y su medición es fundamental en aplicaciones e industrias para mejorar la calidad del agua (Gáfaró & Navarro, 2019). En el presente estudio se determinaron las propiedades eléctricas de los materiales adsorbentes, resultaría interesante analizar la conductividad del agua artificial durante el proceso batch de remoción de contaminantes y comprender la influencia de la adición de estos materiales durante el proceso de adsorción en la fase líquida y los posibles cambios en la conductividad del agua tratada.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La eliminación de contaminantes emergentes en aguas residuales constituye un problema potencial y es óptimo buscar opciones para mejorar los procesos de tratamiento de aguas actuales. Por medio del análisis estadístico se determinó que el proceso de carbonización hidrotermal mejora la remoción de la carbamazepina y el acesulfamo K. La mayor eliminación de contaminantes se encontró a los 5 minutos, por lo cual los análisis se enfocaron en este tiempo. Se encontró que la dosis no es un factor estadísticamente significativo para el tratamiento de agua en el rango estudiado de 0,5 g/L y 1,5 g/L. Por otro lado, tanto la biomasa como el tamaño de partícula si resultan relevantes. El tamaño de partícula fue significativo para la remoción de acesulfamo y para cuando se trabaja con hidrocarbón, al disminuir el tamaño de partícula, también disminuye la concentración de contaminantes a los 5 minutos. Los mejores materiales adsorbentes son la palma y el mangostino. Además, mediante las caracterizaciones fisicoquímicas de espectroscopía infrarroja y difracción de rayos-x, se confirmó la presencia de celulosa en el material nativo y que ésta no tuvo un cambio significativo en el material tratado a 175 °C y 1 hora, es decir, no se ha degradado la celulosa en gran cantidad, lo que permitiría que sea un factor útil para la remoción de contaminantes. Los hidrocarbones pueden funcionar como materiales dieléctricos y aislantes.

Se recomienda realizar un análisis de los factores involucrados con un diseño Plackett-Burman, que reduce la cantidad de experimentos a realizar y se analiza la importancia de cada factor, ya que en este proyecto se llegó a concluir que, en el rango trabajado, la dosis no era relevante y conocer esto desde un inicio hubiese resultado en la mitad de los experimentos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Agostini-Costa, T. da S. (2018). Bioactive compounds and health benefits of some palm species traditionally used in Africa and the Americas – A review. *Journal of Ethnopharmacology*, 224(May), 202–229. <https://doi.org/10.1016/j.jep.2018.05.035>
- Asensi, G. D., Villadiego, A. M. D., & Berruezo, G. R. (2017). Moringa oleifera: Revisión sobre aplicaciones y usos en alimentos. *Archivos Latinoamericanos de Nutricion*, 67(2), 86–97.
- Barakat, N., Al-Azem, M., Sarkis, N., & Trefi, S. (2022). A VALIDATED HPLC METHOD FOR SEPARATION AND DETERMINATION ASPARTAME AND ACESULFAME-K IN FOOD PRODUCTS. *Bulletin of Pharmaceutical Sciences. Assiut*, 45(1), 269–274. <https://doi.org/10.21608/bfsa.2022.239458>
- Contraloría General del Estado. (2021). *Reporte de control público: Gestión integral de desechos y residuos sólidos*. <https://www.contraloria.gob.ec/SalaDePrensa/NoticiasPorSector/24191>
- Danso-Boateng, E., Nyktari, E., Wheatley, A. D., Holdich, R. G., & Mohammed, A. S. (2020). Removal of Organic Pollutants from Effluent of Anaerobic Digester Using Hydrochars Produced from Faecal Simulant and Sewage Sludge. *Water, Air, and Soil Pollution*, 231(5). <https://doi.org/10.1007/s11270-020-04557-3>
- Delgado-Moreno, L., Bazhari, S., Gasco, G., Méndez, A., El Azzouzi, M., & Romero, E. (2021). New insights into the efficient removal of emerging contaminants by biochars and hydrochars derived from olive oil wastes. *Science of the Total Environment*, 752(December 2019), 141838. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141838>
- Delgado Nina, D. A., & Santander Pacoricona, N. E. (2017). *Remoción de coloración de tintes de teñido en aguas residuales de la industria textil, utilizando procesos de oxidación avanzada (POA)*.

- Freire, D., Cruz, D., Chimbo, V., & Chimbo, J. (2015). *Escuela Superior Politécnica De Chimborazo*.
- Gáfaro, J., & Navarro, G. (2019). Demostrar la Influencia de la Aplicación de Carbón Activado en Polvo (CAP) Sobre la Calidad del Agua Potable para la Remoción De GSM Y MIB en dos Condiciones de Operación (Con y Sin Ayudante de Floculación) de la Planta de Tratamiento de Agua Potable de B. In *Universidad Pontificia Bolivariana – Seccional Bucaramanga* (Issue 2).
- Gómez Rodríguez, J. L. (2018). *La producción y exportación de aceite de la palma africana a los principales mercados internacionales período, 2012-2016*.
- Hamid, N. A., & You, J. J. (2021). Mangosteen peel-derived hydrochar prepared via hydrothermal carbonization for methylene blue removal. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 765(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/765/1/012114>
- Harris, D. C. (2010). Quantitative Chemical Analysis. In *NBER Working Papers*. <http://www.nber.org/papers/w16019>
- Janet Gil, M., María Soto, A., Iván Usma, J., & Darío Gutiérrez, O. (2012). *Emerging contaminants in waters: effects and possible treatments Contaminantes emergentes em águas, efeitos e possíveis tratamentos*. 7(2), 52–73. <http://www.scielo.org.co/pdf/pml/v7n2/v7n2a05.pdf>
- Landázuri-Rojas, A. C., Villarreal, J. S., Núñez, E. R., Pico, M. M., Lagos, A. S., & Caviedes, M. (2018). Experimental evaluation of crushed *Moringa oleifera* Lam. seeds and powder waste during coagulation-flocculation processes. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(4), 5443–5451. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.08.021>
- Landázuri, A. C., Prócel, L. M., Caisaluisa, O., Beltrán, K., Holguín, E., Yépez, S., Orejuela-Escobar, L. M., Guerrero, V. H., Herrera, N., & Taco, R. (2023). Valorization of ripe banana peels and cocoa pod husk hydrochars as green sustainable “low loss” dielectric

- materials. *Journal of Cleaner Production*, 426(March).
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.139044>
- Lange, F. T., Scheurer, M., & Brauch, H. J. (2012). Artificial sweeteners-A recently recognized class of emerging environmental contaminants: A review. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 403(9), 2503–2518. <https://doi.org/10.1007/s00216-012-5892-z>
- Leng, L., Yang, L., Leng, S., Zhang, W., Zhou, Y., Peng, H., Li, H., Hu, Y., Jiang, S., & Li, H. (2021). A review on nitrogen transformation in hydrochar during hydrothermal carbonization of biomass containing nitrogen. *Science of the Total Environment*, 756, 143679. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143679>
- Maan, J. S., Duong, T. vi H., & Saadabadi, A. (2023). *Carbamazepine*.
- Maldonado-Celis, M. E., Yahia, E. M., Bedoya, R., Landázuri, P., Loango, N., Aguillón, J., Restrepo, B., & Guerrero Ospina, J. C. (2019). Chemical Composition of Mango (*Mangifera indica* L.) Fruit: Nutritional and Phytochemical Compounds. *Frontiers in Plant Science*, 10. <https://doi.org/10.3389/fpls.2019.01073>
- Martínez Garrido, N. (2021). *Estudio de la problemática de los contaminantes emergentes en depuradoras de aguas residuales: tecnologías de tratamiento*. 1–43.
<https://repositorio.upct.es/bitstream/handle/10317/9923/tfm-mar-est.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Mayer, D. G., & Kemper, F. H. (1991). *Acesulfame-K*.
- Mayssara A. Abo Hassanin Supervised, A. (2014). Estudio de la factibilidad del desarrollo de un alimento funcional a base de Mangostino en Colombia. *Paper Knowledge . Toward a Media History of Documents*.
- Mejía, M. E. (2012). Elaboración de tableros aglomerados auto-adheridos a partir de fibra de raquis de Palma Africana (*Elaeis guineensis* Jacq). *Escuela Politécnica Nacional*

- Ecuador*, 12. <http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/4638/1/CD-4269.pdf>
- Nakason, K., Panyapinyopol, B., Kanokkantapong, V., Viriya-empikul, N., Kraithong, W., & Pavasant, P. (2018). Characteristics of hydrochar and liquid fraction from hydrothermal carbonization of cassava rhizome. *Journal of the Energy Institute*, 91(2), 184–193. <https://doi.org/10.1016/j.joei.2017.01.002>
- Oviedo, L., Medina, V., & Beltan, M. (2023). *TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES EN LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS EN COLOMBIA MEDIANTE LA ELECTROCOAGULACIÓN*. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK558907/>
- Pauline, A. L., & Joseph, K. (2020). Hydrothermal carbonization of organic wastes to carbonaceous solid fuel – A review of mechanisms and process parameters. *Fuel*, 279(April), 118472. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118472>
- Rajadhyaksha, N. S., Jain, S. P., & Amin, P. D. (2007). Carbamazepine: Stability indicating HPLC assay method. *Analytical Letters*, 40(13), 2506–2514. <https://doi.org/10.1080/00032710701583557>
- Rodrigues, P., Guimarães, L., Carvalho, A. P., & Oliva-Teles, L. (2023). Carbamazepine, venlafaxine, tramadol, and their main metabolites: Toxicological effects on zebrafish embryos and larvae. *Journal of Hazardous Materials*, 448(January). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2023.130909>
- Santos, M. M., Marques Sierra, A. L., Amado-Fierro, Á., Suárez, M., Blanco, F., La Fuente, J. M. G., Diez, M. A., & Centeno, T. A. (2023). Reducing cement consumption in mortars by waste-derived hydrochars. *Journal of Building Engineering*, 75(February), 106987. <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.106987>
- Song, E., Park, S., Han, S., Lee, E., & Kim, H. (2022). Characteristics of Hydrothermal Carbonization Hydrochar Derived from Cattle Manure. *Energies*, 15(23). <https://doi.org/10.3390/en15239195>

- Ulloa, J. (2006). LOS RELLENOS SANITARIOS. *Revista de Ciencias de La Vida*, 4, 2–17.
- Voloshenko-Rossin, A., Gasser, G., Cohen, K., Gun, J., Cumbal-Flores, L., Parra-Morales, W., Sarabia, F., Ojeda, F., & Lev, O. (2015). Emerging pollutants in the Esmeraldas watershed in Ecuador: Discharge and attenuation of emerging organic pollutants along the San Pedro-Guayllabamba-Esmeraldas rivers. *Environmental Sciences: Processes and Impacts*, 17(1), 41–53. <https://doi.org/10.1039/c4em00394b>
- Wang, L., Chi, Y., Du, K., Zhou, Z., Wang, F., & Huang, Q. (2022). Hydrothermal treatment of food waste for bio-fertilizer production: Formation and regulation of humus substances in hydrochar. *Science of the Total Environment*, 838(1).
- Yahia, E. M., Ornelas-Paz, J. de J., Brecht, J. K., García-Solís, P., & Maldonado Celis, M. E. (2023). The contribution of mango fruit (*Mangifera indica* L.) to human nutrition and health. *Arabian Journal of Chemistry*, 16(7). <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2023.104860>
- Zahmatkesh, S., Bokhari, A., Karimian, M., Zahra, M. M. A., Sillanpää, M., Panchal, H., Alrubaie, A. J., & Rezakhani, Y. (2022). A comprehensive review of various approaches for treatment of tertiary wastewater with emerging contaminants: what do we know? *Environmental Monitoring and Assessment*, 194(12). <https://doi.org/10.1007/s10661-022-10503-z>

ANEXOS

Tabla A1. Remoción de contaminantes resumida.

		Carbamazepina				Acesulfamo K			
		Dosis	Tamaño	Tiempo	Remoción	Dosis	Tamaño	Tiempo	Remoción
		[g/L]	[μm]	[min]	[%]	[g/L]	[μm]	[min]	[%]
HTC	Mango	0,5	355-500	5	56,19	0,5	125-250	5	65,23
	Mangostino	1,5	710-1000	5	68,96	0,5	125-250	5	52,19
	Moringa	0,5	355-500	15	68,18	1,5	710-1000	30	63,82
	Palma	0,5	125-250	5	100,0	0,5	125-250	5	53,32
Nativo	Mango	0,5	125-250	5	56,53	0,5	125-250	5	47,50
	Mangostino	0,5	355-500	30	70,81	0,5	710-1000	15	31,21
	Moringa	1,5	355-500	5	50,05	0,5	710-1000	5	43,76
	Palma	1,5	125-250	5	59,81	1,5	710-1000	5	63,80