



# Perfiles

Vol. 1

Núm. 29

Enero - Junio 2023

ISSN 2477-9105

**Líneas de investigación:**

- Física
- Matemáticas
- Química
- Ciencias Biológicas
- Ciencias de la Salud
- Energías alternativas

# Autoridades

de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo

Ing. Byron Ernesto Vaca Barahona Ph.D.

**Rector**

Ing. Jenny Basantes Ph.D

**Vicerrectora Académico**

Ing. Pablo Vanegas Ph.D

**Vicerrector de Investigación y Posgrado**

Ing. Landy Ruiz Mgs.

**Vicerrectora Administrativo**

Dra. Yolanda Dolores Díaz Heredia MsC.

**Director Instituto de Investigaciones**

Revista Internacional Arbitrada

Distribución libre

# Correspondencias

Revista Perfiles

Panamericana Sur, km 1½

Riobamba, Ecuador

Telef.: (593) (03) 2998200 ext. 161

e-mail: [revistaperfiles@epoch.edu.ec](mailto:revistaperfiles@epoch.edu.ec)

PERFILES (ISSN 2477-9105) es una revista científica semestral publicada por la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo

ESPOCH

Riobamba – Ecuador

Año XXIII

Número 29

# CUERPO EDITORIAL

Perfiles

## EDITOR

Celso Guillermo Recalde Moreno  
Escuela Superior Politécnica de Chimborazo  
Email: crecalde672000@yahoo.com  
Facultad de Ciencias (Riobamba, Ecuador)

## COMITÉ EDITORIAL

### Irene Del Carmen Gavilanes Teran

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo  
irene.gavilanes@esepoch.edu.ec  
Facultad de Ciencias (Riobamba, Ecuador)

### Elio Giroletti

Università di Pavia (Pavia PV, Italia)  
Email: elio.giroletti@unipv.it

### Laszlo Sajo Bohus

Universidad Simon Bolivar  
Email: lsajo@usb.ve  
Departamento de Física (Caracas-Venezuela)

### Janne Rojas

Universidad de Los Andes  
Email: janne.rojas24@gmail.com  
Facultad de Farmacia (Mérida-Venezuela)

### Manuel Morales Yuste

Universidad de Granada  
Email: yuste@ugr.es  
Facultad de Farmacia (Granada-España)

### Omaira Marquez

Universidad Nacional de Chimborazo  
(Riobamba, Ecuador)  
Email: cgomarquez@gmail.com

### Sabino Menolasina

Universidad de los Andes  
Facultad de Farmacia (Mérida-Venezuela)  
Email: menolasina1960@gmail.com

## CO-EDITOR

Víctor García  
Universidad Nacional de Chimborazo  
(Riobamba, Ecuador)  
Email: vgarcia375@gmail.com

### Salvador González Carcedo

Universidad de Burgos  
Email: salva@ubu.es  
Facultad de Ciencias(Burgos,España)

### César A. Cisneros Ramírez-

Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría  
Centro de Estudios de Tecnologías Energéticas Renovables (La Habana, Cuba)  
Email: cesar@ceter.cujae.edu.cu

### David Jaramillo Abril

Servicios de laboratorio analítico mínimo (Western Australia, Australia)  
Email: d\_jaramillo10@hotmail.com

### Jorge L. Mírez Tarrillo

Universidad Nacional de Ingeniería (Lima, Perú)  
Email: jmirez@uni.edu.pe

### Jorge L. Mírez Tarrillo

Universidad Nacional de Ingeniería (Lima, Perú)  
Email: jmirez@uni.edu.pe

### Carlos F. Ávila Vega-

Universidad Técnica Equinoccial  
Facultad de Ciencias (Quito, Ecuador)  
Email: carlos.avila@ute.edu.ec

### Cristian Vacacela Gomez

Universidad Yachay TECH(Ibarra, Ecuador)  
Email: cristianvg7@gmail.com

# COMITÉ CIENTÍFICO

Perfiles

## Director

**Jorge Efren Silva Yumi**

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo

jorge.silvay@esPOCH.edu.ec

Facultad de Ciencias (Riobamba, Ecuador)

## Miembros

**Carlos Francisco Carpio Coba**

ccarpio@esPOCH.edu.ec

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo  
Facultad de Recursos Naturales (Riobamba, Ecuador)

**José Mejía López**

jmejia@puc.cl

Pontificia Universidad Católica de Chile  
Facultad de Física (Santiago, Chile)

**Gabriela Viviana Tubón Usca**

gabriela.tubon@esPOCH.edu.ec

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo  
Facultad de Ciencias (Riobamba, Ecuador)

**John Martin Evans**

evansjmartin@gmail.com

Universidad de Buenos Aires  
Facultad de Arquitectura (Buenos Aires, Argentina)

**Gerardo E. Medina Ramírez**

medinag47@gmail.com

Universidad Estatal Amazónica  
Escuela de Biología (Puyo, Ecuador)

**Silvia de Schiller-**

sdechiller@gmail.com

Universidad de Buenos Aires  
Facultad de Arquitectura (Buenos Aires, Argentina)

**Adriana C. Rincón Alarcón**

rinconadri@yahoo.com

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo  
Facultad de Ciencias (Riobamba, Ecuador)

**Natalí Alejandra Chávez Oleas-**

natalichavez87@gmail.com

Ministerio de Electricidad y Energía Renovable  
Dirección de Aplicaciones Nucleares (Quito, Ecuador)

**Morella L. Guillén Ferraro-**

morellaguillen@hotmail.com

Universidad Nacional de Chimborazo  
Facultad de Ciencias de la Salud (Riobamba, Ecuador)

**Freddy Benalcázar-**

f.benalcazar@yahoo.es

Universidad Técnica de Ambato (Ambato, Ecuador)

## Revisor Texto en Inglés

**Jorge Juan Villarroel Santillán-**

jjvillarroels@outlook.com

Trabajador Independiente

## Diseño, Diagramación, Maquetación

**Lcdo. José Luis Heredia Hermida Mgtr.**

jose.herediah@esPOCH.edu.ec

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo

## Agradecimientos:

Se agradece a los autores, Myriam González Palacios, Jorge Silva Yumi por la imagen tomada para la portada de la revista, del artículo: SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA RECUBIERTAS DE QUITOSANO PARA LA ADSORCIÓN DE CROMO HEXAVALENTE, publicada en esta edición.

# Tabla de contenidos

	Página
<b>1 INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA EN EL RENDIMIENTO DE LA HIDRÓLISIS ALCALINA DEL POLIETILENTEREFTALATO (PET) POST- CONSUMO</b> Paul Palmay Paredes, Mishell Sánchez Rojas, Michelle Alvarado Guicapi.	6 - 15
<b>2 ANÁLISIS DEL PATRÓN DE FLUJO DE UN LECHO FLUIDIZADO UTILIZANDO DISEÑOS ALTERNATIVOS DE PLATOS DE DISTRIBUCIÓN DE AIRE</b> Alejandro Delgado Araujo, Jorge Santamaría Carrera, Humberto González Gavilánez, Gilda Gordillo	16 - 29
<b>3 DESARROLLO DEL FRUTO EN CULTIVARES DE TOMATE DE ÁRBOL (<i>Solanum betaceum Cav.</i>)</b> Luis Marcial Acosta, Aníbal Martínez Salinas, Juan León Ruíz, Alfonso Suárez Tapia, William Viera Arroyo.	30 - 39
<b>4 EVALUACIÓN TEÓRICA DE LA DISPERSIÓN INELÁSTICA DE LEPTONES DE EFECTOS NUCLEARES</b> E. W. Likta, Y. H. Ngadda, N. Yakubu	40 - 45
<b>5 FORMACIÓN DE NANOHIÓXIDOS BASADOS EN BRUCITA Y LIMONENO: CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN ANTIMICROBIANA</b> Luis Camilo Toro Chacon, Jorge Manuel Silva Jara, Carlos Arnulfo Velázquez Carriles, Alejandra Monserrat Castorena Sánchez, María Esther Macías Rodríguez.	46 - 51
<b>6 ELABORACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO CON POLIETILENO DE TEREFTALATO PARA LA FABRICACIÓN DE BLOQUES.</b> Paúl Núñez Naranjo, Franco Palacios Pérez, Edwin Taranto González, Santiago Armijos Mena.	52 - 62
<b>7 ADHERENCIA TERAPÉUTICA EN DIABÉTICOS TIPO 2 DE UN CENTRO DE SALUD DE ECUADOR</b> Aida Adriana Miranda Barros, Sisa Pakari Gualán Sarango.	63 - 68
<b>8 CO-PIRÓLISIS DE LA MEZCLA DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA Y RESIDUOS PLÁSTICOS</b> Katherine Ulpo, Daniel Espín, Paúl Palmay.	69 - 77
<b>9 SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA RECUBIERTAS DE QUITOSANO PARA LA ADSORCIÓN DE CROMO HEXAVALENTE</b> Myriam González Palacios, Jorge Silva Yum.	78 - 89
<b>10 ESTRUCTURA DE CORRELACIÓN ENTRE VARIABLES DEL REGISTRO ECUATORIANO DE VACUNACIÓN DE PRIMERA Y SEGUNDA DOSIS, COVID-19.</b> Michael Fabrizio Ulcuango Abalco, Héctor Salomón Mullo Guaminga, Jessica Alexandra Marcatoma Tixi, María Belén Ortega Chavarrea.	90 - 96
<b>11 CONCORDANCIA DE PARÁMETROS CLÍNICOS RELACIONADOS CON EL DIAGNÓSTICO DE LA DIABETES. ESTUDIO DE CASO EN RIOBAMBA</b> Julio Idrovo-Novillo, Irene Gavilanes-Terán, Víctor Valverde-Orozco, Alessandro Idrovo-Gavilanes.	97 - 105



# INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA EN EL RENDIMIENTO DE LA HIDRÓLISIS ALCALINA DEL POLIETILENTEREFTALATO (PET) POST- CONSUMO

## Influence of particle size on the performance of post-consumer polyethylene terephthalate alkaline hydrolysis

-  <sup>1</sup> Paul Palmay Paredes\*
-  <sup>2</sup> Mishell Sánchez Rojas
-  <sup>3</sup> Michele Alvarado Guicalpi

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Riobamba, Ecuador.

\* paul.palmay@esPOCH.edu.ec

### RESUMEN

La generación de plástico a nivel mundial se ha incrementado a un ritmo descontrolado, donde el termoplástico que más aparece es el polietilentereftalato PET, debido a su uso en la industria alimenticia. En la actualidad, se manejan varias tecnologías para su adecuada disposición final. En los últimos años se ha fortalecido las tecnologías de reciclaje químico para obtener productos de interés industrial a partir de un residuo. En este sentido la hidrólisis es una técnica que busca la descomposición del PET, mediante un conjunto de reacciones químicas considerando factores como: tamaño de partícula del PET, catalizador, condiciones de reacción, composición del PET y demás. Para el estudio se utilizó dos dimensiones del plástico: 5mm x 5mm (T5mm) y 10mm x 10mm (T10mm), de plásticos de colores verde y violeta. El material obtenido se caracterizó por medio de espectroscopia infrarroja (FTIR) y prueba de solubilidad, corroborando la presencia de ácido tereftálico (TPA). El mejor resultado se obtuvo con la partícula "T5mm, verde", con un rendimiento de 96,346%. Por lo tanto, mientras más pequeño sea el tamaño de la partícula, mayor será la probabilidad de que exista una interacción química entre la superficie de las partículas PET y la solución base.

**Palabras claves:** *Hidrólisis, álcali, plástico, color, tamaño.*

### ABSTRACT

The generation of plastic worldwide has increased at an uncontrolled rate, where the thermoplastic that appears the most is polyethylene terephthalate PET, due to its use in the food industry. At currents, Several technologies are currently used for their proper final disposal. In recent years, chemical recycling technologies have been strengthened to obtain products of industrial interest from waste. In this sense, hydrolysis is a technique that seeks the decomposition of PET, through a set of chemical reactions taking into account factors such as: PET particle size, catalyst, reaction conditions, PET composition and others. Two dimensions of plastic were used for the study: 5mm x 5mm (T5mm) and 10mm x 10mm (T10mm), of green and violet colored plastics. The material obtained was characterized by means of infrared spectroscopy (FTIR) and solubility test, corroborating the presence of terephthalic acid (TPA). "T5mm, green" particle was the best result, with a yield of 96.346%. Therefore, the smaller the particle size, the higher the probability of chemical interaction between the surface of the PET particles and the base solution.

**Keywords:** *Hydrolysis, alkali, plastic, color, size.*

Fecha de recepción: 07-12-2021

Fecha de aceptación: 02-05-2022

Fecha de publicación: 24-03-2023

## I. INTRODUCCIÓN

En el 2018, la producción de plásticos en todo el mundo alcanzó 343 millones de toneladas. Siguiendo esta tendencia, se estima que en 20 años la producción se incremente y se fabriquen 1 100 millones de toneladas de este material (1). En el mismo año, alrededor de 292 millones de toneladas cortas de desechos sólidos municipales fueron generados tan solo en Estados Unidos y de este universo, el 12,2% (35,7 millones de toneladas estadounidenses) representaba a los plásticos. De este último porcentaje, el 79% estaba distribuido de la siguiente manera: Polietileno de baja densidad, LDPE (30,3%). Polipropileno, PP (28,8%). Polietileno de alta densidad, HDPE (22,2%) y PET (18,7%) (2). Claramente se evidencia un consumo excesivo.

El desecho inadecuado de residuos representa un alto riesgo para la supervivencia de la vida silvestre, se han registrado muertes de animales provocadas por la ingesta de plásticos (3). Diversos Gobiernos han incorporado políticas a favor de combatir la problemática ambiental. Algunos Estados han planteado incorporar ciertos porcentajes de materiales reciclados como materia prima, para la creación de nuevos productos (4) y otros Estados incluso han vetado la adquisición de plásticos de un solo uso (5).

Entre los diferentes tipos de plásticos disponibles en el mercado, la investigación se focalizó en el plástico tipo PET. Dicho polímero es un termoplástico utilizado por las fábricas para elaboración de envases, paquetes de alimentos y botellas (6). De acuerdo con el informe emitido por Smithers Pira, el mercado mundial de envases PET elaboró aproximadamente 16,4 millones de toneladas. En los próximos 5 años se estima que la demanda de estos envases aumente en 4,6% cada año(7).

El plástico PET se podría considerar como un agente nocivo para el planeta debido al mal uso post consumo que se le da al ingresar grandes cantidades de este residuo en vertederos municipales, a su alta resistencia a los agentes biológicos y atmosféricos, además por no ser un plástico degradable a condiciones normales (8). La radiación UVB de la luz solar, las propiedades hidrolíticas del agua mar y las propiedades oxidativas de la atmósfera hacen que los desechos plásticos en mares y océanos se desintegren en micropartículas; incluso en el 2018 con el estudio realizado por la Agencia Austriaca de Medio

Ambiente se encontraron residuos de PP y PET en heces humanas (9).

Este tipo de plástico se puede recuperar mediante incineración y reciclaje. La incineración no es una vía ecológica, debido a la emisión de gases tóxicos y la presencia de cenizas residuales cuya composición incluye cadmio y plomo. El método más respetuoso con el medio ambiente que da la preservación de los materiales y la energía, es el reciclaje (10).

El reciclaje es una alternativa para minimizar la cantidad de residuos plásticos en vertederos; con las tecnologías que se disponen hoy en día, tan solo en Europa más del 50% de los plásticos, entre ellos PET, llegarían a ser potencialmente reciclables por una vía ecoeficiente (11). Sin embargo, a los países subdesarrollados se dificulta el llegar a un correcto tratamiento debido a la falta de conocimiento y apoyo tanto técnico como económico (12).

Existen dos métodos principales de reciclaje: método mecánico y químico. El reciclaje mecánico es el más común, aproximadamente el 84% del PET es reciclado, recolectado, clasificado, limpiado y por último se procede a la molienda(13). Estos últimos pasos pueden ir en orden diferente, dependiendo de la composición y el origen del plástico (14).

En el reciclaje químico se rompen las cadenas que forman el polímero, este proceso se desarrolla por medio de solvólisis o termólisis. La glicólisis, metanólisis, hidrólisis, aminólisis y demás, son algunas alternativas que se presentan en la solvólisis (15). En la despolimerización del PET por medio de hidrólisis (ácida, neutra o alcalina) se obtienen como productos: etilenglicol (EG) y TPA. El ácido oxálico también es factible sintetizarlo por medio este mecanismo (16). Entre las variables que afectan al rendimiento se encuentran: el tiempo de reacción, efecto de la concentración de la base, temperatura, tamaño de partícula, entre otros (17).

Por medio de la hidrólisis alcalina, las sales tereftálicas son hidrolizadas empleando ácido clorhídrico ( $HCl$ ) o ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) hasta formar TPA. Comúnmente, se emplea hidróxido de potasio (KOH) o hidróxido de sodio (NaOH) con una concentración de 4%-20% en masa (18). En la hidrólisis ácida se obtiene rendimientos altos, pero debido al alto consumo de ácido, esta vía se convierte en un proceso muy costoso y altamente corrosivo. Además de que tiene un efecto negativo en la pureza del EG. Por otro lado, con la hidrólisis



neutra, a pesar de no ser una vía nociva, todas las impurezas presentes en el plástico se manifiestan en el TPA, por lo cual afecta su pureza (19).

La presente investigación tuvo como objetivo identificar cómo el tamaño de partícula interfiere en el rendimiento de la hidrólisis alcalina de PET. El plástico de color se dimensionó en dos tamaños T5mm y T10mm. Para la hidrólisis se empleó NaOH, agua (H<sub>2</sub>O) y EG, el proceso necesitó 120°C por 30 minutos. Se trabajó con un sistema hermético para evitar pérdidas de masa. El TPA se caracterizó por medio de la espectroscopia FT-IR y prueba de solubilidad.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### Equipos

Para la caracterización de la materia prima (PET) así como del producto despolimerizado, se usó el espectrofotómetro infrarrojo modelo "JASCO FT/IR-4100", resolución 0,9 cm<sup>-1</sup> rango de número de onda 7800-350 cm<sup>-1</sup>. Para la hidrólisis se emplearon: balanza analítica "OHAUS EXPLORER, EX 224" con una sensibilidad de 0,1mg; Agitador magnético con plancha de calentamiento "THERMO FISHER SCIENTIFIC" rango de velocidad 60-1110 l/min y temperatura máxima de 450°C ; Bomba al vacío "DOA-P704" modelo GM-05, presión máxima de 60psig; Bureta digital "Hirschmann solarus, 9392020", rango de temperatura 4°C-50°C y precisión 0,2%; pH-metro "OAKLON 2700" rango (-2.000 a 20.000)pH y exactitud ±0,002+1 LSD; Estufa "POL-EKO, SRN 115" temperatura máxima 250°C y convección de aire natural.

### Caracterización del plástico

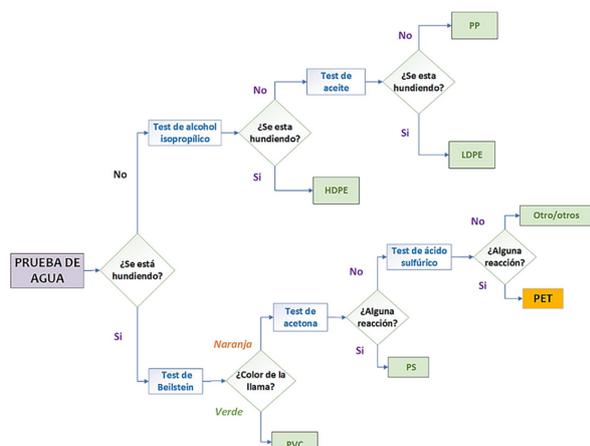


Figura 1. Representación esquemática del test clásico de identificación de plásticos.

Fuente:(20)

Diariamente durante tres semanas se recolectaron muestras provenientes de zonas exclusivas para el reciclaje de plásticos dentro de las instalaciones de la ESPOCH, con preferencia por aquellos materiales que presentan un color distintivo. Las muestras se rasparon hasta obtener un polvo fino, el cual se analizó en el espectrofotómetro.

Tipo de plástico	ρ (kg/m <sup>3</sup> )
PET	1350-1390
HDPE	930-970
LDPE	917-925
PVC	1100-1450
PP	904 - 906

Tabla 1. Densidad de algunos plásticos

Fuente: (21)

Siguiendo el esquema de la figura 1, el test clásico de identificación de PET consiste en cuatro fases: test de densidad, test de Beilstein, test de acetona y test de ácido sulfúrico. Para el test de densidad, se requiere de 2mL de agua destilada dentro de un tubo de ensayo conjuntamente con las muestras del polímero. Se registra: ¿Flota o no Flota?. En el test de Beilstein es necesario usar un cable de cobre enrollado en la muestra y acercar el sistema a una fuente de calor. Se observa el color de la llama.

Finalmente, en el test de acetona y de ácido sulfúrico, se emplean 6mL de cada reactivo concentrado dentro de dos tubos de ensayo diferentes, conjuntamente con el plástico. Además, para el último test es necesario someter el sistema a baño María por media hora, se retira y se deja enfriar la muestra. Se registra: Alguna reacción visible ¿Si o No?. Una vez identificado el material, se colocó una criba en el triturador para tener una abertura apropiada y poder dimensionar las láminas en: (T5mm) y (T10mm).

### Hidrólisis alcalina

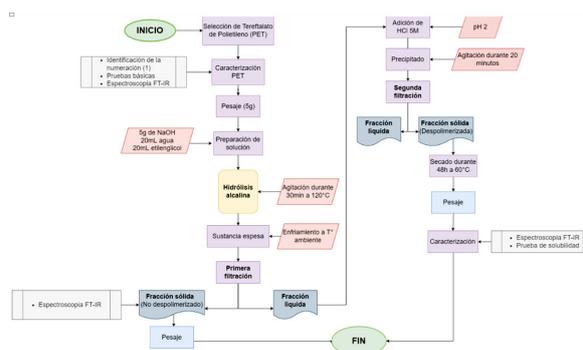


Figura 2. Metodología de la hidrólisis alcalina de PET

5g de plástico, previamente lavado y triturado, se mezcló con 5g de NaOH, 20mL de H<sub>2</sub>O y 20mL de EG (22). La despolimerización se desarrolló dentro de un vaso de precipitación de 250mL completamente hermético, bajo las siguientes condiciones:

Temperatura	Tiempo	Agitación
120°C	30 min	Magnética constante

Tabla 2. Condiciones de reacción

Al final de la reacción, se obtuvo una sustancia espesa color melón (plástico violeta) y color verde (plástico verde). La metodología restante se desarrolló acorde lo estipula el trabajo de Kandasamy et al. (22). Con la diferencia que, para la neutralización se usó HCl 5M y para el secado, se programó la estufa a 60°C durante 48 horas.

### Caracterización

Las muestras sólidas despolimerizadas y las no despolimerizadas se analizaron en el espectrofotómetro. Además, para la prueba de solubilidad es necesario colocar 5mL de cada reactivo en un tubo de ensayo conjuntamente

con 1 g de la muestra obtenida de la hidrólisis. Los cinco reactivos son: agua destilada, etanol, hexano, ácido acético y cloroformo.

### Rendimiento (%)

Se realizaron un total de 16 experimentaciones. El porcentaje de rendimiento se calculó acorde a la siguiente fórmula:

$$\%R = \frac{m^e_{TPA}}{m^t_{TPA}} \times 100 \quad (1)$$

%R = Rendimiento expresada como porcentaje

M<sup>e</sup> TPA= Masa experimental final en gramos de TPA.

M<sup>t</sup> TPA= Masa teórica final en gramos de TPA.

Para 5 gramos de PET usados en la hidrólisis alcalina se espera teóricamente 4,3225g de TPA (23).

### Análisis estadístico

Una vez determinado el porcentaje de rendimiento, se realizó el análisis de varianza, ANOVA, con dos factores (color y tamaño). Conjuntamente con el test de Tukey con un porcentaje de significancia del 5%.

## III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Pruebas básicas de identificación de PET

Test	Test de densidad		Test de Beilstein (Color de la llama)		Test de acetona (Reacción visible)		Test de ácido sulfúrico (Reacción visible)	
	Flota	No flota	Naranja	Verde	Si	No	Si	No
Plástico Verde		✓	✓			✓	✓	
Plástico Violeta		✓	✓			✓	✓	

Tabla 3. Tabla 3. Resultados de las pruebas básicas de identificación de PET.

De acuerdo a los resultados detallados en la Tabla 3. En el Test de densidad, para considerar que una partícula no ha sufrido ningún cambio y/o reacción, la muestra no debe aumentar su tamaño ni debe disolverse con el agua (24). Considerando estos parámetros y atribuyendo a la muestra resultados favorables para el Test de densidad, se estipula que la muestra NO FLOTA. De acuerdo a la tabla 1, la densidad del plástico a hidrolizar es superior a la densidad del agua ( $P_{plástico} > 997 \text{ kg/m}^3$ ), descartando la posibilidad que el material corresponda a: LDPE, HDPE o PP (21).

En el test de Beilstein, se observó una llama naranja, es decir, una reacción negativa. De acuerdo a la teoría, el halógeno presente en los polímeros reacciona con el óxido de cobre (II) dando lugar a la formación de haluros de cobre (II) y al estar en presencia de calor, se forma la llama verde(25). El plástico PVC se elimina como una opción (20).

De igual manera, se rechaza la idea de la presencia de poliestireno (PS) con el Test de acetona, debido a que no se ha evidenciado una reacción o degradación del material. Sin embargo, se obtuvo una reacción positiva en la última prueba; H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



reacciona con el plástico como resultado de la hidrólisis ácida (24). Por lo tanto, se confirma la presencia de PET en la muestra a hidrolizar.

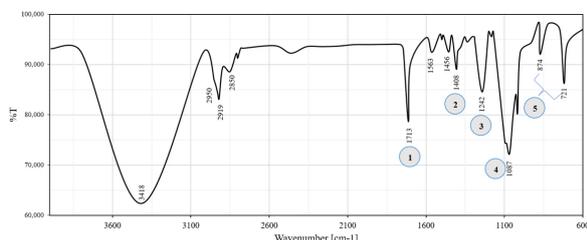


Figura 3. Espectro IR del plástico PET

Región	Banda (cm <sup>-1</sup> )
1	1713
2	1408
3	1242
4	1087
5	874-721

Tabla 4. Bandas del espectro IR de PET

En la figura 3, se aprecia el Espectro IR referente al PET. La banda 1, representan un estiramiento del carbonilo C = O atribuido a las vibraciones de los ésteres saturados (26). En la región 2 se aprecia un pico relacionado con la deformación asimétrica de CH<sub>2</sub> - y segmentos de EG (27), con valores aproximados al trabajo de Silva et al. Además, 3 indica la presencia de la absorción específica de los enlaces del grupo tereftalato (OOC - C<sub>6</sub>H<sub>4</sub> - COO. Estiramiento de los enlaces C-O se encuentran en la región 4.

Los dos picos de la zona 5, corresponden a la vibración =C-H del anillo de benceno. El espectro presentado efectivamente pertenece al PET, y está confirmado por el pico 721 cm<sup>-1</sup> (28), que es atípico para los aromáticos di-sustituidos (860-780) cm<sup>-1</sup> y se debe a la interacción del grupo éster polar y el anillo benceno.

### Análisis infrarrojo de los pigmentos



Figura 4. Pigmento de la fracción NO despolimerizada

Para la identificación de los pigmentos del plástico se recolectó la fracción sólida NO despolimerizada y se procedió con su análisis en el espectrofotómetro infrarrojo.

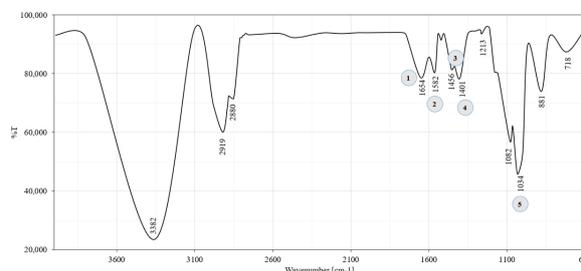


Figura 5. Espectro IR del pigmento verde (Pv)

Región	Banda (cm <sup>-1</sup> )
1	1654
2	1582
3	1456
4	1401
5	1034

Tabla 5. Bandas del espectro IR de Pv

La figura 5 perteneciente al pigmento verde. El espectro IR no detalla una banda pronunciada característica de la unión metal- oxígeno (M-O) en 668 cm<sup>-1</sup>, por lo cual se descarta la presencia de pigmentos inorgánicos (29).

Entre los pigmentos verdes aptos para el uso en alimentos en encuentran las ftalocianinas (Fc) (30). Por lo tanto, la región 1 corresponde al estiramiento C=C. Las vibraciones del anillo de pirrol se encuentran en la banda 2. Los picos intermedios ubicados en 3 y 4 pertenecen al estiramiento C-C y C-N. Al pico 5 se atribuyen vibraciones C-H del anillo de Fc (31).

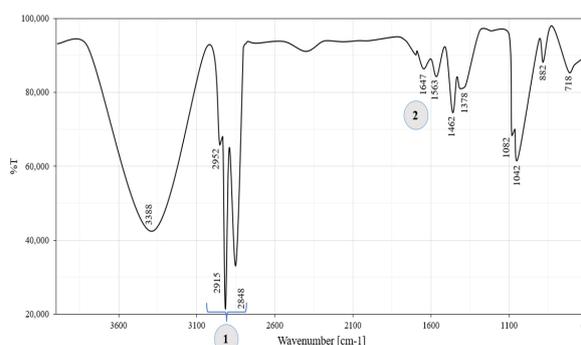


Figura 6. Espectro IR del pigmento violeta (PvI)

Región	Banda (cm <sup>-1</sup> )
1	2800-3300
2	1647

Tabla 6. Bandas del espectro IR de Pvl

Por lo general, los pigmentos inorgánicos son óxidos metálicos (32). Tal como se indicó en la figura anterior, no se evidencia la presencia de una banda perteneciente al enlace entre M-O. Por ello, la figura 6 no pertenece a un pigmento inorgánico. Sin embargo, la la quinacridona (QA) es el pigmento orgánico comunmente usado por la industria de los plásticos (33).

En la banda 1, se presenta bandas de absorción correspondientes a modos de estiramiento C-H y N-H de la QA (34). Además, para la banda 2 se asigna el estiramiento C=O del esqueleto de QA(35) con un valor muy cercano al presentado en el trabajo de Imura et al.

### Rendimiento

El rendimiento promedio de la reacción para cada color y tamaño de partícula se muestran en la tabla 7.

COLOR	TAMAÑO	
	5mm	10mm
Violeta	95,904%	89,950%
Verde	96,346%	92,995%

Tabla 7. Rendimiento promedio de la hidrólisis

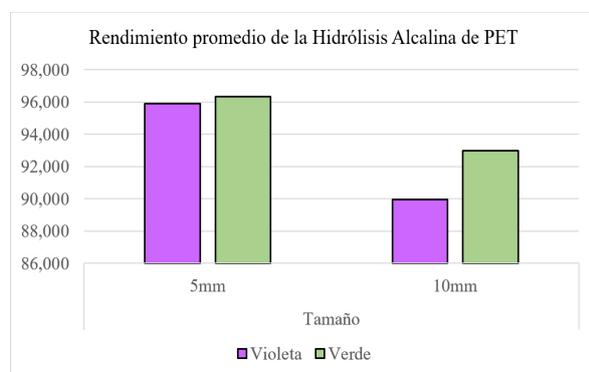


Figura 7. Diagrama de barras del porcentaje de rendimiento de la hidrólisis alcalina.

### Análisis Estadístico

Para el estudio estadístico se empleó un

análisis Anova de dos factores, considerando las variables de clasificación: color, tamaño e interacción entre ellas, el rendimiento como la variable dependiente.

Variable	N	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> Aj	CV
%Rendimiento	16	0,90	0,88	1,03

Cuadro de Análisis de la Varianza (SC tipo III)					
F.V.	SC	gl	CM	F	p-valor
Modelo	105,46	3	35,15	38,02	<0,0001
Color	12,19	1	12,19	13,18	0,0034
Tamaño	86,47	1	86,47	93,52	<0,0001
Color*Tamaño	6,80	1	6,80	7,36	0,0189
Error	11,10	12	0,92		
Total	116,56	15			

Figura 8. Análisis Anova

Para el análisis Anova detallado en la figura 8, las tres condiciones establecidas para el modelo estadístico (color, tamaño e interacción) obtienen un valor R<sup>2</sup> de 0,9. El p-valor de las tres variables es inferior a 0,05. Demostrando que sí existe diferencias estadísticamente significativas entre las dos variables incluida la interacción. Por lo cual, se acepta la hipótesis alterna (investigador) y se rechazan las hipótesis nulas. Al menos, una de las medias es distinta de cero.

### Test Tukey

Test:Tukey Alfa=0,05 DMS=1,04755					
Error: 0,9246 gl: 12					
Tamaño Medias n E.E.					
10mm	91,48	8	0,34	A	
5mm	96,12	8	0,34	B	
Medias con una letra común no son significativamente diferentes (p > 0,05)					
Test:Tukey Alfa=0,05 DMS=2,01866					
Error: 0,9246 gl: 12					
Color Tamaño Medias n E.E.					
violeta	10mm	89,95	4	0,48	A
verde	10mm	93,00	4	0,48	B
violeta	5mm	95,90	4	0,48	C
verde	5mm	96,35	4	0,48	C
Medias con una letra común no son significativamente diferentes (p > 0,05)					

Figura 9. Test Tukey

En la figura 9 se aprecian diferencias significativas entre T5mm y T10mm. Además, en cuanto al cuadro correspondiente a la interacción de variables, entre los grupos: A, B y C también existen diferencias estadísticamente significativas. Sin embargo, entre violeta T5mm y verde T5mm no existe diferencia debido a que las medias registradas en el Test Tukey coinciden el grupo C.

En la tabla 7 se describe el rendimiento promedio



obtenido de la hidrólisis alcalina del PET. De acuerdo, a los resultados obtenidos en el análisis estadístico Anova y el test Tukey. Entre los factores que intervienen en el porcentaje de rendimiento se encuentra el color del plástico, así como el tamaño de partícula.

A medida que el tamaño del material disminuye, el rendimiento de la hidrólisis aumenta. En consecuencia, el rendimiento más bajo corresponde al plástico violeta **T10mm** con un valor de 89,950%. El mejor rendimiento es para plástico verde **T5mm** con porcentaje de 96.346%. Este fenómeno se debe a la velocidad de reacción de la hidrólisis alcalina es proporcional al área superficial de la partícula. En otras palabras, el plástico con un área superficial alta permite una reacción directa entre NaOH y el plástico PET (17).

De acuerdo al trabajo desarrollado por Fonseca et al. La hidrólisis alcalina con NaOH sigue el modelo de núcleo en contracción debido a que la reacción ocurre únicamente en la superficie externa de las partículas(36). A pesar de que se obtienen mejores rendimientos con tamaños de partícula bajos, se debe tener cuidado con los polvos debido a que son complicados de manejar. Sobre todo, en la actualidad la micronización de polímeros no es habitual en el campo industrial (19).

Los pigmentos orgánicos de las figuras 5 y 6 han sido incorporados en los plásticos del estudio. Pigmentos orgánicos como: ftatocianina, antraquinona y quinacridona presentan carbonos electrofílicos en sus estructuras moleculares, lo que afecta y limita la posibilidad de un ataque directo por parte del hidróxido (nucleófilo) sobre los carbonos electrofílicos en la molécula de PET. Por lo tanto, estas especies químicas contribuyen a la reducción de la pureza del TPA, así como en el rendimiento (37).

Se puede llegar a considerar que los pigmentos presentes de estos plásticos actúan como un inhibidor, afectando de esta manera el porcentaje de rendimiento. También es importante señalar que, acorde a los resultados obtenidos en el análisis estadístico Anova y el test Tukey. Si se trabaja con aquellas interacciones en las que no se han presentado diferencias significativas, no se obtendrán porcentajes de rendimiento que difieran relativamente entre ellos.

### Caracterización del ácido tereftálico

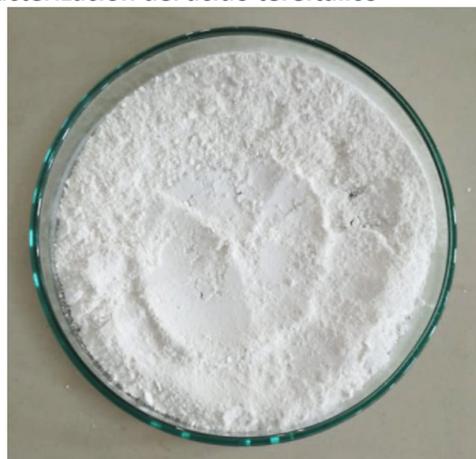


Figura 10. Ácido Tereftálico

El ácido tereftálico es un compuesto químico que posee una solubilidad extremadamente baja y su reactividad es aún más lenta(38). Es por tanto que, en cuanto a la prueba de solubilidad, se observó que con los solventes orgánicos y con el agua destilada se dio la formación dos fases.

El ácido tereftálico es muy poco soluble en compuestos orgánicos y aumenta su solubilidad lentamente con el aumento de la temperatura. La solubilidad en agua a 25°C es de 0.0017gTPA/100g de solvente mientras que a 200°C es de 1,7 gTPA/100g de solvente (39). Los ácidos dicarboxílico no son líquidos a temperatura ambiente.

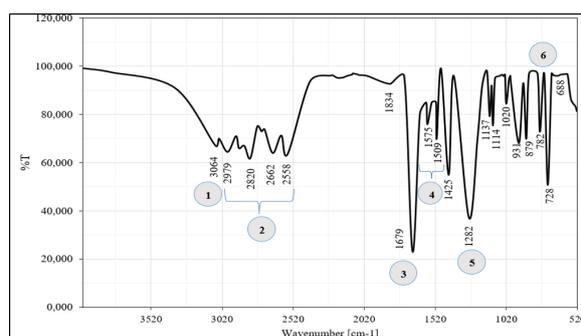


Figura 11. Espectro FT-IR del TPA

Región	Banda (cm <sup>-1</sup> )
1	3064
2	2979-2820-2662-2558
3	1679
4	1575-1509
5	1282
6	782

Tabla 8. Bandas del espectro IR de TPA

En la figura 11 se detalla grupos funcionales característicos del TPA. La región **1**, se evidencia un grupo aromático fuerte. De igual manera, un aromático es evidente en el pico **5**. Se incorpora la zona **2** para las bandas -OH de ácidos carboxílicos. El pico inherente y característico TPA se observa en **3**, con una banda de estiramiento C=O del carboxilo (40). La banda **4** simboliza una sustitución 1-4 correspondiente al anillo aromático (23), los cuales son valores próximos a los registrados en el estudio de Čaťa et al. Por último, la banda específica para anillos de benceno "para-sustituidos" se ubica en **6**.

## V. CONCLUSIONES

Para las dos pruebas de identificación del plástico, siguiendo el diagrama presentado en la presente investigación, se descartó cualquier tipo de plástico que no sea el tereftalato de polietileno. Con el test de Beilstein se apreció una llama naranja y la formación de un precipitado

blanco con el ácido sulfúrico. Con en análisis IR, se encontró un pico muy representativo que se observa a  $1242\text{ cm}^{-1}$  el cual representa al grupo tereftalato.

El rendimiento máximo corresponde al plástico verde **T5mm**. El tamaño de partícula del plástico influye significativamente en el porcentaje de rendimiento de la hidrólisis alcalina. Para obtener mejores resultados es necesario trabajar con un tamaño mínimo, además de elegir preferentemente plásticos transparentes. Los resultados obtenidos, tanto por espectroscopia FT IR como por pruebas de solubilidad, mostraron que el producto final de despolimerización es el ácido tereftálico, siendo este uno de los principales monómeros del PET.

## V. AGRADECIMIENTOS

Los autores están profundamente agradecidos por la apertura de los laboratorios de la ESPOCH para poder realizar la investigación y análisis del presente trabajo.

## V. REFERENCIAS

1. Aryan V, Maga D, Majgaonkar P, Hanich R. Valorisation of polylactic acid (PLA) waste: A comparative life cycle assessment of various solvent-based chemical recycling technologies. *Resour Conserv Recycl* [Internet]. 2021;172:105670. Available from: 10.1016/j.resconrec.2021.105670
2. Chaudhari US, Lin Y, Thompson VS, Handler RM, Pearce JM, Caneba G, et al. Systems Analysis Approach to Polyethylene Terephthalate and Olefin Plastics Supply Chains in the Circular Economy: A Review of Data Sets and Models. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering* [Internet]. 2021;9(22):7403–21. Available from: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c08622>
3. Davidson MG, Furlong RA, McManus MC. Developments in the life cycle assessment of chemical recycling of plastic waste – A review. *J Clean Prod* [Internet]. 2021;293:126163. Available from: 10.1016/j.jclepro.2021.126163
4. Steensgaard I, Syberg K, Rist S, Hartmann N, Boldrin A, Hansen SF. From macro- to microplastics - Analysis of EU regulation along the life cycle of plastic bags. *Environ Pollut* [Internet]. 2017 May 1 [cited 2021 Sep 6];224:289–99. Available from: 10.1016/J.ENVPOL.2017.02.007
5. Xanthos D, Walker TR. International policies to reduce plastic marine pollution from single-use plastics (plastic bags and microbeads): A review. *Mar Pollut Bull* [Internet]. 2017 May 15 [cited 2021 Sep 6];118(1–2):17–26. Available from: 10.1016/J.MARPOLBUL.2017.02.048
6. Frigione M. Recycling of PET bottles as fine aggregate in concrete. *Waste Manag* [Internet]. 2010;30(6):1101–6. Available from: 10.1016/j.wasman.2010.01.030
7. Langer E, Bortel K, Waskiewicz S, Lenartowicz-Klik M. Methods of PET Recycling [Internet]. Plasticizers Derived from Post-Consumer PET. 2020. 127–171 p. Available from: 10.1016/b978-0-323-46200-6.00005-2
8. Rezazadeh A, Thomsen K, Gavala HN, Skiadas I V., Fosbøl PL. Solubility and Freezing Points of Disodium Terephthalate in Water-Ethylene Glycol Mixtures. *J Chem Eng Data* [Internet]. 2021;66(5):2143–52. Available from: 10.1021/acs.jced.1c00052



9. Tessnow-von Wysocki I, Le Billon P. Plastics at sea: Treaty design for a global solution to marine plastic pollution. *Environ Sci Policy* [Internet]. 2019;100(February):94–104. Available from: 10.1016/j.envsci.2019.06.005
10. Chirayil C, Mishra R, Thomas S. Materials Recovery, Direct Reuse and Incineration of PET Bottles. In: Thomas S, Vasudeo Rane A, Kanny K, VK A, Thomas MG, editors. *Recycling of Polyethylene Terephthalate Bottles*. Andrew, Wil. Kalara: Elsevier Inc.; 2018. p. 37–60.
11. Kawai K, Tasaki T. Revisiting estimates of municipal solid waste generation per capita and their reliability. *J Mater Cycles Waste Manag* 2015 181 [Internet]. 2015 Feb 5 [cited 2021 Sep 6];18(1):1–13. Available from: 10.1007/S10163-015-0355-1
12. Sardon H, Dove AP. Plastics recycling with a difference. *Science* (80- ) [Internet]. 2018;360(6387):380–1. Available from: 10.1126/science.aat4997
13. Chinchillas-Chinchillas MJ, Gaxiola A, Alvarado-Beltrán CG, Orozco-Carmona VM, Pellegrini-Cervantes MJ, Rodríguez-Rodríguez M, et al. A new application of recycled-PET/PAN composite nanofibers to cement-based materials. *J Clean Prod* [Internet]. 2020;252. Available from: 10.1016/j.jclepro.2019.119827
14. Ragaert K, Delva L, Van Geem K. Mechanical and chemical recycling of solid plastic waste. *Waste Manag* [Internet]. 2017;69:24–58. Available from: 10.1016/j.wasman.2017.07.044
15. Li S, Cañete I, Järvinen M, Seemann M. Polyethylene terephthalate (PET) recycling via steam gasification – The effect of operating conditions on gas and tar composition. *Waste Manag* [Internet]. 2021;130:117–26. Available from: 10.1016/j.wasman.2021.05.023
16. Yoshioka T, Masaki Ota, Okuwaki A. Conversion of a Used Poly(ethylene terephthalate) Bottle into Oxalic Acid and Terephthalic Acid by Oxygen Oxidation in Alkaline Solutions at Elevated Temperatures. *Ind Eng Chem Res* [Internet]. 2003 Feb 19 [cited 2021 Sep 7];42(4):675–9. Available from: 10.1021/IE010563Z
17. Bhogle C, Pandit A. Ultrasound-Assisted Alkaline Hydrolysis of Waste Poly(Ethylene Terephthalate) in Aqueous and Non-aqueous Media at Low Temperature. *Indian Chem Eng* [Internet]. 2018;60(2):122–40. Available from: 10.1080/00194506.2017.1310634
18. Damayanti, Wu HS. Strategic possibility routes of recycled pet. *Polymers (Basel)* [Internet]. 2021;13(9):1–37. Available from: 10.3390/polym13091475
19. Ügdüler S, Van Geem KM, Denolf R, Roosen M, Mys N, Ragaert K, et al. Towards closed-loop recycling of multilayer and coloured PET plastic waste by alkaline hydrolysis. *Green Chem* [Internet]. 2020;22(16):5376–94. Available from: 10.1039/d0gc00894j
20. Canevarolo S V. Experiments in Polymer Science. *Polym Sci* [Internet]. 2019;281–336. Available from: 10.3139/9781569907269.010
21. Alaerts L, Augustinus M, Van Acker K. Impact of bio-based plastics on current recycling of plastics. *Sustain* [Internet]. 2018;10(5). Available from: 10.3390/su10051487
22. Kandasamy S, Subramaniyan A, Ramasamy G, Ahamed AR, Manickam N, Dhandapani B. Study of alkaline hydrolysis of post consumed polyethylene terephthalate waste. *AIP Conf Proc* [Internet]. 2020;2240(May). Available from: 10.1063/5.0011020
23. Căta A, Ștefănuț MN, Ienașcu IMC, Tănăsie C, Miclău M. Alkaline Hydrolysis of Polyethylene Terephthalate Under Microwave Irradiation. *Rev Roum Chim* [Internet]. 2017;62(7):531–8.
24. Braun D. *Simple Methods for the Identification of Plastics* [Internet]. 5th ed. München: Hanser Publications; 2013. Available from: <https://doi.org/10.3139/9781569905425.fm>
25. Lamarque A, Zygodlo J, Labuckas D, López L, Torre M, Maestri D. *Fundamentos Teórico-Prácticos de Química Orgánica* [Internet]. 1st ed. Lamarque, A Maestri D, editor. Córdoba: Editorial Encuentro; 2008. 94 p.

26. Jung MR, Horgen FD, Orski S V., Rodriguez C. V, Beers KL, Balazs GH, et al. Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms. *Mar Pollut Bull* [Internet]. 2018;127(December 2017):704–16. Available from: 10.1016/j.marpolbul.2017.12.061
27. Silva E, Fedel M, Deflorian F, Cotting F, Lins V. Properties of post-consumer polyethylene terephthalate coating mechanically deposited on mild steels. *Coatings* [Internet]. 2019;9(1). Available from: 10.3390/coatings9010028
28. Dos Santos A, Da Silva M, Lima É, Dos Santo P, Tommasini F. Processing and characterization of PET composites reinforced with geopolymer concrete waste. *Mater Res* [Internet]. 2017;20:411–20. Available from: 10.1590/1980-5373-MR-2017-0734
29. Gražėnaitė E. Inorganic green pigments : investigation of historical and synthesis of novel [Internet]. Vilna; 2018.
30. Chirayil T, Rediske J. Impact of pigments on the dimensional stability of plastics [Internet]. Annual Technical Conference - ANTEC, Conference Proceedings. 2016.
31. Zhao Z, Fan J, Xie M, Wang Z. Photo-catalytic reduction of carbon dioxide with in-situ synthesized CoPc/TiO<sub>2</sub> under visible light irradiation. *J Clean Prod* [Internet]. 2009;17(11):1025–9. Available from: 10.1016/j.jclepro.2009.02.016
32. Speight JG. Industrial Inorganic Chemistry [Internet]. Speight JG, editor. Environmental Inorganic Chemistry for Engineers. Butterworth-Heinemann; 2017. 111–169 p. Available from: 10.1016/b978-0-12-849891-0.00003-5
33. Harris R. A Primer on Colorful Additives. In: Harris R, editor. Coloring Technology for Plastics [Internet]. 1st ed. Georgia; 1999. p. 1–12. Available from: 10.1016/b978-188420778-5.50002-4
34. Yuyama K, Sugiyama T, Asahi T, Ryo S, Oh I, Masuhara H. Nanoparticle preparation of quinacridone and  $\beta$ -carotene using near-infrared laser ablation of their crystals. *Appl Phys A Mater Sci Process* [Internet]. 2010;101(4):591–6. Available from: 10.1007/s00339-010-5922-7
35. Imura, Y Yamashita, y Senju, T Mizuguchi J. Crystal Structure of a Quinacridone Pigment-precursor and its Regeneration Process. *Revista de la Sociedad de imágenes de Japón* [Internet]. 2005 Apr;138–42. Available from: <https://doi.org/10.11370/isj.44.138>
36. Wang ML, Vivekanand PA, Yu MC. Hydrolysis of 4-methoxyphenylacetic acid butyl ester under liquid-liquid biphasic phase transfer condition and their kinetics. *J Taiwan Inst Chem Eng*. 2012 Mar;43(2):207–14. Available from: 10.1016/j.jtice.2011.10.005
37. Dos Santos C, Gonçalves A, Cintra A, Da Silva L, Rossi A, Oliveira H, et al. Processo de reciclagem química de PET em meio alcalino: efeito da concentração do íon hidróxido, da cor do PET e do tempo de reação. *Matéria (Rio Janeiro)* [Internet]. 2018;23(4). Available from: 10.1590/s1517-707620180004.0566
38. Lamboune R, Strivens T. Organic film formers. In: Woodhead Publishing, editor. Paint and Surface Coatings - Theory and Practice [Internet]. 2nd ed. 1999. p. 19–90. Available from: 10.1533/9781855737006.19
39. Chrobok A, Matuszek K, Pankalla E, Grymel A, Latos P. Studies on the Solubility of Terephthalic Acid in Ionic Liquids. *Mod Electrochem 1* [Internet]. 2019;601–767. Available from: 10.1007/0-306-46909-x\_5
40. Singh S, Sharma S, Umar A, Mehta SK, Bhatti MS, Kansal SK. Recycling of Waste Poly(ethylene terephthalate) Bottles by Alkaline Hydrolysis and Recovery of Pure Nanospindle-Shaped Terephthalic Acid. *J Nanosci Nanotechnol* [Internet]. 2018;18(8):5804–9. Available from: 10.1166/jnn.2018.15363



# ANÁLISIS DEL PATRÓN DE FLUJO DE UN LECHO FLUIDIZADO UTILIZANDO DISEÑOS ALTERNATIVOS DE PLATOS DE DISTRIBUCIÓN DE AIRE

## Fluidized bed flow pattern analysis using alternative air distribution plate designs

iD	<sup>1</sup> Alejandro Delgado Araujo
iD	<sup>1</sup> Gilda Gordillo Vinueza*
iD	<sup>1</sup> Humberto González Gavilánez
iD	<sup>1</sup> Jorge Santamaría Carrera
iD	<sup>2</sup> Edison García Narváez
iD	<sup>2</sup> Rita Delgado Araujo

<sup>1</sup> Universidad Central del Ecuador, Facultad de Ingeniería Química/ Facultad de Ingeniería y Ciencias Aplicadas/ Facultad de Ingeniería Química, Quito, Ecuador.

<sup>2</sup> Investigador independiente, Quito, Ecuador

\* [gggordillo@uce.edu.ec](mailto:gggordillo@uce.edu.ec)

### RESUMEN

Fluidización es una operación unitaria ampliamente utilizada en la industria farmacéutica, que engloba el mezclado, secado, granulado y recubrimiento, por la versatilidad en el manejo de patrones del flujo de aire aplicados en granuladores con diferentes platos de distribución. En esta investigación se diseñó y construyó platos de distribución de aire, con la finalidad de potenciar el correcto funcionamiento de los lechos fluidizados por modificación de patrones de flujo.

Diseñando varios platos, desde el más simple; el distribuidor axial de orificios hasta el más sofisticado; el de torbellino. Para el modelado se empleó un programa de diseño

CAD y para la fabricación una impresora 3D. Al analizar la incidencia del funcionamiento de los platos en la generación de los patrones de flujo y la relación con partículas de diferente tamaño, forma y comportamiento de acuerdo a la clasificación de Geldart.

Los platos que mostraron mejores características en las diferentes operaciones fueron los que presentaron un efecto de flujo combinado entre tipo axial, radial y rotacional. Verificándose que el patrón de flujo con mejores características es el que causa un efecto rotacional sobre las partículas.

**Palabras Clave:** Fluidización, Granulador, Placa de distribución de aire, Patrón de flujo.

### ABSTRACT

Fluidization is a unit operation widely used in the pharmaceutical industry, which encompasses mixing, drying, granulating and coating, due to the versatility in handling air flow patterns applied in granulators with different distribution plates. In this research air distribution plates were designed and built, in order to enhance the correct operation of fluidized beds by modifying flow patterns. Obtaining various designs of plates, from the simplest; the axial distributor of orifices up to the most sophisticated; the whirlwind. A CAD design program was used for modeling and a 3D printer for manufacturing.

When analyzing the incidence of the operation of the plates in the generation of flow patterns and the relationship with particles of different size, shape and behavior according to Geldart's classification, the plates that showed better characteristics in the different operations were those that presented a combined flow effect between axial, radial and rotational type, verifying that the flow pattern with better characteristics is the one that causes a rotational effect on the particles.

**Keywords:** *Fluidized Bed, Granulator, Air Distribution Plate, Flow Pattern.*

## I. INTRODUCCIÓN

La *fluidización* es un proceso por el cual una corriente ascendente de fluido (líquido, gas o ambos) se utiliza para suspender partículas sólidas con una turbulencia determinada. Dentro de este *fenómeno físico*, se enfatiza que en la fluidización de sólidos empleando un gas, se observa que las partículas se fluidizan cuando un gas que fluye hacia arriba presenta una fuerza de arrastre lo suficientemente alta como para superar la fuerza de gravedad descendente. La fuerza de arrastre es una clase de fuerza de fricción y presión impuesta por el gas sobre la partícula; la partícula presenta una fuerza de arrastre igual y opuesta sobre el gas. Este efecto es mínimo para las partículas esféricas, pero la influencia de la fuerza de arrastre es más significativa para las partículas de forma irregular (1). Además, se puede vislumbrar que entre las fases sólida y fluido (gas) aumentan considerablemente las tasas de transferencia de cantidad de movimiento, calor y masa, así es que se puede corroborar que los procesos de mezclado por este método son casi instantáneos. Por lo tanto, un *lecho fluidizado* nos permite conseguir altas tasas de transferencia al procesar un material y así obtener un producto terminado con mejores características, bajo consumo energético, escalabilidad y menor tiempo de proceso.

La fluidización tiene amplias aplicaciones

industriales, siendo el caso más conocido en la industria de refinación de petróleo; en el proceso de craqueo catalítico (2). En las últimas décadas la fluidización se está aplicando en otras industrias, tal es el caso de la industria farmacéutica que aplica estas tecnologías de granulación de lecho fluidizado (3).

Los *granuladores de lecho fluidizado* utilizados en la industria farmacéutica son equipos constituidos principalmente de un procesador FBG (Fluidized Bed Granulator) equipado con una unidad de manejo de aire, una o dos boquillas atomizadoras de fluido, platos de distribución de aire y una bomba peristáltica. Permitiendo realizar un proceso de granulación de polvos y excipientes que se fijan en un aglomerado por el efecto de la fluidización con un gas calentado y que se unen mediante gotas de sustancias ligantes originadas en la boquilla de atomización de dos fluidos (4), mejorando las propiedades mecánicas y de transporte de masa (difusión) del principio activo; ya que las partículas fabricadas prometen presentar buena fluidez, compresibilidad y hacen que el espesor de recubrimiento de los gránulos sea más homogéneo, acortando substancialmente los tiempos de producción (5).

Por ende, se recalca la gran importancia de tener un buen diseño de la cámara de fluidización, enfatizando en esta investigación que uno de los componentes más importantes es el plato

de distribución de aire con el objetivo de contribuir al mejoramiento del desempeño del granulador farmacéutico de lecho fluidizado. Para su versatilidad se ha adaptado diferentes diseños de platos de distribución de aire, evaluándolos mediante los perfiles de flujo generados.

La viabilidad del uso de los diseños de platos de fluidización propuestos y desarrollados en esta investigación tienen un análisis enfocado principalmente en los patrones de flujo de aire obtenidos con cada diseño alternativo de plato de distribución de aire, aplicando diferentes tipos de partículas en base al criterio de clasificación de polvos de Geldart, como también otros factores como son velocidad de aire, temperatura y presión de operación que se manejan dentro de la cámara de fluidización (6). Si bien, el propósito principal de un plato de distribución de aire es proporcionar una distribución uniforme del gas en el lecho fluidizado, un buen funcionamiento implica también una menor caída de presión posible con el objetivo de minimizar el consumo de energía, en el diseño también se debe tener en cuenta el desgaste de las partículas, la erosión del recipiente y los componentes internos y las limitaciones mecánicas; expansión térmica, hundimiento del lecho durante paradas de emergencia, entre otras (7).

### 1.1 PROCESO DE GRANULACIÓN

Un granulador de lecho fluidizado consta de una cámara de fluidización donde se realiza una determinada operación. A la cámara se le alimenta aire que ha sido previamente acondicionado en lo que se refiere a temperatura, humedad, contenido de impurezas y calidad del aire (8). Este módulo de acondicionamiento de aire se le llama AHU por sus siglas en inglés Air Handling Unit. Adicionalmente, en este módulo se incluyen para

la eliminación de bacterias y otros patógenos en aire, filtros HEPA (High Efficiency Particulate Arrestance) (9).

A la cámara de fluidización se alimenta una solución ligante para provocar que las partículas en movimiento se peguen entre sí y formen el granulado, para la dosificación del ligante se usa una bomba peristáltica (10). En la parte superior interna de la cámara de fluidización se encuentran un juego de filtros de mangas que impide que salgan los polvos finos farmacéuticos al ambiente; así como también, en la salida de la cámara de fluidización existe otro sistema de filtración adicional. Esto se debe a motivos de seguridad ya que los polvos finos farmacéuticos tienen una alta probabilidad de producir problemas de salud, daños ambientales y biológicos, razón por la cual, deben ser retenidos utilizando este tipo de sistema de filtros (11).

La Figura 1 muestra un diagrama de proceso típico donde se observan todos los componentes de un granulador farmacéutico. El soplador insufla aire sobre la cámara de fluidización, lo cual hace que trabaje a presión positiva. Sin embargo, la industria farmacéutica prefiere a presión negativa debido a que nunca se debe descargar los principios activos y excipientes al cuarto de operación donde se ubica el granulador y de este modo se minimiza el riesgo químico que presenta el material particulado al ser inhalado por los operarios.

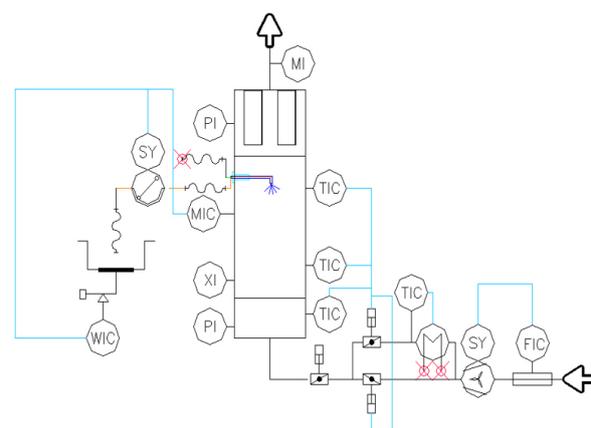


Figura 1. P&ID de un granulador farmacéutico de laboratorio

### 1.2 TIPOS DE PLATOS DE DISTRIBUCIÓN DE AIRE

Existen varios tipos de platos que se han desarrollado en la industria de procesos entre los que tenemos: el axial perforado, por borboteo (Wurster), el inclinado y torbellino o rotacional

con diferentes diseños (12). Cada uno de estos tipos de plato, define un patrón de flujo característico y son medianamente efectivos de acuerdo con el tipo de operación y material a fluidizar. Actualmente los fabricantes están desarrollando platos universales; es decir, que muestran buen funcionamiento en las diferentes operaciones.

El plato axial perforado fue el diseño original cuando se desarrollaron los primeros lechos fluidizados. En este plato, el aire pasa a través de él en forma transversal. La configuración de las perforaciones puede ser triangular o rectangular y raramente se puede ver en forma circular como se muestra en la Figura 2 (a).

El plato de distribución por borboteo (Wurster) se utiliza principalmente para recubrimiento del granulo. Presenta un patrón de flujo característico como se puede ver en la Figura 2 (b). Dentro de la cámara de fluidización se coloca un tubo de borboteo, donde también se localiza la boquilla de recubrimiento por el fondo de la cámara. Este tubo permite tener dos regiones donde se puede variar el diferencial de presión entre el interior y exterior del tubo de borboteo. Debido a este diferencial se tiene un transporte de masa cíclico. Las perforaciones en el plato de distribución son circulares con orificios de diferentes tamaños para tener diferentes gradientes de velocidad y un diferencial de presión que permita el patrón de flujo deseado.

En los platos radiales con inclinación, al cambiar el ángulo que se suministra el aire a la cámara también cambia el patrón de flujo. La alimentación axial tiene el inconveniente que consume más potencia comparando con los otros tipos de platos de nueva generación, además, es difícil de controlar. Al fijar un ángulo diferente a 90 grados, por ejemplo, como se muestra en la Figura 2 (c), el ángulo es de 45 grados respecto a un eje horizontal radial. Esta configuración presenta un patrón similar al de borboteo (Wurster) (13), entonces los platos de distribución de gas se desarrollaron con modificación del ángulo de soplado de aire, mejorando así la tasa de recirculación.

Existen una gran variedad de configuraciones de platos tipo torbellino como se muestra en la Figura 2 (d). El plato tipo torbellino o toroidal, tiene la característica de crear movimientos giratorios en el lecho, es decir un efecto rotacional sobre las

líneas de corriente de aire que se inyectan ya sea por el ingreso por múltiples entradas tangenciales en la parte inferior del lecho creando remolinos de aire o utilizando distribuidores de aire tipo paletas anulares creando fluidización juntamente con remolinos (14). De esta manera, se asegura que las partículas que se encuentren en la cámara tengan un mayor tiempo de residencia (15).

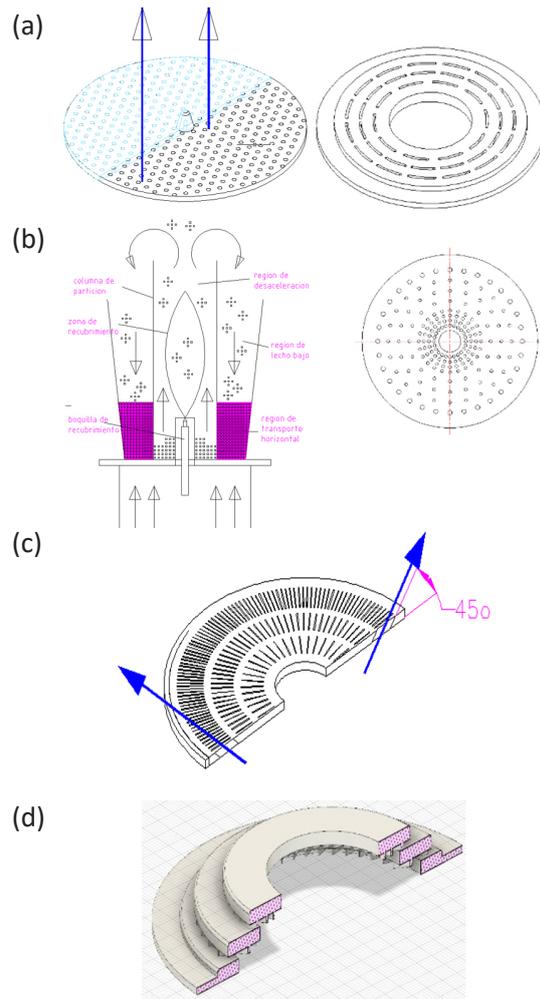


Figura 2. Tipos de platos de distribución de aire: (a) Plato axial: perforaciones y dirección del flujo, (b) Plato de distribución Wurster y patrón de flujo, (c) con ángulo de inclinación de 45o, y (d) tipo torbellino.

### 1.3 CONFIGURACIÓN GEOMÉTRICA PARA EL DISEÑO DE PLATOS DE DISTRIBUCIÓN

El diseño de los platos de distribución de gas, está en función de su configuración geométrica, desde el número de orificios, distribución de orificios y diámetro de los orificios que contenga un plato, enfocado en el balance adecuado de estos parámetros para generar un flujo uniforme, constante y eficiente del gas para mantener en fluidización a las partículas en la cámara,

minimizando las caídas de presión y evitando la destrucción de las partículas especialmente las más delicadas en concordancia con la clasificación de partículas de Geldart (16). Si la caída de presión en la cámara es demasiado baja, la aerodinámica del lecho determinará el flujo de gas y el gas se distribuirá mal. Esto se debe a que el movimiento de los sólidos y el gas en un lecho fluidizado se compone de remolinos y torbellinos caóticos, y tal movimiento podría crear un camino de menor resistencia para el gas o fluido entrante (17).

El diseño de estos dispositivos se desarrolló considerando los siguientes parámetros: (a) ángulo que forman las líneas de corriente de aire en la descarga del plato con respecto a la horizontal:  $0 < \alpha < 90$ , (b) geometría de las ranuras:

radial, circular y cuadrícula, (c) números de ranuras: N, (d) ángulo de soplado de aire:  $0 < \beta < 90$ , y (e) área efectiva de flujo o área abierta (18).

#### 1.4 TIPOS DE CÁMARAS DE FLUIDIZACIÓN

La configuración geométrica de la cámara como también la ubicación de la boquilla de atomización juegan un papel importante en el rendimiento de las operaciones del procesador de lecho fluidizado como: mezclado, secado, granulación y recubrimiento (19). A más del tipo de plato en análisis se debe considerar la ubicación de la boquilla de atomización para las operaciones de granulación y recubrimiento (20). La Tabla 1 resume los tipos de configuración de cámaras de fluidización.

Configuración del proceso	Ubicación de la boquilla	Tipo de proceso	Típica operación
Atomización Wurster (borboteo) / fondo	En la placa de fluidización con la atomización dirigida hacia arriba en corriente paralela con el flujo de partículas de baja densidad	carga discontinuo	recubrimiento o granulación
Atomización superior	Arriba de la cámara de fluidización con la atomización dirigida hacia abajo en contracorriente con el flujo de partículas	carga discontinuo	granulación
Atomización tangencial (rotatoria)	Ubicado lateralmente con la atomización dirigida tangencialmente con el flujo de partículas de alta densidad	carga discontinuo	granulación
Atomización tangencial (estática)	En el plato de distribución de aire con atomización dirigida diagonalmente en corriente paralela con respecto al flujo de partículas de alta densidad.	carga discontinuo	granulación

Tabla 1. Diferentes configuraciones cámara de granulación.

#### 1.5 CARACTERIZACIÓN DE LA PARTÍCULA

En la naturaleza, las partículas rara vez se presentan homogéneas en su tamaño, forma, densidad y morfología, por lo tanto, es necesario trabajar con valores representativos para garantizar la veracidad de los valores experimentales. Consecuentemente las partículas que son utilizadas en estudios de fenómenos de fluidización es recomendable caracterizar parámetros tales como esfericidad y diámetro de partícula (21).

La esfericidad ( $\phi$ ) de una partícula, es la medida geométrica más útil que nos permite caracterizar la forma de las partículas, determinando cuanto difiere o se aproxima dicha partícula a la forma esférica y se define como la relación entre

superficie de la esfera y superficie de la partícula para el mismo volumen ocupado, como se expresa en la ecuación (1).

$$\phi = \frac{S_{sp}}{S_p} \quad (1)$$

Donde:

$\Phi$ , esfericidad

$S_{sp}$ , superficie de la esfera

$S_p$ , superficie de la partícula

Si el valor de la esfericidad es más cercano a 1, entonces la partícula tiende a tener forma esférica, y aquellas que se alejan más de 1 tienden

a tener formas más irregulares.

El diámetro o tamaño de partícula es el tamaño representativo o equivalente que se le puede definir a una partícula de una forma determinada y está relacionada con la esfericidad de la misma. Dependiendo del tamaño de la partícula hay varias maneras de definir este parámetro (22).

## 1.6 PATRONES DE FLUJO

El estudio de un flujo bifásico de sólidos en gases, se caracteriza por el flujo de gases con sólidos en suspensión. Este tipo de flujo es fundamental para muchos procesos industriales como el transporte neumático, el control de la contaminación por partículas, la combustión de carbón pulverizado, el secado de productos alimenticios, el granallado, el recubrimiento por arco de plasma y el mezclado en lecho fluidizado (23). Cabe mencionar que estos tipos de sistemas gas-sólido presentan dos tipos de flujos generales que son los flujos diluidos y densos. Un flujo diluido es un flujo de partículas de gas en el que el movimiento de las partículas está controlado por las fuerzas de arrastre y elevación de la partícula. En un flujo denso, el movimiento de las partículas está controlado principalmente por colisiones entre partículas.

Otra característica importante de los flujos de gas-sólido, es la interacción entre fases. Si el gas afecta al movimiento y a la temperatura de las partículas, pero las partículas no cambian la velocidad del gas o los campos de flujo térmico, entonces el flujo es unidireccional. Por otro lado, si hay una interacción mutua entre las fases, el flujo se acopla en dos sentidos (24).

La Figura 3 muestra los diferentes tipos de flujo que se pueden formar, esto depende tanto de la geometría de la cámara, del diseño del plato, del comportamiento del material particulado a procesar así como también, de las condiciones de proceso. Cuando el caudal es mínimo, apenas se puede ver que las partículas comienzan a fluidizar; por otro lado, una cama burbujeante se produce debido a la presencia de partículas grandes como son los granos. Sin embargo, este tipo de comportamiento de los polvos se ve principalmente en platos perforados (axiales), claro que también dependen de la naturaleza del polvo.

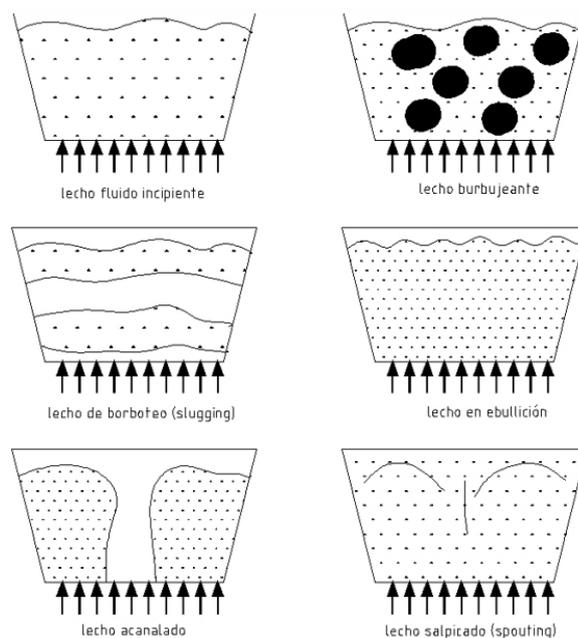


Figura 3. Tipos de lechos fluidizados (11).

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

Para la producción de diseños alternativos de platos de distribución de aire propuestos se utilizó un software de diseño 3D, fijando las dimensiones y parámetros geométricos, para posteriormente imprimir el prototipo con la ayuda de una impresora 3D en base de un material polimérico; ácido poli láctico (PLA). Para la evaluación de los patrones de flujo se establecieron condiciones operacionales equivalentes, con el uso de una cámara de fluidización que también fue diseñada y construida como se puede ver en la Figura 4.

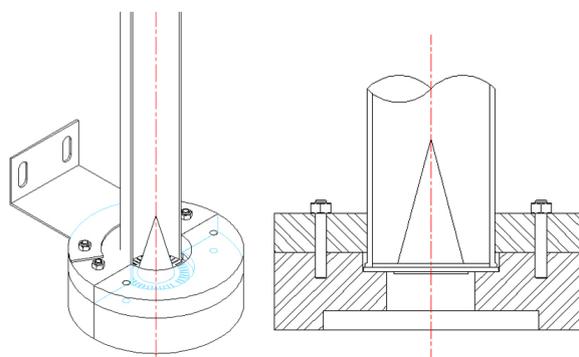


Figura 4. Vista isométrica de la cámara de fluidización

La cámara de fluidización se diseñó para acoplar los platos de distribución de aire de diferentes diseños; los cuales presentan dimensiones y

geometrías específicas y totalmente definidas, y estas a ser constantes durante toda la experimentación, como son: el ángulo de entrada del cono del tazón de producto, el diámetro interno del lecho, la altura definida de la cámara y la altura del lecho estático. Así como los parámetros de operación que se manejaron y controlaron como: velocidad de fluidización, humedad relativa del aire de entrada al lecho fluidizado el cual fue un parametro constante. Obteniendo como resultado principal los diferentes tipos de patrones de flujo producidos con cada tipo de plato de distribución de gas en el sistema bifásico de aire en contacto con partículas sólidas en corriente paralela. Para observar las líneas de corriente y de forma global el patrón de flujo que describe cada plato se utilizó como una herramienta de ingeniería similar en esencia al tunel de viento. En este caso, en vez de usar humo, se usó partículas de poliestireno de diferentes colores, para facilidad en la observación y descripción del fenómeno, hacia la determinación de los patrones de flujo y con ello caracterizar cada plato diseñado.

### 2.1 DISEÑOS ALTERNATIVOS DE LOS PLATOS DE DISTRIBUCIÓN DE AIRE

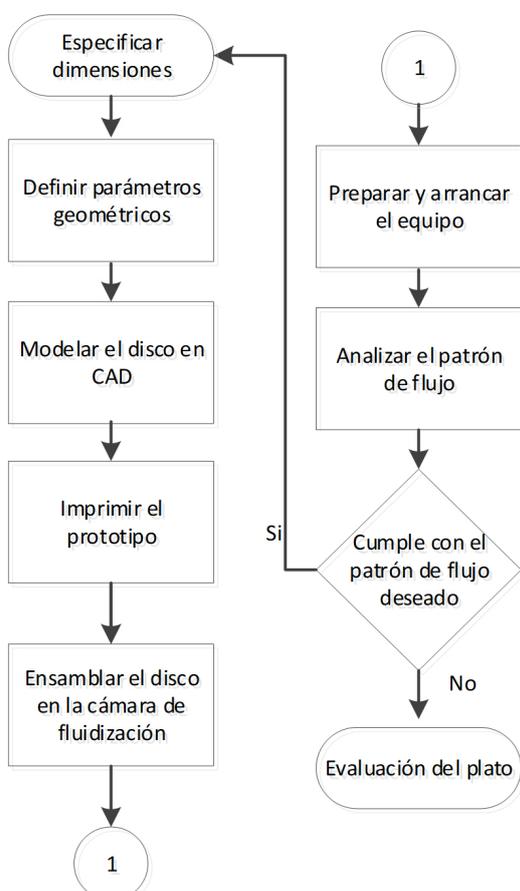


Figura 5. Flujograma para el diseño de un plato de distribución de aire.

Para definir los parámetros geométricos de cada plato se basó en patentes americanas e información técnica de fabricantes de este tipo de equipos de procesos (25).

Para los diseños alternativos de los platos de distribución de aire que se realizaron en función del flujograma indicado en la Figura 5, se determinó y caracterizó el tipo de partículas a ser estudiadas. Siguiendo con la especificación de dimensiones y definición de parámetros geométricos, considerando los siguientes como preponderantes: ángulo, número de ranuras, geometría de la ranura.

### 2.2 DISEÑOS ALTERNATIVOS DE LOS PLATOS DE DISTRIBUCIÓN DE AIRE

Para evaluar el desempeño de un nuevo diseño de plato se debe analizar el consumo energético expresado como caída de presión, el tipo de partícula y la velocidad de flujo, como variables significativas para el estudio.

La velocidad mínima de fluidización calculada mediante la ecuación de Ergun resulto 0,84 m/s, la misma que se aplico a la experimentación, con cuyos resultados se muestran en la Tabla 2.

Tipo de plato	$V_{mf}$ (m/s)
Tres partes	1,80
Rot-45	1,59
Radial/afuera	1,45
Axial (perforado)	1,45

Tabla 2. Datos experimentales de velocidad mínima de fluidización.

En la Figura 4 se muestra el uso del cono, el cual es para evitar segregación del material, el cono es un tipo de difusor, bastante conocido en la industria aeronáutica para el diseño de turbinas de avión.

Debido a que las partículas de ajonjolí son de gran tamaño y revisando la clasificación de Geldart es de tipo D, las cuales son de fácil borboteo.

### 2.3 IMPRESIÓN 3D Y PROTOTIPAJE

El desarrollo de un prototipo como el que se propone en esta investigación, puede ser un proceso lento y costoso, pero afortunadamente existen algunas técnicas que permiten hacer prototipos de alta calidad a un costo menor. Esta técnica ofrece el uso de la impresión 3D, lo que permite generar partes físicas de geometría compleja de diferentes características y dimensiones a partir de un modelo digital

3D, utilizando un software de modelado 3D, permitiendo de esta manera acceder al uso de una amplia gama de materiales para impresión 3D, resultando procesos rápidos, de bajo costo y más eficientes. El material que está dominando el mercado es el PLA. Este polímero es de origen natural, y sus residuos no causan problemas de salud cuando son incinerados.

## 2.4 PARÁMETROS EN GRANULADORES DE LECHO FLUIDIZADO

Como se dijo anteriormente el plato de distribución de aire es un elemento importante en el desempeño de un granulador de lecho fluidizado en relación con los siguientes parámetros de equipo, formulación y proceso. Por tal razón en este estudio se lo verifica detalladamente en función a lo que se describe a continuación:

- Los parámetros de equipo corresponden principalmente a la geometría de sus elementos o su configuración que incluyen: plato de distribución de aire, tipo de boquilla de atomización y configuración y la unidad de manejo de aire (AHU).
- Los parámetros de formulación corresponden principalmente a las características o naturaleza de la materia a tratar: partícula, polvo, ligante y su solución.
- Los parámetros de procesos corresponden a las propiedades termodinámicas, de transporte que se tiene que definir o controlar como son: comportamiento hidrodinámico, dispersión y tamaño de gota del ligante, contenido de humedad del hecho, altura del lecho y presencia de finos.

## 2.5 EXPERIMENTACIÓN

Para determinar el patrón de flujo que genera cada diseño de plato de distribución de aire propuesto se utilizaron dos tipos de partículas según la clasificación de Geldart que fueron respectivamente caracterizadas, como se nombran en la Tabla 3, juntamente con las condiciones experimentales siendo constantes en tiempo de análisis de 10 a 15 minutos. Se denota que en la cámara de fluidización no se ensambló con boquilla de atomización, sino que se reemplazó un cono central.

### 2.5.1 Diseño de Experimentos

Las variables a considerar en el diseño de

experimentos son: caudal de aire (factor cuantitativo), temperatura de entrada de aire (parámetro), plato usado (factor cualitativo nominal, 3 valores), patrón de flujo (respuesta cualitativa ordinal): (insuficiente, pobre, bueno, excelente), tipo de lecho fluidizado (según Figura 3), material a fluidizar (2 tipos), carga inicial, las demás variables de formulación y equipo se mantienen constantes (parámetros) y variables aleatorias no controladas (Ej. humedad ambiental). Las condiciones experimentales se encuentran contenidas en la Tabla 3.

Condiciones	Valor
Partícula 1	Bolas de poliestireno
Partícula 2	Semillas de ajonjolí
Diámetro interno del lecho, mm	75
Altura de la cámara, mm	750
Presión atmosférica local, bar	0,72
Temperatura de la cámara, °C	25
Humedad relativa del aire aspirado	28 ± 3%
Velocidad de fluidización, m/s	2,15
Mínima velocidad de fluidización, m/s	1,45
Altura del lecho estático, mm	85

Tabla 3. Condiciones experimentales.

### 2.5.2 Platos Diseñados

Las variables a considerar en el diseño de experimentos son: caudal de aire (factor cuantitativo), temperatura de entrada de aire (parámetro), plato usado (factor cualitativo nominal, 3 valores), patrón de flujo (respuesta cualitativa ordinal): (insuficiente, pobre, bueno, excelente), tipo de lecho fluidizado (según Figura 3), material a fluidizar (2 tipos), carga inicial, las demás variables de formulación y equipo se mantienen constantes (parámetros) y variables aleatorias no controladas (Ej. humedad ambiental). Las condiciones experimentales se encuentran contenidas en la Tabla 3.

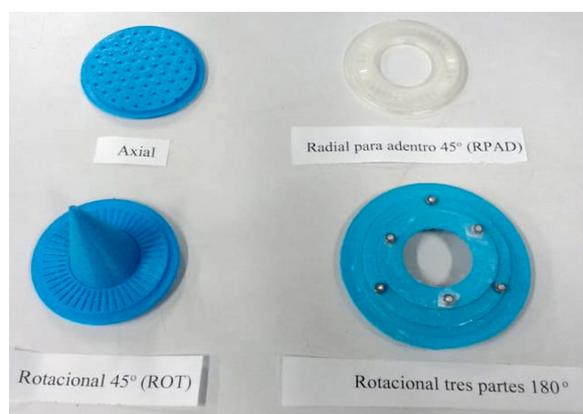


Figura 6. Platos diseñados: plato axial, radial para adentro 450 (RPAD) sin cono central, rotacional 450 (ROT) con cono central) y rotacional en 3 niveles.



Los platos diseñados presentan las siguientes dimensiones de ranura según se indica en la Tabla 4, siendo dimensiones flexibles a escalamiento dependiendo del diámetro interno de la cámara de fluidización ya sea proyectando al aumento o disminución de su escala.

Dimensiones de las ranuras de los platos diseñados			
Dimensiones de la ranura	Plato axial	Plato radial para afuera 45° (RPA) con cono central	Plato rotacional 45°(ROT)
Espesor, mm	0,44	0,44	0,44
Longitud, mm	11,93	11,93	11,93
Área de la ranura, mm <sup>2</sup>	5,40	5,40	5,40
Número de ranuras	180,00	1200,00	1200,00
Área total de la ranura, mm <sup>2</sup>	972,18	6481,20	6481,20
Diámetro del disco, mm	152,13	152,13	152,13
Área del disco, mm <sup>2</sup>	18176,89	18176,89	18176,89
Fracción de área hueca	0,05	0,36	0,36
Porcentaje de área hueca	5,35	35,66	35,66

Tabla 4. Geometría de los platos diseñados.

### 2.5.3 Caracterización de la materia prima

Para la caracterización de los tres tipos de partículas (semillas de ajonjolí, bolas de colores de poliestireno y arena) utilizadas en la experimentación, se determinaron las condiciones ambientales promedio (542 mmHg y 18 °C)

Para las semillas de ajonjolí se caracterizaron aproximándolas a la forma de ovoide, bolas de poliestireno como esféricas y arena de forma elipsoide, determinando para cada una de las partículas el tamaño, esfericidad, diámetro de partícula equivalente, densidad real y densidad aparente, como se observa en la Tabla 5.

	Semillas de ajonjolí	Bolas de poliestireno	Arena (Arenisca)
Tipo de partícula	Ovoide	Esférica	Elipsoide
Longitud, mm	2,8	8	0,15-0,3
Ancho, mm	1,69	8	0,15-0,3
Profundidad, mm	0,82	8	0,15-0,3
Diámetro geométrico promedio, mm	1,56	8	0,15-0,3
Densidad real, kg/m <sup>3</sup>	1224	1050	2659
Densidad aparente, kg/m <sup>3</sup>	580	40	1100
Esfericidad	0,56	0,93	0,86

Tabla 5. Propiedades de las partículas utilizadas en la experimentación.

### 2.5.4 Evaluación del Rendimiento de los Platos

Se evaluó el rendimiento de los platos diseñados a través de la medición de la caída de presión utilizando un manómetro diferencial variando el caudal del flujo de aire obteniéndose la Figura 7. Cuyas caídas de presión fueron corroboradas mediante la aplicación de la ecuación de Ergun.

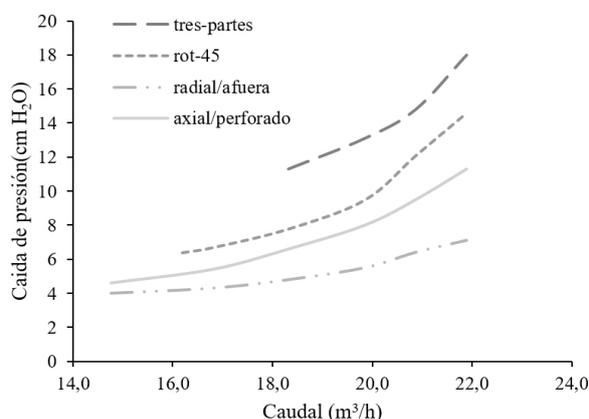


Figura 7. Rendimiento de los platos

### III. RESULTADOS

Al comparar la operación de fluidización en el granulador de lecho fluidizado bajo condiciones de operación específicas como se indica en la Tabla 3, los diferentes tipos de platos de fluidización de gas diseñados conjuntamente con los tres tipos de partículas propuestas, se determinó que en los patrones de flujo generados no existen cambios significativos, pues al utilizar semillas de ajonjolí, bolas de poliestireno y arena, los patrones observados fueron semejantes, pero con la particularidad que los patrones de flujo aunque fueron los mismos estos se producen a diferentes alturas dentro de la cámara de fluidización.

La mejora del diseño de los platos se presenta en el análisis de variación en el vector del flujo de aire al observar mejores propiedades de transporte en el procesamiento de los gránulos, evidenciada por la altura alcanzada por el lecho. En base al concepto de equilibrio de fuerzas reflejada indirectamente mediante la valoración de densidades de las partículas, pues a bajas densidades la altura de formación de los patrones de flujo resulto ser más alta, es decir la altura de formación del patrón de flujo es inversamente proporcional a la densidad de la partícula estudiada.

Esto se debe que se genera un mayor arrastre de las partículas hacia la parte superior de la cámara de fluidización al existir una rotación sobre las partículas haciendo que se produzca un desplazamiento de las partículas, sobresaliendo las partículas de poliestireno, seguidas de las

semillas de ajonjolí y finalmente la arena, siempre evitando que exista un transporte neumático, como se observa en la Figura 8.



Figura 8. Patrón de flujo rotacional 450(ROT) con diferentes partículas

Experimentalmente y mediante observación se determinó que el patrón de flujo es similar en cada material independientemente de las características individualizadas de las partículas, resultando una ventaja para el procesamiento y escalamiento del proceso, dependiente únicamente del tipo de plato (13).

El patrón de comparación establecido para el análisis fue el generado por el plato axial ya que este resulta en un diseño estándar y base para el desarrollo de los demás diseños. Sin embargo, conforme se ha desarrollado la tecnología han aparecido platos mucho más eficientes. Los platos RPA y ROT muestran las siguientes diferencias comparados con el plato patrón, como se detalla en la Tabla 6.

Temp, °C	25		
Caudal, m <sup>3</sup> /h	75		
Material	Tipo de plato	Patrón del flujo observado	Descripción
Semillas de ajonjolí	Axial	Burbujeo (Lecho burbujeante)	Genera movimientos inestables del fluido, paralelos a la pared de la cámara de fluidización.
	Radial para afuera 45° (RPA)	Volteo (Lecho en ebullición)	Estable, genera movimiento en dirección tangencial, semejante a una fuente con distribución hacia el exterior
	Rotacional 45° (ROT)	Torbellino (Lecho salpicado)	Estable, con alta velocidad angular generando un flujo más homogéneo.
Bolas de poliestireno	Axial	Elutriación (Lecho burbujeante y acanalado)	Corrientes paralelas inestables a la pared de la cámara de burbujeo. Presenta burbujas de gran tamaño 1/3 parte de la cámara de fluidización.



Material	Tipo de plato	Patrón del flujo observado	Descripción
Temp, °C		25	
Caudal, m <sup>3</sup> /h		75	
Bolas de poliestireno	Radial para afuera 45° (RPA)	Volteo (Lecho en ebullición)	Seudoestable, partículas más ligeras, dejando espacios entre el flujo de partículas, con grandes burbujas de aire entre estas.
	Rotacional (ROT) 45°	Torbellino (Lecho salpicado)	Estable, permite control de la cámara de expansión, a pesar de que el patrón de flujo se genera a 1/3 de la altura del lecho.
Arena (arenisca)	Axial	Burbujeo (Lecho burbujeante)	Distribución del flujo heterogéneo, seudoestable, paralelo a las paredes de la cámara de fluidización.
	Radial para afuera 45° (RPA)	Volteo (Lecho en ebullición)	Estable, presenta movimientos de las partículas en dirección tangencial, a manera de una fuente con distribución hacia el exterior
	Rotacional (ROT) 45°	Torbellino (Lecho salpicado)	Flujo de la partícula estable y homogénea a lo largo de toda la cámara de fluidización, no presenta la formación de burbujas de aire.

Tabla 6. Descripción de los patrones de flujo observados.

En el análisis de los patrones de flujo producidos por los diferentes diseños de platos fabricados, sobre las diversas partículas sólidas destaca lo siguiente:

- El patrón de flujo de lecho burbujeante, caracterizado por la presencia de burbujeo, se desarrolló al utilizar el plato de tipo axial, cuando se manejó las partículas de semillas de ajonjolí y arena observándose un flujo de sólidos con presencia de gas que forman burbujas de tamaño pequeño pero inestables.
- El patrón de flujo de lecho en ebullición con una forma de tipo volteo, caracterizado por representar un movimiento de las partículas que se asemeja a un movimiento dentro de un tambor giratorio con una capa superficial irregular y con un ángulo de inclinación de 30° al formar una turbulencia homogénea.
- El patrón de flujo a manera de lecho de borboteo y en forma de torbellino, se caracterizó por manejar flujos más homogéneos con alta

estabilidad, pues se observó que las burbujas formadas por el gas ayudan al control y movimiento de las diferentes partículas a lo largo de toda la cámara de fluidización evitando la aglomeración entre ellas.

- El patrón de flujo del tipo lecho burbujeante y acanalado tendió a producir elutriación (choque de partículas y rompimiento), únicamente cuando se utilizó las partículas con baja densidad como son las bolas de poliestireno, pues se obtuvo un movimiento heterogéneo, presentando alta separación entre ellas hasta alcanzar un perfil inicial para el desarrollo del transporte neumático de partículas.

Los resultados obtenidos se resumen en la Tabla 6, producto de haber realizado un análisis cualitativo basado en la observación focalizada de video-grabaciones que fueron reproducidas y analizadas en detalle que permitió el correcto análisis sector por sector de la cámara de fluidización, proporcionando mejor información

del movimiento de las partículas; semillas de ajonjolí, bolas de poliestireno y arena como se puede ver en la Figura 6. Los experimentos se realizaron por duplicado y triplicado para su verificación. El escoger diferentes partículas con diferente tamaño nos permite entender la mecánica que produce el aire sobre las partículas. Se verificó los patrones de flujo al comparar con la información bibliográfica de platos comerciales.

#### IV. DISCUSIÓN

La industria ha desarrollado nuevos diseños de platos, los cuales han sido declarados en patente (25). Por otro lado, las investigaciones realizadas hasta la fecha se enfocan principalmente en el estudio del fenómeno sin considerar parámetros mecánicos o geométricos, por lo cual en este estudio se enfocó en el desarrollo y diseño de platos de distribución de aire, para evaluar el tipo de plato hacia el desarrollo de los patrones de flujo que indirectamente dan a conocer el fenómeno de transporte de masa y energía, dependientemente en las operaciones que se enfoque como por ejemplo mezcla, secado, entre otras.

En este estudio se utilizó un lecho fluidizado estándar, donde se logró acoplar los tipos de platos diseñados y construidos, con la finalidad de fijar una versatilidad en la operación para evaluar los patrones de flujo, manteniendo constantes las dimensiones del equipo variando únicamente el tipo de plato de distribución de aire y consecuentemente evaluar la calidad de flujo según cada plato empleado.

En la presente investigación los patrones de flujo resultantes se verificaron mediante determinación visual cualitativa en sentido al movimiento del fluido en cuestión, pero para la comprobación y validación del método visual cualitativo, es indispensable realizar un análisis más exhaustivo mediante el empleo de mejores tecnologías e instrumentación como por ejemplo la aplicación de velocimetría por imagen, cuya tecnología permitiría validar al 100 % los patrones de flujo y consecuentemente la calidad de los platos de distribución, cuyas tecnologías son aplicables principalmente cuando se pretenden sistemas de fluidización con equipos a gran escala.

Consecuentemente, el presente estudio de los platos de distribución se considera totalmente

valido pues el análisis se realizó a pequeña escala o escala de laboratorio con factores dimensionales estandarizados y con criterios de diseño fijos y justificados como se indica en el apartado de metodología y experimentación.

El análisis para el mejoramiento en el rendimiento de un plato de distribución está sujeto a una función multivariable, considerándose un proceso complejo, el mismo que debe analizarse en cada etapa de aplicación, desde la etapa de investigación en laboratorio hasta las diferentes etapas de escalado. Considerando una de las variables principales para dicho análisis la caída de presión como punto de partida para el estudio de más variables objetivas como la velocidad mínima de fluidización las mismas que permitan definir adecuadamente los diferentes platos de distribución al momento de ser aplicados en equipos de fluidización a pequeña, mediana y gran escala. Notando que los datos entregados en esta investigación resultan reproducibles y aplicables principalmente a pequeña escala.

A pesar de que en el presente estudio no se realizó un referente de escalamiento, se tiene el material inicial necesario para la proyección de comportamientos de patrones de flujo a mayor escala o escala productiva, logrando con ello posteriormente identificar la influencia de los patrones de flujo de distribución con en la calidad del producto, además de la relación de energía consumida en un proceso. Por lo cual, posteriormente se ha planificado la construcción de los platos de distribución en acero inoxidable para ser aplicado en granuladores de lecho fluidizado sofisticados, como aquellos que se utilizan en la industria farmacéutica, realizando análisis mediante el software de simulación de dinámica de fluidos o por sus siglas en inglés (CFD).

#### V. CONCLUSIONES

El software de modelamiento 3D (AutoCAD) utilizado, permitió diseñar los diferentes prototipos de platos de distribución de aire propuestos para el análisis de patrones de flujo a ser utilizados en granuladores de lecho fluidizado para la industria farmacéutica, los mismos que posteriormente y con la ayuda de una impresora 3D en base de un material polimérico, se lograron obtener de manera física, resultando una buena alternativa para la evaluación dado que acertó el



tiempo de fabricación de los platos, obteniéndose prototipos más exactos, principalmente en sus dimensiones y geometría, además de tener costos de producción menores al comparar con métodos de fabricación convencionales.

Para la evaluación y correcto análisis de los patrones de flujo, se manejaron condiciones operacionales equivalentes como se presentan en la Tabla 3, para alcanzar este cometido adicionalmente se diseñó una cámara de fluidización que garantizó la replicabilidad de los experimentos y disminuyó los errores de operación al tener un error máximo del  $\pm 3,2$  % concebido principalmente por el control de velocidad de flujo de gas y temperatura.

Al observar y analizar la incidencia del funcionamiento de los platos de distribución de aire diseñados, en la generación de los patrones de flujo y la relación con partículas de diferente tamaño, forma y comportamiento según la clasificación de polvos Geldart, los platos que mostraron mejores características en las diferentes operaciones presentaron un efecto combinado de tipo axial, radial y rotacional, encontrándose el patrón de flujo mejorado en los platos que causan un efecto rotacional sobre las partículas a procesar, concordando con la tecnología de punta que se aplican en equipos comerciales.

Los prototipos de platos diseñados y utilizados en esta investigación, aunque fueron fabricados en base de PLA, ofrecieron resultados prometedores a ser aplicables en granuladores de fluidización, pues presentaron gran versatilidad al manejo de diferentes tipos de partículas en un rango de densidades como se describen en la Tabla 6, al no presentar grandes cambios al tipo de patrón de

flujo generado.

El uso de PLA como material para la fabricación de los platos de distribución de flujo de aire presentó gran facilidad para obtener diseños precisos, pues se notó que las ranuras que exigían los modelos propuestos en este estudio fueron exactamente construidas a pesar de ser menores a 1 mm y tener ángulos menores a 90°, a diferencia si se hubiese utilizado acero inoxidable 316 que exige el uso de técnica y tecnologías más costosas y con tiempo de producción más largos. A pesar de que el acero inoxidable 316 es el material de fabricación definitivo de un granulador farmacéutico, los platos fabricados en PLA son aceptables pues cumplieron con el objetivo de esta investigación.

Con respecto a los tipos de platos de distribución de flujo, se observó que dependiendo del diseño se puede tener diferentes expansiones en la cámara de fluidización, pues al evaluar con las mismas condiciones de operación y con un tipo de partícula, se generan diferentes alturas de fluidización en el interior de la cámara. Así, se determinó que al utilizar el plato rotacional se logró controlar fácilmente la expansión del lecho, en comparación con el plato axial que se observaba la tendencia de llegar a generar el fenómeno de transporte neumático de las partículas, específicamente en aquellas que presentan densidades más bajas como el caso de las bolas de poliestireno.

## VI. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad Central del Ecuador por el apoyo financiero para llevar a cabo esta investigación a través de los proyectos "Semilla".

## VII. REFERENCIAS

1. Cocco R, Karry R, Knowlton T. Introduction to Fluidization. The Global Home of Chemical Engineers. 2014.
2. Pinheiro C, Fernandes J, Domingues L, Chambel A, Graca I, Oliveira N, et al. Fluid Catalytic Cracking (FCC) Process Modeling, Simulation and Control. Industrial & Engineering Chemistry Research. 2011; 51(1): p. 1-29.
3. Gao J, Gray D, Motheram R, Hussain M. Importance of Inlet Air Velocity in Fluid Bed Drying of a Granulation Prepared in a High Shear Granulator. AAPS PharmSciTech. 2000; 1(4).
4. Chaplin G, Pugsley T, Winters C. Application of chaos analysis to pressure fluctuation data from a fluidized bed dryer containing pharmaceutical granule. Powder Technology. 2004; 142: p. 110-120.

5. Liu R, Li L, Yin W, Xu D, Zang H. Near-infrared Spectroscopy Monitoring and Control of the Fluidized Bed Granulation and Coating Processes - A review. *International Journal of Pharmaceutics*. 2017; 530(1-2): p. 1-30.
6. Sutar H, Kumar V. The Effect of Distributor Design on Hydrodynamics of Conical Fluidized Bed Dryer. *International Journal of Current Research*. 2012; 4(09): p. 168-172.
7. Haron N, Zakaria J, Mohideen M. Hydrodynamics study on drying of pepper in swirling fluidized bed dryer (SFBD). *International Research and Innovation Summit*. 2017;(226): p. 1-6.
8. Sathiyamoorthy D, Horio M. On the influence of aspect ratio and distributor in gas fluidized beds. *Chemical Engineering Journal*. 2003;(93): p. 151-161.
9. Gupta CK, Sathiyamoorthy D. *Fluid Bed Technology in Materials Processing*. 1st ed. Boca Raton: CRC Press; 1998.
10. Mujumdar AS. *Handbook of Industrial Drying*. Tercera ed. Boca Raton: CRC Press; 2006.
11. Parikh DM. *Handbook of Pharmaceutical Granulation*. Cuarta ed. Boca Raton: CRC Press; 2021.
12. Mohideen M, Sabudin S, Zakaria J. Improvement of Solid-Gas Interaction in Fluidized Bed Systems via Secondary Air-Injection. *MATEC Web of Conferences*. 2017; 135(1): p. 1-7.
13. Shukrie A, Anuar S, Oumer A. Improvement on particulate mixing through inclined slotted swirling distributor in a fluidized bed: An experimental study. *Advanced Powder Technology*. 2016; 27(5): p. 2102-2111.
14. Ouyang F, Levenspiel O. Spiral Distributor for Fluidized Beds. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*. 1986; 25(2): p. 504-507.
15. Mohideen M, Faiz M, Salleh H, ZaKaria H, Raghavan V. Drying of Oil Palm Frond via Swirling Fluidization Technique. *Proceedings of the World Congress on Engineering*. 2011; 3: p. 1-6.
16. Mohideen M, Seri S, Raghavan V. Fluidization of Geldart Type-D Particles in a Swirling Fluidized Bed. *Applied Mechanics and Materials*. 2012; 110-116: p. 3720-3727.
17. Sreenivasan B, Raghavan V. Hydrodynamics of a swirling fluidised bed. *Chemical Engineering and Processing*. 2002; 41(2): p. 99-106.
18. Venkiteswaran V, Sulaiman S, Raghavan V. Comparative Study of the Hydrodynamic Performance of Shorter and Longer Blades in a Swirling Fluidized Bed. *Advanced Materials Research*. 2013; 772: p. 560-565.
19. Briens L, Bojarra M. Monitoring Fluidized Bed Drying of Pharmaceutical Granules. *AAPS PharmSciTech*. 2010; 11(4): p. 1612-1618.
20. Tousey M. The Granulation Process 101: Basic Technologies for Tablet Making. *Pharmaceutical Technology*. 2002; 2002(2): p. 8-13.
21. Rhodes M. *Introduction to Particle Technology*. segunda ed.: Wiley; 2008.
22. Richardson JF, Harker JH. *Particle Technology and Separation Processes*. quinta ed. Oxford: Butterworth-Heinemann; 2002.
23. Crowe C. Thermopedia. [Online].; 2010.. Disponible en: <https://www.thermopedia.com/content/42/>.
24. Paiva JM, Pinho C, Figueiredo R. The Influence of the Distributor Plate on the Bottom Zone of a Fluidized Bed Approaching the Transition from Bubbling to Turbulent Fluidization. *Chemical Engineering Research and Design*. 2004; 82(1): p. 25-33.
25. Huttlin H, inventor; Apparatus for Treating Particulate Material. Estados Unidos. Patente 7,802,376 B2.



## DESARROLLO DEL FRUTO EN CULTIVARES DE TOMATE DE ÁRBOL (*Solanum betaceum Cav.*)

### Fruit Development in Tree Tomato (*Solanum betaceum Cav.*) Cultivars

iD	<sup>1</sup> Luis Marcial Acosta
iD	<sup>2</sup> Aníbal Martínez Salinas
iD	<sup>1</sup> Juan León Ruíz
iD	<sup>1</sup> Alfonso Suárez Tapia
iD	<sup>2</sup> William Viera Arroyo*

<sup>1</sup> Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH), Facultad de Recursos Naturales, Riobamba, Ecuador.

<sup>2</sup> Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias (INIAP), Programa de Fruticultura (INIAP), Quito, Ecuador.

\* [william.viera@iniap.gob.ec](mailto:william.viera@iniap.gob.ec)

#### RESUMEN

El tomate de árbol es un frutal cultivado en Ecuador, siendo Tungurahua una zona representativa para su producción. Los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado son comercializados principalmente por su tamaño de fruto. Sin embargo, existe poca información sobre los cambios externos e internos que ocurren durante la etapa de desarrollo del fruto. El experimento se llevó a cabo en Valle Hermoso (Pelileo, Ecuador), registrándose diámetro, peso, firmeza, sólidos solubles y color en frutos provenientes de autopolinización, en los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado. Los resultados mostraron un incremento progresivo de todas las variables, excepto firmeza interna, durante el periodo de evaluación. A los 170 DDP, el cultivar Gigante morado obtuvo mayores valores que el cultivar Gigante anaranjado en todas las variables, excepto en la firmeza interna. Solamente el peso del fruto mostró diferencias significativas, Gigante morado alcanzó 147.50 g mientras que el Gigante anaranjado obtuvo 118.83 g. Los sólidos solubles alcanzaron valores similares (11.0 °Brix) para ambos cultivares. Las semillas de los dos cultivares se diferenciaron del mucílago a los 60 DDP, pero el color del mucílago inició a cambiar a los 80 DDP en el cultivar Gigante morado y a los 90 DDP en el Gigante anaranjado.

**Palabras Clave:** *color, diámetro, Ecuador, firmeza, peso, sólidos solubles.*

#### ABSTRACT

Tree tomato is a fruit cultivated in Ecuador, being Tungurahua a representative area for its production. The Gigante anaranjado and Gigante morado cultivars are commercialized mainly for its fruit size. However, there is little information on the external and internal changes that occur during the fruit development stages. The experiment was carried out in Valle Hermoso (Pelileo, Ecuador), registering diameter, weight, firmness, soluble solids and color in fruits from self-pollination in the cultivars Gigante anaranjado and Gigante morado. During the evaluation period, the results showed a progressive increase in all variables, except internal firmness. At 170 DAP, the Gigante morado

cultivar obtained higher values than the Gigante anaranjado cultivar in all variables, except in internal firmness. Only fruit weight showed significant differences: Gigante morado reached 147.50 g while Gigante anaranjado obtained 118.83 g. The soluble solids reached similar values (11.0 °Brix) for both cultivars. The seeds of the two cultivars became differentiated from the mucilage at 60 DAP, but the color of the mucilage began to change at 80 DAP in the Gigante morado cultivar and at 90 DAP in the Gigante anaranjado.

**Keywords:** color, diameter, Ecuador, firmness, weight, soluble solids

## I. INTRODUCCIÓN

El tomate de árbol es originario de los Andes suramericanos, cultivado principalmente en los países de Colombia, Perú y Ecuador (1). En Ecuador, su producción es realizada por pequeños y medianos agricultores concentrados esencialmente en la región de la Sierra (2,3), en las provincias de Carchi, Imbabura, Pichincha, Tungurahua, Cotopaxi, Chimborazo y Azuay (4); en el año 2019, este frutal tuvo una superficie cultivada de alrededor de 3000 ha, con un rendimiento de 14.43 t ha<sup>-1</sup>, siendo la provincia de Tungurahua la más representativa en la producción de este frutal (5). Se cultiva en altitudes de 1000 a 3000 msnm, pero los rangos óptimos están entre 2000 y 2800 msnm, pero es una especie susceptible a heladas (4). Se adapta a condiciones intertropicales de fotoperiodo entre 8 y 16 horas. El rango óptimo de temperatura para el desarrollo de este frutal es de 28 a 30 °C en el día y 15 a 18 °C en la noche; se produce caída de flor cuando estos valores superan los 35 °C o disminuyen por debajo de los 10 °C, afectando el cuajado de los frutos. La humedad relativa ideal está en el rango de 65-70%, en la etapa de fructificación cuando la humedad relativa desciende a menos de 45% se afecta la polinización, debido al estrés hídrico, el cierre de estomas y la reducción de la actividad fotosintética (6). El rango de precipitación requerida oscila entre 600 y 1000 mm; y cuando se traslada a zonas tropicales, prefiere altitudes medias a altas en bosques montañosos del neotrópico (4).

Esta fruta es apreciada por su contenido de fibra, vitaminas, minerales, biocompuestos y capacidad antioxidante (7,8,9). Los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado se encuentran entre los mayormente cultivados (10); sin embargo, en Ecuador no existe una clasificación específica de los cultivares (11). El ciclo fenológico del cultivo tiene tres etapas: La etapa vegetativa que va desde el trasplante hasta la floración; la etapa reproductiva que es

un periodo comprendido entre la floración y el inicio de la fructificación, esta etapa se mantiene permanentemente una vez que se inicia la floración; y la etapa productiva que va desde la floración hasta la finalización de la producción de los frutos (12). El tomate de árbol es una planta alógama, es decir, de polinizada cruzada (13); sin embargo, en programas de mejoramiento se usa la polinización artificial. Sus flores son pequeñas, de color rosado, hermafroditas, actinomorfas, con el cáliz acampado, de 1.3 a 1.5 cm de diámetro, agrupadas formando una inflorescencia (14). El fruto es una baya caracterizada por tener un pedúnculo largo, puede tener forma redonda, piriforme, ovoide o apiculada, su longitud es de 8 a 10 cm, su diámetro de 4 a 6 cm, y su peso varía de 40 a 130 g dependiendo del cultivar; la piel es fina y lisa, con una cutícula de sabor amargo, de color verde cuando es inmadura, y su color varía de acuerdo con el cultivar (amarillo, anaranjado, rojo, o púrpura) cuando madura (15), con un contenido de sólidos solubles que puede ir de 7 a 12 °Brix (9), y contiene un promedio de 300 a 500 semillas (14).

Se ha reportado que la formación del fruto puede durar de 21 a 28 semanas (12); sin embargo, el tiempo puede variar dependiendo de las condiciones climáticas donde se desarrolle el cultivo. Además, existe poca información relacionada con los cambios físicos que ocurren durante el desarrollo del fruto. El objetivo de esta investigación fue determinar los cambios morfológicos y de las características organolépticas durante el desarrollo del fruto de tomate de árbol, de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### Ubicación geográfica

La investigación se realizó en dos localidades de



Valle Hermoso en el cantón Pelileo, provincia de Tungurahua, Ecuador (Tabla 1), sitio representativo de la producción de este frutal en esa provincia, con una clasificación ecológica de bosque seco bajo. El sector de Valle Hermoso tiene una temperatura media anual de 12 °C, humedad relativa media anual 82.5%, y precipitación anual de 864.4 mm.

**Tabla 1.** Ubicación geográfica de las dos parcelas de estudio de la provincia de Tungurahua, sector Valle Hermoso.

Cultivar	Sitio	Latitud	Longitud	msnm
Gigante anaranjado	Caserío Inapi	1°20'51.23" S	78°30'58.65" O	2193
Gigante morado	Caserío Artezón	1°20'25.36" S	78°31'26.52" O	2275

### Material vegetal

Frutos del cultivar Gigante anaranjado y cultivar Gigante morado, provenientes de plantas injertadas sobre *Nicotiana glauca*. Los cultivares fueron propagados vegetativamente (ramilla) de plantas cultivadas en huerto comercial. Los frutos fueron obtenidos por autopolinización y las mediciones de las variables iniciaron cuando el fruto estuvo formado (Figura 1).



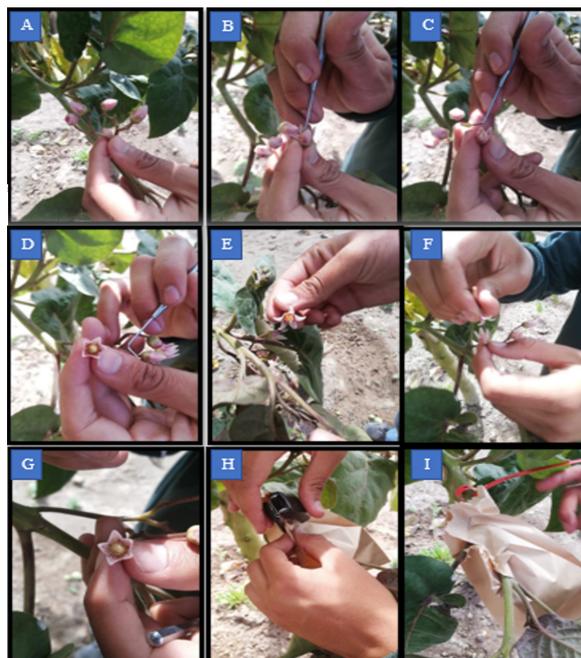
**Figura 1.** Estados desde el botón floral (izquierda, fila inferior) hasta el cuajado del fruto (derecha, fila superior) del tomate de árbol. La flor se abre, y una vez polinizada se cierra, caen los pétalos y se puede apreciar el cuajado del fruto.

### Descripción de los huertos y autopolinización de frutos

El estudio se realizó en plantas de dos años de edad, mismas que estuvieron establecidas con un diseño rectangular, a una distancia de 1 m entre plantas y de 1.5 m entre hileras. Se seleccionaron 10 plantas de cada cultivar al azar, para lo cual se utilizaron los siguientes criterio: aquellas que tenían mayor floración, similares en altura y área foliar, y libres de plagas y enfermedades.

Las plantas fueron marcadas con una cinta fluorescente para su identificación y etiquetado.

Para la autopolinización manual de las flores (Figura 2), se seleccionaron racimos florales con flores en estado de botón (flores cerradas), se realizó un raleo dejando las flores que no se encontraban abiertas, en un promedio de 2 a 4 flores por inflorescencia. Con la ayuda de una pinza se abrieron las flores para realizar el proceso de emasculación, el cual consistió en eliminar las anteras y dejar el pistilo. Se tomó una flor abierta del mismo árbol, y con ayuda de los dedos se presionó suavemente encima de la flor emasculada para permitir que el polen descendiera al estigma. Se cubrieron las flores polinizadas utilizando una funda de papel kraft y se etiquetaron con la fecha de la polinización, nombre del cultivar y número de flores polinizadas. Este proceso se realizó en un total de 200 flores por cultivar y un total de 10 flores por árbol.



**Figura 2.** Proceso de autopolinización de las flores del tomate de árbol: A) selección de racimo floral, B) apertura manual de la flor, C y D) emasculación de flor, E) selección de flor abierta para la autopolinización, F) autopolinización, G) flor autopolinizada, H) sellado de las flores autopolinizadas con fundas de papel kraft, I) etiquetado de flores autopolinizadas.

### Cosecha de frutos

A los quince días después de la autopolinización, se procedió a cortar la parte inferior de las fundas y confirmar el cuajado (formación) de los frutos. La primera cosecha se realizó a los

treinta días después de haber llevado a cabo la autopolinización; posteriormente se cosechó tres frutos de cada cultivar cada 10 días hasta los 170 días después de la polinización (DDP). Los frutos cosechados fueron colectados en fundas de papel kraft con la respectiva identificación, para su posterior evaluación y registro de datos obtenidos de la medición de variables en estudio.

### Manejo agronómico de las parcelas experimentales

La fertilización química se llevó a cabo cada 3 meses con una mezcla de YaraMila COMPLEX® más nitrato de calcio (100 g + 50 g, respectivamente) por planta. Además, se adicionó gallinaza más estiércol de vaca a una dosis de 1 kg de cada producto, se realizó una sola aplicación por planta. Los controles fitosanitarios se efectuaron una vez por mes, utilizando una rotación de productos con agroquímicos como azufre al 0.1%, penconazole al 0.1%, captan 0.1%, fosetil aluminio al 0.1%, cyclohexanone más dimethoate al 0.1%, difluzuron 0.1 %, aceite agrícola al 0.5 %, y caldo bordelés neutralizado al 0.5 %. El riego se realizó por gravedad cada 15 días, aplicando un promedio de 5.26 litros de agua por planta.

### Ensayo experimental y análisis estadístico

La investigación se realizó con un diseño completamente al azar (DCA), con tres repeticiones. Los tratamientos estuvieron constituidos por el cultivar Gigante anaranjado y el cultivar Gigante morado. La unidad experimental fue un fruto de cada uno de los cultivares evaluados.

A continuación, se describen las variables morfológicas y organolépticas de los frutos que fueron registradas durante la investigación:

a) Diámetro polar y ecuatorial (mm), se determinaron utilizando un calibrador (Mitutoyo, CD 8CSX-B).

b) Peso del fruto, se registró empleando una balanza digital (Geniweigher UWE, HGM-2000).

c) Firmeza externa e interna (N), se utilizó un penetrómetro (Gullimex, FT 327); la primera fue registrada en la parte central externa del fruto; en tanto que los frutos se cortaron por la mitad transversalmente para medir en la parte interna

(pulpa) en el pericarpio carnoso.

d) Sólidos solubles (°Brix), se midieron mediante un refractómetro (Atago, Nr 547/90). En el caso de los frutos en crecimiento (40 DDP), se aplastó el fruto con ayuda de un mortero y pistilo, para obtener una gota de jugo necesaria para determinar el contenido de sólidos solubles. A partir de los 50 DDP, los frutos se cortaron por la mitad y exprimieron para obtener la gota de jugo para realizar la medición.

e) Color externo (epicarpio) e interno (mucílago), se utilizó la escala propuesta por Bioersity International (16). Para el color externo del fruto (epicarpio), la escala fue: 1) verde claro, 2) verde pálido, 3) amarillo anaranjado y 4) naranja. Mientras que para el color interno (mucílago), la escala fue: 1) verde, 2) naranja y 3) morado.

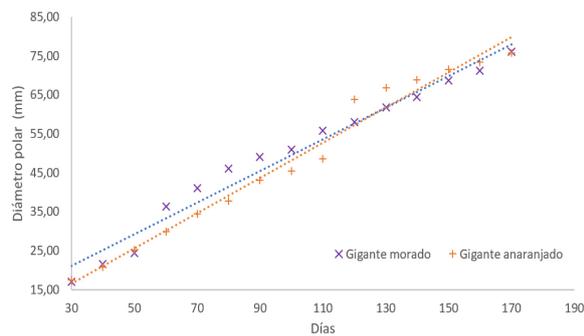
Para el análisis de datos se utilizó el programa estadístico Infostat. Se realizó análisis de varianza para determinar diferencias entre tratamientos, y la prueba de Tukey al 5% para determinar diferencias estadísticas entre medias (17).

## III. RESULTADOS

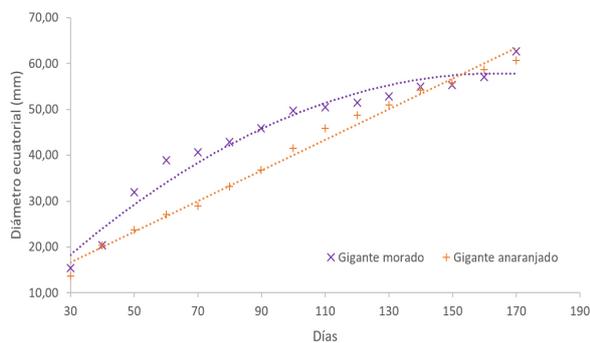
Análisis de características morfológicas y organolépticas durante el desarrollo del fruto

Los valores registrados de cada variable en cada cultivar se muestran en la Tabla 2. La caracterización del desarrollo del fruto se inició a los 30 DDP. A los 30 días para la variable diámetro polar del fruto, el mayor valor se evidenció en el cultivar Gigante morado con 17.49 mm, mientras que el cultivar Gigante anaranjado presentó un menor valor de 17.07 mm. A los 170 DDP, la diferencia fue mínima alcanzando 75.90 mm el cultivar Gigante morado y 75.87 mm el cultivar Gigante anaranjado (Figura 3). Para esta variable se obtuvo diferencias estadísticas entre cultivares a los 60, 80, 100, 120, 140 Y 160 DDP entre cultivares (Tabla 2).

El diámetro ecuatorial a los 30 DDP fue de 15.35 mm para el cultivar Gigante morado y de 15.65 mm para el Gigante anaranjado; mientras que a los 170 DDP fue de 62.74 mm y 60.73 mm respectivamente (Figura 4). Los cultivares presentaron diferencias estadísticas para esta variable a los 60, 80, 100 Y 120 DDP (Tabla 2).

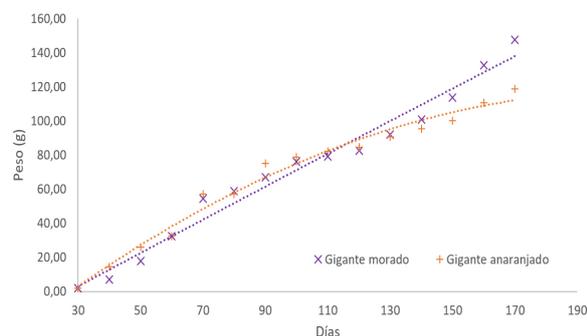


**Figura 3.** Incremento del diámetro polar del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.



**Figura 4.** Incremento del diámetro ecuatorial del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.

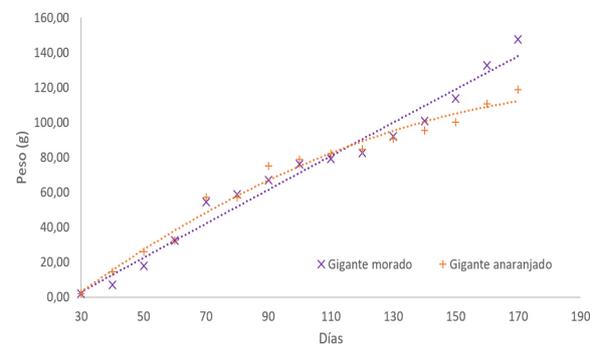
El peso del fruto a los 30 DDP, tuvo un valor de 2.07 g para el cultivar Gigante morado y de 2.03 g para el Gigante anaranjado; mientras que a los 170 DDP fue de 147.50 y 118.83 g respectivamente (Figura 5). Esta variable mostró diferencias estadísticas entre cultivares a los 40, 80, 140, 160 y 170 DDP (Tabla 2). Ambos cultivares presentaron un incremento continuo del peso del fruto.



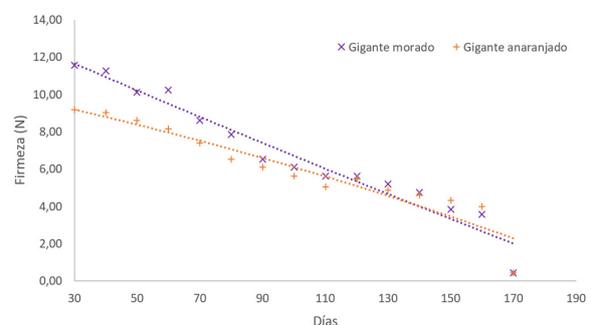
**Figura 5.** Incremento del peso del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.

A los 30 DDP, la firmeza externa del fruto tuvo un valor de 9.78 N para el Gigante anaranjado y 9.91 N para el cultivar Gigante morado, este valor incrementó hasta los 100 y 110 DDP, donde el Gigante anaranjado tuvo 38.11 N y el Gigante morado obtuvo 44.93 N, pero a los 170 DDP

decreció con 29.22 y 30.11 N, respectivamente (Figura 6). Esta variable mostró diferencias estadísticas entre cultivares a los 120, 140 y 160 DDP (Tabla 2). En relación a la firmeza interna de la pulpa, el cultivar Gigante morado obtuvo un valor de 11.56 N mientras que el Gigante anaranjado tuvo un valor de 9.20 N a los 30 DDP, y después decreció a 0.57 N en los dos cultivares a los 170 DDP (Figura 7). La firmeza interna de la pulpa tuvo un comportamiento opuesto a la firmeza externa del fruto. En esta variable se observó diferencias estadísticas entre cultivares a los 30, 40, 60, 80 y 160 DDP (Tabla 2).

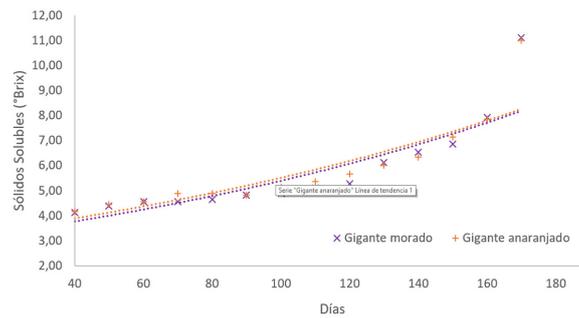


**Figura 6.** Variación de la firmeza externa del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.



**Figura 7.** Decremento de la firmeza interna (pulpa) del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.

El cultivar Gigante morado inició con un valor de 4.13 °Brix a los 40 DDP y llegó a 11.10 °Brix a los 170 DDP; mientras que el cultivar Gigante anaranjado comenzó con un valor de 4.17 °Brix a los 40 DDP hasta alcanzar 11.00 °Brix a los 170 DDP (Figura 8). El contenido de sólidos solubles fue incrementando con el tiempo en los dos cultivares; sin embargo, se observó que los dos cultivares alcanzaron un contenido similar al final del desarrollo del fruto, valores que no fueron estadísticamente diferentes. Esta variable mostró diferencias estadísticas entre los cultivares a los 80, 100 y 120 DDP.



**Figura 8.** Cambios en el contenido de sólidos solubles de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.

**Tabla 2.** Resumen de las variables de calidad registradas durante el tiempo de evaluación del desarrollo del fruto de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado de tomate de árbol.

Días después de la polinización (DDP)	Cultivar	Diámetro polar (mm)	Diámetro ecuatorial (mm)	Peso (g)	Firmeza externa (N)	Firmeza interna (N)	Sólidos solubles (°Brix)
30	Gigante anaranjado	17.07 A	13.65 A	2.03 A	9.78 A	9.20 A**	ND
	Gigante morado	17.49 A	15.35 A	2.07 A	9.91 A	11.56 B	ND
40	Gigante anaranjado	20.91 A	20.47 A	14.67 B	16.45 A	9.02 A**	4.17 A
	Gigante morado	21.64 A	20.40 A	7.07 A**	14.67 A	11.25 B	4.13 A
60	Gigante anaranjado	29.97 A*	27.03 A**	32.40 A	24.33 A	8.14 A**	4.57 A
	Gigante morado	36.31 B	38.96 B	32.60 A	26.11 A	10.23 B	4.57 A
80	Gigante anaranjado	37.68 A**	33.18 A**	57.33 A*	36.16 A	6.53 A**	4.63 A**
	Gigante morado	45.99 B	42.92 B	59.10 B	36.34 A	6.53 B	4.87 B
100	Gigante anaranjado	45.48 A**	41.48 A**	76.20 A	39.45 A	5.64 A	4.87 A*
	Gigante morado	50.92 B	49.82 B	78.77 A	39.58 A	6.09 A	5.13 B
120	Gigante anaranjado	57.89 A**	48.97 A**	82.47 A	35.71 A**	5.47 A	5.27 A**
	Gigante morado	63.91 B	51.43 B	84.67 A	41.73 B	5.64 A	5.67 B
140	Gigante anaranjado	64.44 A**	54.34 A	95.47 A*	33.80 A**	4.58 A	6.33 A
	Gigante morado	68.84 B	54.91 A	100.83 B	36.47 B	1.07 A	6.53 A
160	Gigante anaranjado	73.41 B	58.64 A	110.03 A**	32.01 A*	4.00 A**	7.87 A
	Gigante morado	71.31 A*	57.02 A	132.70 B	30.11 B	4.75 B	7.90 A
170	Gigante anaranjado	75.87 A	60.73 A	118.83 A**	29.22 A	0.57 A	11.00 A
	Gigante morado	75.90 A	62.74 A	147.50 B	30.11 A	0.57 A	11.10 A

ND: valor no detectado debido a que en este estado no se pudo obtener la gota de jugo del fruto para medición. \* significativo a  $p \leq 0,05$ , \*\* significativo a  $p \leq 0,01$ . Medias de tratamientos con diferente letra son estadísticamente diferentes (Tukey,  $p < 0,05$ ).

### Color externo del fruto

El fruto de ambos cultivares presentó un color externo (epicarpio) verde claro (valor 1 en la escala) a los 30 DDP, el cual se mantuvo hasta los 100 DDP. A los 120 DDP cambió su coloración a verde pálido (valor 2 en la escala) hasta los 130 DDP. A partir de los 140 DDP, el fruto tomó un color mezclado de verde y anaranjado en diferentes proporciones hasta los 160 DDP, para finalizar con una coloración externa anaranjada (valor 4 en la escala) a los 170 DDP (Figura 9 y 10). Con base en el hábito climatérico del fruto de tomate de árbol, se observó que el cambio del 100% del color externo del fruto fue similar en ambos cultivares, al observarse frutos totalmente anaranjados y morados a los 170 DDP, fecha en que terminó la evaluación.

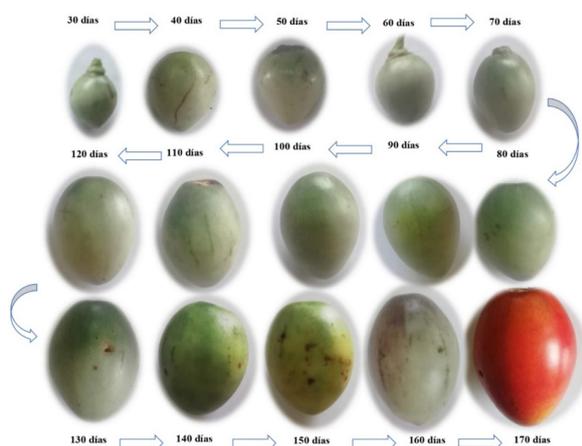


Figura 9. Evolución del color externo del fruto del cultivar Gigante anaranjado de tomate de árbol.

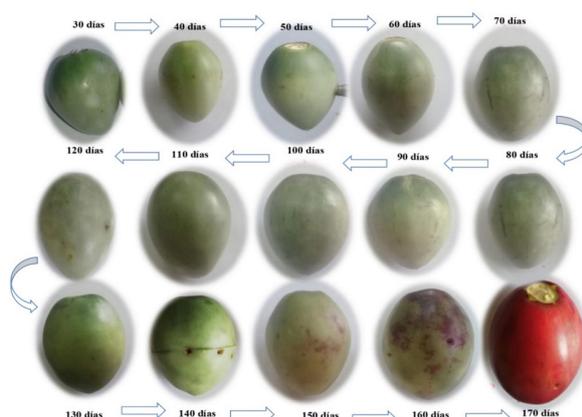


Figura 10. Evolución del color externo del fruto del cultivar Gigante morado de tomate de árbol.

### Color interno (mucílago)

Ambos cultivares presentaron una coloración verde del mucílago (valor 1 en la escala) hasta

los 70 DDP. A los 60 DDP, se observó la aparición de las semillas en formación en el interior del fruto, de color blanco rodeadas de mucílago transparente. A los 90 DDP, en el cultivar Gigante anaranjado, el color del mucílago empezó a cambiar a anaranjado, aumentado su intensidad para tornarse totalmente naranja (valor 2 en la escala) a los 170 DDP (Figura 11); mientras que en el cultivar Gigante morado, a los 80 DDP el color del mucílago empezó a cambiar su coloración a morada, aumentado su intensidad para tornarse totalmente morada (valor 3 en la escala) a los 170 DDP (Figura 12).

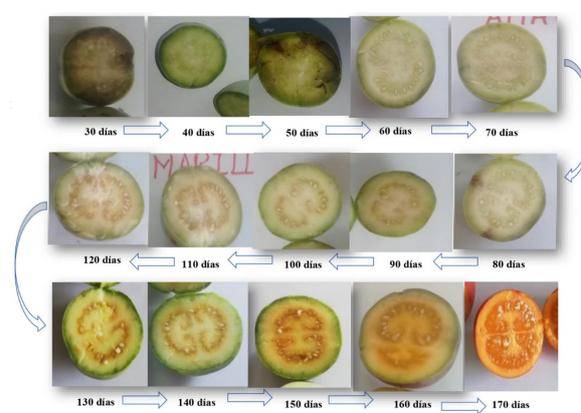


Figura 11. Evolución del color interno del fruto del cultivar Gigante anaranjado de tomate de árbol.

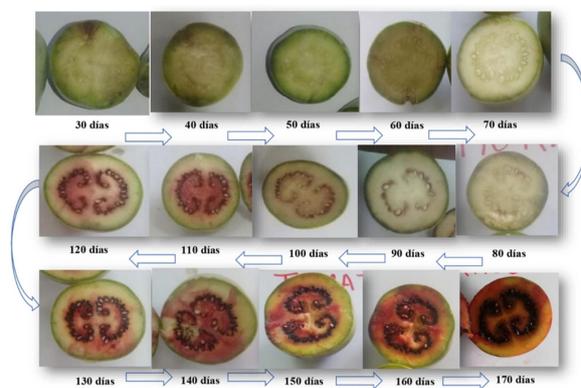


Figura 12. Evolución del color interno del fruto del cultivar Gigante morado de tomate de árbol.

## IV. DISCUSIÓN

El manejo de un buen sistema de riego con una buena fertilización incrementa la producción de tomate de árbol (18); estos factores, a la par de otros, influenciarían también el crecimiento del fruto, debido a que depende de la nutrición y la cantidad de agua que se suministre al cultivo en la etapa de fructificación.

En los dos cultivares de tomate de árbol, el

peso, diámetro polar y ecuatorial del fruto incrementaron continuamente hasta los 170 DDP; sin embargo, en el cultivar Gigante morado se observó un mayor incremento de peso de fruto a partir de los 160 DDP; esta tendencia de crecimiento del fruto es similar a la reportada por Pratt y Reid (19). García Muñoz (20) reportó que el diámetro polar del fruto de tomate de árbol se incrementó hasta los 70 DDP, mientras que el diámetro ecuatorial hasta los 105 DDP (20); tendencia también observada en nuestro estudio. Meza y Méndez (15) reportaron que el fruto del tomate de árbol alcanzó un diámetro polar en los rangos de 8 a 10 cm y un diámetro ecuatorial entre 4 a 6 cm, con un peso promedio de 130 g; los valores obtenidos en la investigación son similares a los mencionados anteriormente, puesto que el cultivar Gigante morado tuvo un diámetro polar de 7.9 cm, un diámetro ecuatorial de 6.2 cm y un peso de 147.5 g a los 170 DDP; mientras que el cultivar Gigante anaranjado presentó valores promedios de 7.5 cm, 6 cm y 118.8 g, respectivamente.

El fruto de tomate de árbol mantiene una ganancia en peso constante hasta los 175 DDP; luego de este periodo empieza a decrecer debido a que es un fruto no climatérico y sufre deterioro una vez separado de la planta (20). De acuerdo a los resultados de nuestro estudio, se recomienda cosechar la fruta alrededor de ese tiempo (170 a 175 DDP), que se considera el punto de cosecha óptimo para su comercialización; este tiempo de cosecha concuerda con lo mencionado por la CCB (12). Además, Márquez et al. (21) mencionan que el fruto de tomate de árbol pierde del 8% al 10% de peso, debido a la transpiración cuando ha alcanzado la madurez de consumo. La formación del fruto puede durar entre 147 a 168 DDP (22) o incluso hasta 196 DDP (12); el periodo de desarrollo del fruto (170 DDP) que se obtuvo en esta investigación, se encuentra dentro de los rangos mencionados; sin embargo, se debe considerar que el crecimiento del fruto también dependerá del cultivar, condiciones climáticas y manejo agronómico (riego y fertilización) del cultivo.

Márquez *et al.* (21) reportaron que el fruto del tomate de árbol en su madurez comercial alcanza una firmeza de 28 N; los resultados de este estudio fueron ligeramente superiores para ambos cultivares (29-30 N), de hecho, esta

evolución de la firmeza, tanto externa como interna, se atribuye a los cambios en la pared celular de la pulpa, en particular, la degradación por hidrólisis del componente péctico, que se transforma en otros compuestos como celulosa y hemicelulosa (23).

García Muñoz (20) mencionó que el fruto va incrementando el contenido de sólidos solubles conforme se desarrolla, en su estudio reportó que pasó de 4 °Brix a los 35 DDP, a 8 °Brix a los 140 DDP, y después subió hasta 12 °Brix (175 DDP). En nuestro estudio el valor fue ligeramente menor a los 140 y 170 DDP (11 °Brix), posiblemente debido a que permaneció 5 días menos en el árbol y bajo condiciones ambientales diferentes; en esta investigación, el fruto fue cosechado a los 170 DDP debido a que había cambiado completamente de color y era apto para ser cosechado bajo las condiciones climáticas de Valle Hermoso.

Se ha reportado que distintos genotipos y cultivares de tomate de árbol presentan un contenido de sólidos solubles que puede variar entre 7 a 13 °Brix, con un valor promedio alrededor de 10 °Brix (9,24,25). Los resultados obtenidos en este estudio se encuentran dentro del rango mencionado, debido a que los frutos maduros a los 170 DDP, de ambos cultivares, presentaron valores alrededor de 11 °Brix. Viera et al. (1) reportaron que los frutos de plantas segregantes de tomate de árbol provenientes de un cruzamiento con el cultivar Gigante anaranjado, tuvieron un valor de 11.02 °Brix, valor que tiene similitud con el obtenido por ese cultivar en esta investigación. Brito et al. (26) mencionaron que el fruto del cultivar Gigante morado tiene un valor de 10.70 °Brix, el cual está cercano al obtenido en la investigación.

El cultivar Gigante anaranjado presentó un epicarpio 100% anaranjado cuando está maduro (1), lo que ocurrió en esta investigación a los 170 DDP. Ávila (27) mencionó que el cambio de color externo e interno que sufre el fruto de tomate de árbol en su proceso de maduración, está asociado a la presencia de clorofila; mientras el fruto está creciendo, la clorofila se va degradando, lo que provoca la síntesis de nuevos pigmentos que pueden ser anaranjado, rojo o morado (carotenoides o antocianinas). Viera et al. (1) reportaron que un grupo de segregantes presentaron una coloración morada



en el mucílago, mientras que otro grupo de segregantes mostró una coloración anaranjada; lo cual está relacionado con la polinización cruzada que tiene el cultivo, consecuentemente, esta coloración en el mucílago indica la procedencia de uno de los parentales en la progenie de cruzamientos naturales. En esta investigación, el cultivar Gigante anaranjado presentó un mucílago y pulpa de color anaranjado, mientras que el cultivar Gigante morado tuvo un mucílago de color morado pero la pulpa fue anaranjada.

## V. CONCLUSIONES

Los frutos de los cultivares Gigante anaranjado y Gigante morado se encontraron listos para su cosecha a los 170 DDP en la localidad de Valle Hermoso (Pelileo).

El cultivar Gigante morado alcanzó un mayor peso del fruto a los 170 DDP en comparación con el cultivar Gigante anaranjado. En ambos cultivares, los valores de diámetro polar y ecuatorial, firmeza externa e interna, y el contenido de sólidos solubles fueron similares, y la formación de semillas empieza a observarse a los 60 DDP. El mucílago inició a cambiar su coloración a los 80

DDP en el cultivar Gigante morado y a los 90 DDP en el cultivar Gigante anaranjado.

Los resultados de esta investigación contribuyen a la generación de conocimiento sobre el desarrollo del fruto de tomate de árbol, puesto que la información en esta temática es muy escasa. Sin embargo, se debe considerar que este estudio fue realizado bajo las condiciones ambientales específicas de la localidad de Valle Hermoso y que el ciclo de desarrollo del fruto podría variar dependiendo de las características climáticas de otros sitios de producción de este frutal.

## VI. AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Agencia Española de Cooperación Internacional para el Desarrollo (AECID) por el apoyo y financiamiento de esta investigación, mediante el Proyecto “Fortalecimiento de la investigación para mejorar la productividad y calidad de la naranjilla y tomate de árbol en Ecuador”, expediente 2018/SPE/0000400192.

## VIII. REFERENCIAS

1. Viera Arroyo WF, Sotomayor Correa, AV, Tamba Sandoval MV, Vásquez Castillo WA, Martínez A, Viteri Díaz PF, Ron L. Estimación de parámetros de calidad del fruto para segregantes interespecíficos de tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav.*) en respuesta de resistencia a la antracnosis (*Colletotrichum acutatum JH Simmonds*). Acta Agron. 2016; 65: 304-311.
2. Viera W, Sotomayor A, Viteri P. Breeding of three Andean fruit crops in Ecuador. Chron Horticult. 2019; 59: 20-29.
3. Benítez E, Viera W, Garrido P, Flores F. Current research on Andean fruit crop diseases. In: Chong P, Newman D, Steinmacher D, editors. Agricultural, Forestry and Bioindustry Biotechnology and Biodiscovery. Copenhagen: Springer Cham; 2020. p. 387-401.
4. Feicán-Mejía GC, Encalada-Alvarado CR, Becerril-Román AE. Descripción agronómica del cultivo de tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav.*). Agroproductividad. 2016; 9: 78-86.
5. Barrera V., Zapata A, Martínez A, Escudero L, Merino J, Zapata J. Caracterización y tipificación de los sistemas de producción de tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav.*) en Ecuador. Quito: ARCOIRIS Producciones Gráficas; 2022.
6. Ríos Madril MI. Control biológico de la antracnosis (*Colletotrichum gloesporioides Penz*) en tomate de árbol (*Solanum betaceum*) en el ecotipo: amarillo puntón, mediante hongos endófitos antagonistas [Bachelor thesis]. Paute: UPS; 2010.
7. Espin S, Gonzalez-Manzano S, Taco V, Poveda C, Ayuda-Durán B, Gonzalez-Paramas AM, Santos-Buelga C. Phenolic composition and antioxidant capacity of yellow and purple-red Ecuadorian cultivars of tree tomato (*Solanum betaceum Cav.*). Food Chemistry. 2016; 194: 1073-1080.
8. Mutalib MA, Rahmat A, Ali F, Othman F, Ramasamy R. Nutritional compositions and

- antiproliferative activities of different solvent fractions from ethanol extract of *Cyphomandra betacea* (tamarillo) fruit. *Malays J Med Sci.* 2017; 24: 19–32.
9. Viera W, Samaniego I, Camacho D, Habibi N, Ron L, Sediqui N, Álvarez J, Viteri P, Sotomayor A, Merino J, Vásquez-Castillo W, Brito B. Phytochemical characterization of a tree tomato (*Solanum betaceum Cav.*) breeding population grown in the inter-Andean valley of Ecuador. *Plants.* 2022; 11: 268.
  11. Viera W, León J, Ochoa J. Evaluación de fungicidas in vitro y pruebas de resistencia de cinco variedades de tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav.*) para antracnosis (*Colletotrichum gloeosporioides*) Cutulagua, Pichincha. *Rev Rumipamba.* 2002; 16: 89-9.
  12. Pilapaña Juiña GS. Rentabilidad de aguacate, durazno, mora y tomate de árbol en Carchi, Imbabura y Tungurahua. [Bachelor thesis]. Quito: UCE; 2013.
  13. Cámara de Comercio de Bogotá (CCB). Manual tomate de árbol. Bogotá: Cámara de Comercio de Bogotá; 2015. Sotomayor A, Merino J, Viera W. Determining conditions for best pollen quality of red-purple tree tomato (*Solanum betaceum Cav.*) germplasm. *Bionatura.* 2021; 6: 2222-2227.
  14. Bueno S, Aguirre C, Abdo G, Perindi H, Ansonnaud G. Tomate de árbol *Solanum betaceum*. Buenos Aires: IICA; 2018.
  15. Meza N, Méndez JM. Características del fruto de tomate de árbol (*Cyphomandra betaceae [Cav.] Sendth*) basadas en la coloración del arilo, en la Zona Andina Venezolana. *Rev Cientif UDO Agric.* 2009; 9: 289-294.
  16. Bioversity International. Descriptors for tree tomato (*Solanum betaceum Cav.*) and wild relatives. Roma: Bioversity; 2013.
  17. Di Rienzo JA, Casanoves F, Balzarini MG, González L, Tablada M, Robledo CW. InfoStat [software estadístico]. Versión 2018. Córdoba: Universidad Nacional de Córdoba; 2018.
  18. Torres Romero F, Flores Pinzón LE. Cultivo de tomate de árbol bajo invernadero. Bogotá: ACAC; 2009.
  19. Pratt HK, Reid MS. The tamarillo: fruit growth and maturation, ripening, respiration, and the role of ethylene. *J Sci Fd Agric.* 1976; 27: 399-404.
  20. García Muñoz MC. Manual de manejo cosecha y poscosecha del tomate de árbol. Bogotá: Corpoica; 2008.
  21. Márquez CJ, Otero CM, Cortés M. Cambios fisiológicos, texturales, fisicoquímicos y microestructurales del tomate de árbol (*Cyphomandra betacea S.*) en poscosecha. *Vitae.* 2007; 14: 09-16.
  22. Portela, S. Fisiología y manejo de poscosecha del tamarillo (*Cyphomandra betacea*). *Av Hortic.* 1999; 4: 33-43.
  23. Fennema O. Química de alimentos. Zaragoza: Acribia; 1993.
  24. Prohens N. The tamarillo (*Cyphomandra betacea*): A review of a promising small fruit crop. *Small Fruits Rev.* 2001; 1: 43-68.
  25. Torres, A. Caracterización física, química y compuestos bioactivos de pulpa madura de tomate de árbol (*Cyphomandra betacea*) (Cav.) Sendtn. *Arch Latinoam Nutr.* 2012; 62: 381-388.
  26. Brito B, Espín S, Villacrés E, Valliant F, Torres N, Sañaicela D. Tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav*): Características físicas y nutricionales de la fruta importantes en la investigación y desarrollo de pulpas y chips. Quito: INIAP; 2008.
  27. Ávila J. Caracterización de cuatro genotipos de tomate de árbol (*Solanum betaceum Cav.*) cultivados en Ecuador y estudio del efecto del estrés hídrico y luminoso sobre las propiedades físico-químicas en la poscosecha y estimación de la actividad antioxidante de los compuestos fenólicos del genotipo anaranjado Gigante [Master thesis]. Quito: EPN; 2009.



## EVALUACIÓN TEÓRICA DE LA DISPERSIÓN INELÁSTICA DE LEPTONES DE EFECTOS NUCLEARES

### Theoretical Evaluation on Inelastic Lepton Scattering of Nuclear Effects

	Emmanuel Wana Likta *
	Y. H. Ngadda
	Nura Yakubu

University of Maiduguri, Department of Physics, P.M.B 1069, Maiduguri, Borno State. Nigeria. West Africa.

\* emmalikta2014@gmail.com

#### RESUMEN

La dispersión inelástica es un proceso en el que no se conserva la energía cinética de una partícula incidente debido a la interacción entre un electrón y un fotón provocando un estado nuclear inestable. En una interacción del fotón incidente con la materia se produce dispersión Raman donde la frecuencia del fotón se desplaza hacia al rojo o el azul. La dispersión de electrones de naturaleza profundamente inelástica que emana de los protones proporciona la evidencia primordial de la presencia de quarks, los neutrones sufren dispersión inelástica que excita al núcleo y hace que emita partículas corpusculares y electromagnéticas. El objetivo de este trabajo fue obtener teóricamente el efecto nuclear sobre la dispersión de leptones inelásticos y observar la dependencia nuclear. Se utilizaron los métodos, función de transferencia del momento al cuadrado y el producto escalar de Lorentz. Se obtuvo la correlación entre los parámetros de baja energía y la valencia de quarks, el valor indicativo en cromodinámica cuántica es el 5% y el material nuclear infinito no conduce a ningún informe de tamaño finito. El origen de los efectos nucleares aún no se evidencia; sin embargo, las funciones estructurales y los efectos de tamaño finito fueron probados teóricamente.

**Palabras Clave:** *Quark Valance, Nuclear Infinito, Cromodinámica cuántica, Función de la estructura y Lepton.*

#### ABSTRACT

Inelastic scattering is a process in which the kinetic energy of an incident particle is not conserved due to the interaction between an electron and a photon causing an unstable nuclear state. Upon the interaction of the incident photon with matter, Raman scattering occurs where the frequency of the photon shifts towards red or blue. Electron scattering of a profoundly inelastic nature emanating from protons provides the primary evidence for the presence of quarks, neutrons undergo inelastic scattering that excites the nucleus and causes it to emit corpuscular and electromagnetic particles. The aim of this work was to theoretically obtain the nuclear effect on the scattering of inelastic leptons and to observe the nuclear dependence. The methods, cross-section four-momentum transfer squared function and the Lorentz scalar product, were used. The correlation between low energy parameters and quark valence was obtained, the indicative value in quantum chromodynamics is 5% and infinite nuclear material does not lead to any finite size report. The origin of the nuclear effects is not yet evident; however, the structural functions and the effects of finite size were theoretically tested.

**Keyword:** *Quark Valance, Infinite Nuclear, Quantum Chromodynamic, Structure function and Lepton.*

Fecha de recepción: 10-04-2022

Fecha de aceptación: 18-04-2022

Fecha de publicación: 31-03-2023

## I. INTRODUCCIÓN

Inelastic scattering is a fundamental scattering process in which the kinetic energy of an incident particle is not conserved. In contrast to elastic scattering some of the incident particle energy is lost or increased (1). The principle of inelastic collision in dynamics is quite distinct; inelastic collision in dynamics refers to processes in which the total macroscopic kinetic energy is not conserved (2). Scattering due to inelastic collisions will be inelastic but elastic collisions often transfer kinetic energy between particles. As in Compton, scattering due to elastic collisions can also be inelastic (3).

The inelastic scattering probability that depends on the incident electron energy is usually smaller than the elastic scattering one (4). In regard to gas electron diffraction (GED), reflection high-energy electron diffraction (RHEED), and transmission electron diffraction (5). The incident electron energy is high, and the contribution of inelastic electron scattering can be ignored (6). Deep inelastic scattering of electrons from protons provided the first direct evidence of quark existence (7).

Raman scattering, also known as inelastic scattering due to a photon being the incident particle (8). The incident photon interacts with matter and the photon frequency is shifted toward red or blue (9). A red shift can be observed when part of the photon energy is transferred to the interacting matter, where it adds to its internal energy through a process (10). The blue shift can be observed when the internal energy of the matter is transferred to the photon. The red and blue shift processes are known as Stokes and anti-stokes Raman Scattering respectively (11).

Inelastic scattering is the interaction between an electron and a photon. A high-energy photon collides with a free electron and transfers energy (12). An electron with relativistic energy collides with an infrared or visible photon, the electron gives energy to the photon (13).

It is known that neutrons undergo many types of scattering, including both elastic and inelastic scattering. Whether elastic or inelastic scatter occurs depends on the neutron speed; fast, thermal, or somewhere in between (14). It also depends on the nucleus it strikes and its neutron cross-section (15). The neutron interacts with the nucleus and the system's kinetic energy changes

in the inelastic scattering (16). It often activates the nucleus putting it into an excited unstable short-lived energy state which causes it to quickly emit some kind of radiation to bring it back down to a stable or ground state. Alpha, beta, gamma, and protons may be emitted (17). It is known in Nuclear Physics that scattered Particles are a type of nuclear reaction that can cause the nucleus to recoil in other directions (18).

## II. MATERIALS AND METHOD

The cross-section has a four-momentum transfer squared function carried by the virtual photon and the Lorentz scalar product (19). For a quark to carry a fraction  $x$  of the nucleon momentum with  $\vec{p} \rightarrow \infty$  when probed with resolution  $\frac{1}{Q^2}$

$$q(x, Q^2) \quad (1)$$

in rest frame  $\vec{p} = 0$

$$x = \frac{(P_0 + P_3)}{Mn} \quad (2)$$

This can be justified in quantum chromodynamics since anything can be justified in a theory that has not been solved (20). The successful prediction that the same quark distributions are given simply by the square averages of relevant quark changes (21).

$$X = \frac{F_2^{ep+en}}{F_2^{vp+vn}} = \frac{5}{18} \quad (3)$$

An integral which measures the excess of fermions over antifermions in the nucleon should be equal to three (22). Finally, the black box  $q(x, \mu^2)$  is the Fourier transform of the light cone correlation function  $C(Z, \mu^2)$  renormalized at  $\mu^2$  that is calculated in terms of  $\alpha(\mu^2)$ .

Explicitly, (4)

$$q(x, \mu^2) \pm \bar{q}(x, \mu^2) = \int \left\{ \begin{array}{l} \sin(M_N Z x) \\ \cos(M_N Z x) \end{array} \right\} C_{\pm}(Z, \mu^2) dZ$$

Where (5)

$$C_{\pm}(Z, \mu^2) = \pi^{-1} \langle N | \bar{q}(\vec{Z})_{Y+q}(0) \pm \bar{q}(-\vec{Z})_{Y+q}(0) | N \rangle$$

Is defined for a nucleon at rest, with

$$\gamma_+ = \gamma_0 + \gamma_3 \quad (6)$$

$$\vec{Z} = \left( \frac{Z}{c}, 0, 0, -Z \right) \quad (7)$$



Where  $q(Z)$  and  $q(o)$  are quark field operations. The quark contribution reduces the equal-time correlation function of non-relativistic quantum mechanics (23). A familiar function is:

$$\langle A | \Psi(\vec{x}, t = 0) \Psi(0,0) | A \rangle \quad (8)$$

Where  $|A\rangle$  represents a nucleus at rest and  $\Psi$  is the nucleon field operator (24). The alternative representation as a displaced overlap function

$$\int \Psi^*(\vec{x} + \vec{y}) \Psi(\vec{y}) d^3y \quad (9)$$

Where  $\Psi$  is the one nucleon wave function, understanding that the correlation fraction measures the system size (25).

### III. RESULTS AND DISCUSSION

Considering the Rayleigh-Schrödinger perturbation theory, the energy difference is:

$$\nabla E = q_0 - E \quad (10)$$

$$\nabla E = \frac{m^2 + Q^2}{2v} \quad (11)$$

Tends to zero as  $v \rightarrow \infty$  with  $m$  and  $Q$  fixed. The only change in the formalism is that with nuclear target  $x$  is usually replaced by

$$x = \frac{M_A Q^2}{M_N 2q.P} \quad (12)$$

Which can, in principle range from 0 to  $A$ . It is known that for  $x \lesssim 0.3$  there are no sea quarks and therefore:

$$\delta(q - \bar{q})_{Fe-D} \propto \frac{1}{x} (F_2^{Fe} - F_2^D) \quad (13)$$

Thus  $\delta(q - \bar{q})$  must have the form since the quark per nucleon is fixed:

$$\int \delta(q(x) - \bar{q}(x)) dx = 0 \quad (14)$$

So  $\delta(q - \bar{q})$  must be positive in some, if not all the regions  $x < 0.3$ .

**Table 1:** Quark Valence Distribution for Z

Z	Quark Valence	
	X	Y
0	4	5
1	2.9	3.9
2	0.4	2.1
3	0.1	2
4	-	1.9
5	-	1.8
6	-	1.7
7	-	1.6
8	-	1.5
9	-	1.4

**Table 2:** Infinite Nuclear matter for w

w	Infinite Nuclear			
	g	H	I	J
31	2	1.7	1.3	1.2
40	1.8	1.55	1.35	1.3
50	1.6	1.5	1.36	1.32
60	1.5	1.45	1.37	1.35
70	1.4	1.38	1.38	1.36
80	1.37	1.37	1.37	1.37
90	1.36	1.36	1.39	1.38
100	1.35	1.35	1.4	1.39

**Table 3:** Perturbation Quantum Chromodynamic for Q<sup>2</sup>

Q <sup>2</sup>	Quantum Chromodynamic	
	A	B
5	8	-
6	8	-
7	11	12.5
8	11	12
11	9	10
13	10	9
14	9.5	8.5
15	9	8
16	5	7.5
20	7	6.5
22	6	6
24	5.7	5.7
26	5	5.7
28	4.95	4.95
29	4.7	4.7
32	3	4.5
34	4.5	4
36	2.5	2.8
38	3	2.5
39	4	2
42	8	-
44	12.5	-

Table 4: Structure function of Deuterium

Q	Structure function	
	F	D
0.5	20	-
0.6	19.9	20
0.75	10	11
1	5	8
1.5	3	7.5
2	3	7.5
2.5	3	7.5
3	3	7.5

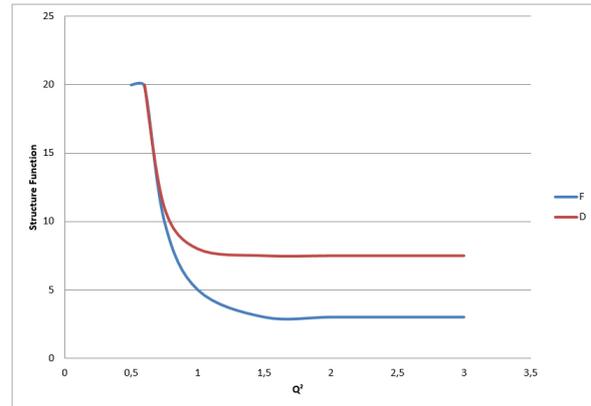


Fig. 4:  $Q^2$  against Structure function (This figure is plotted from results obtained in table 4.)

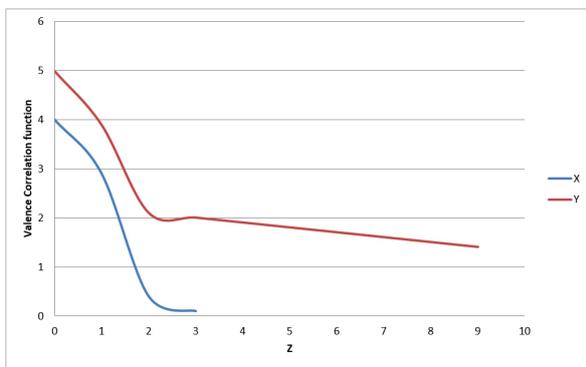


Fig. 1: Z against the Valence Correlation Function (This figure is plotted from results obtained in table 1)

Fig 1 shows that X and Y are parallel lines that move in opposite lines. Where x represents  $x > 0.1$  and Y represents  $x \rightarrow 0$ . Also, figure 4 indicates a valence correlation achieved for low energy parameters for the quark valence correlation. Proving that the long-range tail was assumed to acquit as  $x - \frac{1}{2}$  that is returned by if this lace is cut by a quiet calculation to the rootage which cuts  $x \gg 0.1$ . The  $x \gg 0.1$  quark valence distribution is checked by distances  $< fm$ , the correlation function spilling for  $Z > \frac{1}{2} fm$  and necessary unaltered department which obtains the lower curve. The figure is the product of table 1.

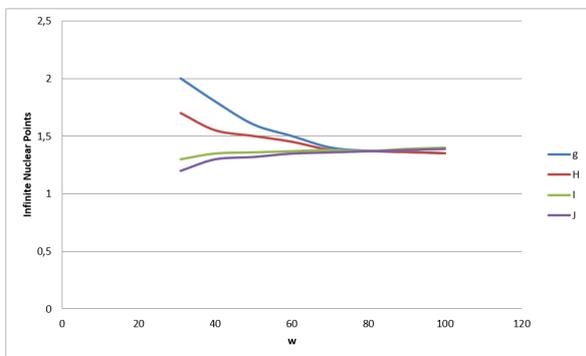


Fig. 2: w against Infinite Nuclear Points (This figure is plotted from results obtained in table 2.)

Fig 2 shows that g, H, I and J have a meeting point which is at 80 on the w axis. It started at a parallel point that meets the point. Also, the figure indicates infinite nuclear matter so again it is entirely unreliable for  $w \leq 40$ . It leads to no report of finite size effects and an effort was made to prove the fact that response takes place theoretically. The figure is plotted from the results obtained in table 2.

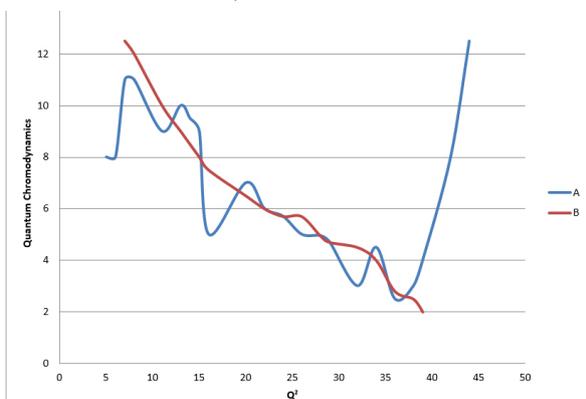


Fig. 3:  $Q^2$  against Quantum Chromodynamics (This figure is plotted from results table 3.)

Fig 3 shows that line A forms a zigzag line which makes it like the letters m and w. While line B indicates a slight slope also similar to the letter m. A represents the equation  $\frac{\sigma_{Fe}}{\sigma_D}$  and B represents the equation  $\frac{\sigma_D}{\sigma_D}$ . This also indicates that there are errors that quantitatively work within. If  $\mu^2$  is chosen to be little, then  $\frac{\delta\mu^2}{\mu^2}$  that is needed also becomes little. The little value stated in Quantum Chromodynamics signifies that  $\delta\mu^2/\delta\mu^2$  is nearly 5%.  $\delta$  The figure is the product of table 3.

Fig 4 shows F and D lines starting at a point where a slope from 13 points on the structure-function that are separated from each other. Point 13



indicates that D has a higher structure function than F. D represents Deuterium on the structure function and F represents Fe. Also, the figure indicates the success of the scaling law that is in relation to the deuterium structure-function. The heavier can be understood in terms of qualifying the properties of individual nucleons. It is coherent to write the  $X > 0.3$  region in terms of individual nucleon donation since it is restrained by lesser distances. The figure is plotted from the results obtained in table 4.

#### IV. CONCLUSIONS

In nuclei, the quarks correlation functions have a large range. Regarding the origin of the nuclear

effect, there is no consensus. When the dust settles, there will be an enhancement at low  $x$ , although it may be closer to the bottom than the top. Pion indicates a natural qualitative view of this enhancement. Based on pre-existing nuclear theory without any additional ingredients. However, pions are only effective degrees of freedom, and an inelastic model will not work with a high degree of accuracy. This effect is due to the properties modification of nucleons that are stretched in the nucleus. Structure functions have been understood for individual nucleons. Finite size effects were theoretically proven.

#### V. REFERENCE

1. Borgschulte A, Jain A, Ramirez-Cuesta AJ, Martelli P, Remhof A, Friedrichs O, et al. Mobility and dynamics in the complex hydrides  $\text{LiAlH}_4$  and  $\text{LiBH}_4$ . *Faraday Discuss* [Internet]. 2011 [citado el 1 de marzo de 2023];151:213–30; discussion 285-95. Disponible en: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/22455070/>.
2. Walker J, Resnick R. Halliday and Resnick fundamentals of physics. 2018.
3. Crandall R, Whitnell R, Bettega R. Exactly soluble two-electron atomic model. *Am J Phys* [Internet]. 1984;52(5):438–42. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1119/1.13650>.
4. Rankin DWH, Mitzel N, Morrison C. Structural methods in molecular inorganic chemistry. Hoboken, NJ: Wiley-Blackwell; 2013.
5. Ichimiya A, Cohen PI. Reflection high-energy electron diffraction. Cambridge, England: Cambridge University Press; 2011.
6. Yates JT Jr. Surface Science: An Introduction Surface Science: An Introduction, K. Oura, V. G. Lifshits, A. A. Saranin, A. V. Zotov, and M. Katayama Springer-Verlag, New York, 2003. \$89.95 (440 pp.). ISBN 3-540-00545-5. *Phys Today* [Internet]. 2004;57(10):79–80. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1825276>.
7. Chenciner A, Montgomery R. A remarkable periodic solution of the three-body problem in the case of equal masses. *Ann Math* [Internet]. 2000 [citado el 1 de marzo de 2023];152(3):881. Disponible en: [https://www.emis.de/journals/Annals/152\\_3/chencine.pdf](https://www.emis.de/journals/Annals/152_3/chencine.pdf).
8. Krishnakumar V, Keresztury G, Sundius T, Ramasamy R. Simulation of IR and Raman spectra based on scaled DFT force fields: a case study of 2-(methylthio)benzotrile, with emphasis on band assignment. *J Mol Struct* [Internet]. 2004;702(1–3):9–21. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022286004004272>.
9. Kuhn KF, Koupelis T. In quest of the universe. 4a ed. Sudbury, MA: Jones and Bartlett; 2004.
10. Maulik D, editor. Doppler ultrasound in obstetrics and gynecology. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag; 2005.
11. Moore C. Braids in classical dynamics. *Phys Rev Lett* [Internet]. 1993;70(24):3675–9. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.70.3675>.
12. Terreni J, Sambalova O, Borgschulte A, Rudić S, Parker SF, Ramirez-Cuesta AJ. Volatile hydrogen intermediates of  $\text{CO}_2$  methanation by inelastic neutron scattering. *Catalysts* [Internet]. 2020 [citado el 1 de marzo de 2023];10(4):433. Disponible en: <https://www.mdpi.com/2073-4344/10/4/433>.

13. Bagla JS. Cosmological N-Body simulation: Techniques, Scope and Status. arXiv [astro-ph] [Internet]. 2004 [citado el 1 de marzo de 2023]; Disponible en: <http://arxiv.org/abs/astro-ph/0411043>.
14. Thomas AW, Weise W. The structure of the nucleon. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag; 2001.
15. Zyla, P.a., et al. (Particle Data Group) (2020) Review of Particle Physics. Progress of Theoretical and Experimental Physics, 2020, 083C01. - references - scientific research publishing [Internet]. Scirp.org. [citado el 1 de marzo de 2023]. Disponible en: <https://www.scirp.org/%28S%28vtj3fa45qm1ean45vvffcz55%29%29/reference/referencespapers.aspx?referenceid=2832331>.
16. Fellhauer M, Lin DNC, Bolte M, Aarseth SJ, Williams KA. The white dwarf deficit in open clusters: Dynamical processes. Astrophys J [Internet]. 2003;595(1):L53–6. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1086/379005>.
17. Burns PA. The measurement of alpha, beta and gamma radiations. 1982.
18. Nachtmann O. Elementary particle physics: Concepts and phenomena [Internet]. 1990a ed. Berlin, Germany: Springer; 1989. Disponible en: [https://books.google.at/books?id=Co3\\_CAAAQBAJ](https://books.google.at/books?id=Co3_CAAAQBAJ).
19. Amaudruz P. A re-evaluation of the nuclear structure function ratios for D, He, Li, C and Ca. arXiv [hep-ph] [Internet]. 1995 [citado el 1 de marzo de 2023]; Disponible en: <http://arxiv.org/abs/hep-ph/9503291>.
20. Edelmann J, Piller G, Weise W. Polarized deuteron structure functions at small x. arXiv [nucl-th] [Internet]. 1997 [citado el 1 de marzo de 2023]; Disponible en: <http://arxiv.org/abs/nucl-th/9701026>.
21. Stanford AL, Tanner JM. Physics for students of science and engineering. 1a ed. San Diego, CA: Academic Press; 2014.
22. Smirnov GI. On the universality of the x and A dependence of the EMC effect and its relation to parton distributions in nuclei. arXiv [hep-ph] [Internet]. 1995 [citado el 1 de marzo de 2023]; Disponible en: <http://arxiv.org/abs/hep-ph/9512204>.
23. Smirnov GI. Investigation of the A dependence in the deep inelastic scattering of leptons and its implications for the interpretation of the EMC effect. Phys At Nucl [Internet]. 1995 [citado el 1 de marzo de 2023];58(9):1613–8. Disponible en: [https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig\\_q=RN:27038248](https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:27038248).
24. Barret R.C. and D. f. jackson, “Nuclear Sizes and Structure,” Oxford University Press, Oxford, 1977. - references - scientific research publishing [Internet]. Scirp.org. [citado el 1 de marzo de 2023]. Disponible en: [https://www.scirp.org/\(S\(i43dyn45teexjx455qlt3d2q\)\)/reference/ReferencesPapers.aspx?ReferenceID=632486](https://www.scirp.org/(S(i43dyn45teexjx455qlt3d2q))/reference/ReferencesPapers.aspx?ReferenceID=632486).
25. Goity Jaffe, Leutwyler H. On the mean free path of pions in hot matter. Phys Lett B [Internet]. 1989;228(4):517–22. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0370269389909854>



## FORMACIÓN DE NANOHIÓXIDOS BASADOS EN BRUCITA Y LIMONENO: CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN ANTIMICROBIANA

### Nanohydroxides based on limonene and brucite formation: Characterization and antimicrobial evaluation

	Luis Camilo Toro Chacon
	Jorge Manuel Silva Jara*
	Carlos Arnulfo Velázquez Carriles
	Alejandra Monserrat Castorena Sánchez
	María Esther Macías Rodríguez

Universidad de Guadalajara, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Departamento de Farmacobiología, Guadalajara, México

\* [jorge.silva@academicos.udg.mx](mailto:jorge.silva@academicos.udg.mx)

#### RESUMEN

La brucita es un nanohidróxido con la capacidad de intercambiar aniones sin que su estructura laminar sea afectada, lo que les permite retener compuestos en su espacio intersticial entre lámina y lámina o adsorberlos. Por lo que la formación de nanocompuestos basados en brucita se presenta como una alternativa novedosa, sencilla y segura para dar valor agregado y estabilizar compuestos bioactivos, como el limoneno, con posible aplicación en la industria alimentaria con la finalidad de garantizar la inocuidad de los alimentos. Para tal fin se sintetizó la brucita por el método de co-precipitación e intercambio iónico y se formó el nanocompuesto limoneno-brucita, estos nanomateriales fueron caracterizados por difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y microscopia electrónica de barrido, además se evaluó su actividad antimicrobiana contra los patógenos alimentarios *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*. Se confirmó la obtención de la brucita y la formación del nanocompuesto limoneno-brucita mediante las pruebas de caracterización. Por otro lado, el nanocompuesto limoneno-brucita obtuvo una mayor inhibición contra las dos bacterias evaluadas en comparación con sus componentes por separado. Estos resultados sugieren la posible aplicación de estos nanocompuestos en la industria alimentaria para garantizar la inocuidad de los alimentos.

**Palabras claves:** *Hidroxisal laminar, inocuidad alimentaria, limoneno, nanocompuesto.*

#### ABSTRACT

Brucite is a nanohydroxide with the ability to exchange anions without affecting its laminar structure, which allows it to retain compounds in its inter-lamellar space or adsorb them. Therefore, the formation of nanohydroxydes based on layered hydroxide salts is presented as a novel, simple and safe alternative to add value and stabilize bioactive compounds, such as limonene, with possible application in the food industry in order to guarantee food safety. In the present study, brucite (HSLMg) was synthesized through precipitation and limonene-brucite nanohydroxides (L-HSLMg) were obtained with ionic interchange; antimicrobial activity against food pathogens *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*

Fecha de recepción: 27-08-2022

Fecha de aceptación: 28-10-2022

Fecha de publicación: 04-04-2023

was assessed. Brucite and nanohydroxide formation was confirmed with X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and scanning electron microscopy (SEM). Both materials exhibited antimicrobial activity, L-HSLMg producing the highest inhibition. These results suggest that limonene-brucite nanohydroxides could be used for food systems applications, guarantying food safety.

**Keywords:** *Lamellar hydroxysalt, food safety, limonene, nanocomposite.*

## I. INTRODUCCIÓN

El limoneno es un compuesto bioactivo volátil que se caracteriza por tener un olor a limón, ser líquido a temperatura ambiente y extraerse principalmente como aceite esencial de gran variedad de frutos cítricos (1,2), siendo la mayor composición monoterpénica de frutos como la lima dulce (3,4). Gracias a que este compuesto es Generalmente Reconocido como Seguro (GRAS, *por sus siglas en inglés*) (5) uno de sus usos es como aditivo alimentario a nivel industrial (6,7) y dentro de sus propiedades beneficiosas se destaca su actividad antimicrobiana (1,8,9).

Por su parte, la brucita es un nanohidróxido o hidroxial laminar (HSL) del hidróxido de magnesio,  $Mg(OH)_2$  (10), éstas estructuras catiónicas simples se caracterizan por formar láminas de octaedros, en donde el catión  $Mg^{2+}$  está coordinando con 6 aniones  $OH^-$  unidos entre sí por fuerzas de Van der Waals con la capacidad de intercambiar aniones sin que su estructura laminar sea afectada, lo que les permite retener compuestos en su espacio intersticial entre lámina y lámina o adsorberlos (11,12). Dentro de las propiedades de estos nanohidroxidos se destaca su alta estabilidad química, térmica y biocompatibilidad, así como su fácil preparación y degradación (13,14). En cuanto a sus aplicaciones, se han usado HSL de zinc en compuestos bioactivos como la nisina, manteniendo su actividad durante 25 días, y proporcionándole estabilidad térmica, química y enzimática (10).

Por esto, la formación de nanohidroxidos basados en hidroxiales laminares se presenta como una alternativa novedosa, sencilla y segura para dar valor agregado y estabilizar compuestos bioativos con posible aplicación en la industria alimentaria para la conservación de frutas, verduras y productos empacados, garantizando así su inocuidad.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### Formación de brucita y nanohidróxido limoneno-brucita

La brucita (HSLMg) fue sintetizada mediante precipitación disolviendo 12 g de cloruro de

magnesio hexahidratado (Golden Bell) y 4.86 g de glucosa (Sigma Aldrich) en 300 mL de agua destilada, agregando posteriormente gota a gota con agitación constante hidróxido de sodio 0.1 M (Golden Bell) hasta alcanzar un pH de 10.5; una vez finalizado el goteo la solución se dejó en agitación durante 24 h. Posteriormente, se realizaron 2 lavados con agua destilada por centrifugación (1580R, Labogene) a 10,000 rpm durante 10 min a 25 °C, y el sedimento se secó en un horno de convección forzada (FE-291, Felisa) durante 48 h.

Para la formación del nanocompuesto limoneno-brucita (L-HSLMg) se preparó una solución de 50 mL de agua destilada con limoneno (5 mg/mL) y se agregaron 500 mg de la HSLMg; este sistema se dejó en agitación constante, tomando alícuotas del sobrenadante cada 15 min y midiendo en un espectrofotómetro (NanoDrop 2000, Termo Scientific) a una longitud de onda de 233 nm hasta alcanzar una absorbancia constante. Finalmente, se realizaron lavados como se mencionó anteriormente.

### Caracterización de los nanomateriales

Se generaron difractogramas en un difractor de Rayos-X (Panalytical Empyrean, Malvern) con radiación  $CuK\alpha$  desde 5° hasta 70° con un paso de 0.02 y un tiempo de colecta de 30 s por paso. Los espectros FT-IR fueron recolectados en un espectrofotómetro Cary 630 (Agilent Technologies) en un intervalo de 4000 a 500  $cm^{-1}$  con 32 scans por muestra y resolución nominal de 4  $cm^{-1}$ . Las micrográficas fueron registradas en un microscopio FE-SEM (Mira 3LMU, Tescan) con un voltaje de aceleración de 10 kV.

### Evaluación antimicrobiana

Se llevó a cabo el método de microdilución en placa usando cepas patógenas de *Escherichia coli* ATCC 8739 y *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 previamente sembradas en caldo soya tripticasa (CST) a 37 °C durante 24 h. Se transfirieron 20  $\mu$ L de los nanomateriales (50 mg/mL), 20  $\mu$ L de bacteria ( $1 \times 10^6$  cel/mL) y 160  $\mu$ L de CST a cada pozo de una microplaca de 96 pozos. Se incubó por 24 h a 37 °C y posteriormente se midió la absorbancia



a 600 nm en un lector de microplacas (iMark, BioRad). Como control positivo se usó ampicilina (0.1 mg/mL) y negativo CST sin inocular.

### Análisis estadístico

El análisis estadístico se llevó a cabo con estadística descriptiva (promedio  $\pm$  SD) mediante un análisis simple de varianza ANOVA en conjunto con la prueba de Tukey's HSD ( $\alpha=0.05$ ) usando el software estadístico Statgraphics Centurion XIX, versión 19.2.02 (Stat Point), todas las pruebas se realizaron por triplicado.

## III. RESULTADOS

### Formación de brucita y nanohidróxido limoneno-brucita

En la curva de adsorción de limoneno en el hidróxido HSLMg (Figura 1), se observa una disminución dependiente del tiempo hasta alcanzar una absorbancia de 0.11 después de 60 min.

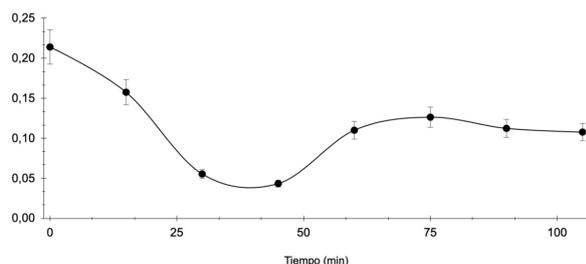


Figura 1. Absorbancia del limoneno en el sobrenadante del sistema de formación del nanohidróxido limoneno-brucita (L-HSLMg).

### Caracterización de los nanomateriales

De acuerdo con la base de datos JADE, el difractograma de la HSLMg (Figura 2) presenta los picos características de la brucita; por otro lado, los picos del nanohidróxido L-HSLMg en comparación con los del HSLMg presentan una mayor intensidad y están ubicados en el mismo ángulo de difracción.

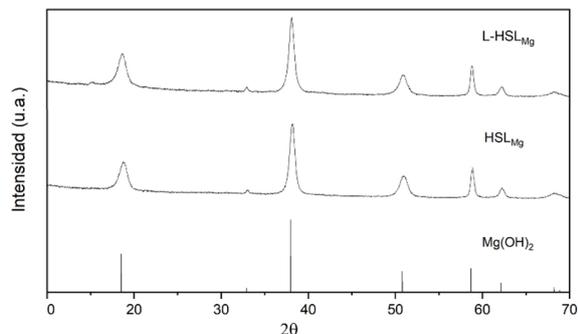


Figura 2. Difractogramas de brucita según la base de datos JADE ( $Mg(OH)_2$ ), sintetizada (HSLMg) y nanohidróxido limoneno-brucita (L-HSLMg).

En el espectro FT-IR del nanocompuesto L-HSLMg comparado con el espectro de la HSLMg (Figura 3) se observa un alargamiento en el pico de número de onda de aproximadamente  $3200\text{ cm}^{-1}$  característico para vibraciones de grupos funcionales OH- de intensidad alta, así como un cambio en los picos que se presentan en las longitudes de onda de vibraciones de entre  $1400\text{ cm}^{-1}$  y  $1500\text{ cm}^{-1}$  pertenecientes a grupos funcionales OH- de intensidad media.

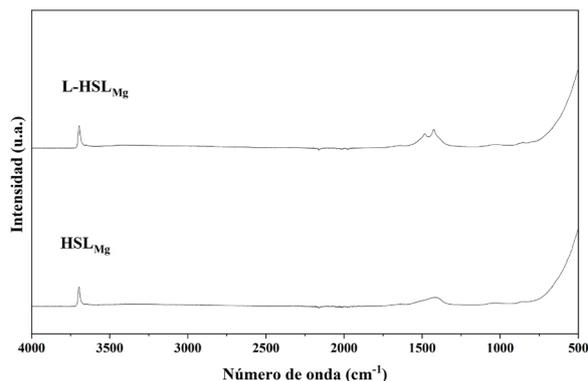


Figura 3. Espectros FT-IR de brucita (HSLMg) y nanohidróxido limoneno-brucita (L-HSLMg).

En la micrografía de la HSLMg (Figura 4A) se observa la estructura laminar característica de la brucita con tamaños de partícula menores a 500 nm; por su parte, en la del L-HSLMg (Figura 4B), además de observar la estructura laminar, se observan diferencias morfológicas en forma de pequeños grumos.

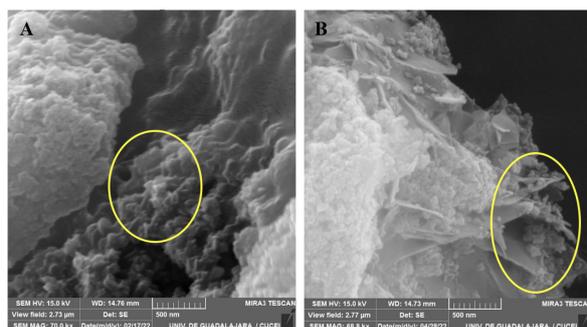


Figura 4. Micrografías de brucita (HSLMg) (A) y nanohidróxido limoneno-brucita (L-HSLMg) (B).

### Evaluación antimicrobiana

El porcentaje de inhibición de *E. coli* y *S. aureus* en presencia de los materiales HSLMg y L-HSLMg se muestran en la Figura 5. Se puede observar que para ambas cepas se alcanzan valores de inhibición de alrededor del 75 % con L-HSLMg, siendo un efecto estadísticamente significativo comparando con la inhibición obtenida por la HSLMg y el limoneno puro.

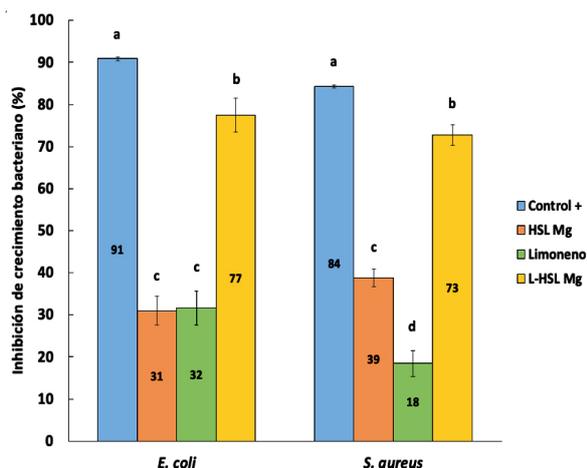


Figura 5. Porcentaje de inhibición del crecimiento bacteriano con brucita (HSLMg), limoneno y nanohidróxido limoneno-brucita (L-HSLMg) en *E. coli* y *S. aureus* (Control + = Ampicilina 0.1 mg/mL). Letras diferentes (a, b, c, d) representan valores estadísticamente distintos ( $p < 0.05$ ;  $n=3$ ).

#### IV. DISCUSIÓN

Debido a que se presentó una reducción en la absorbancia superficial del limoneno durante el proceso de formación del nanohidróxido L-HSLMg, se presume que las partículas de HSLMg sedimentadas adsorbieron y/o intercalaron el limoneno, como se ha reportado en otros trabajos (10). Los difractogramas muestran los picos característicos reportados para la brucita, con lo que se corrobora la obtención del compuesto (15,16), sin embargo, al no existir desplazamiento de la primera señal se puede asumir que el limoneno no se intercaló en el espacio interlamilar. Por otro lado, la aparición de una pequeña señal en el ángulo de  $11^\circ$  podría sugerir la presencia del compuesto orgánico (17). Por su parte, en los espectros FT-IR el aumento de la absorbancia en picos característicos de grupos funcionales OH- en el nanocompuesto L-HSLMg en comparación con la HSLMg es evidencia de la interacción de estos grupos con los grupos funcionales metilo del limoneno y así como lo reporta Velazquez-Carriles et al. (10, 18, 19) esto indica la presencia del compuesto bioactivo en la HSLMg. En la micrografía de la HSLMg se observa que se obtuvo la estructura deseada para este compuesto puesto que es parecida a la que se observa en la investigación reportada por Wang et al. (13, 20, 21) mientras que en la del nanohidróxido L-HSLMg los grupos que se observan en la estructura laminar son atribuidos a la presencia del limoneno entre y sobre las

láminas de HSLMg.

Se ha reportado que los nanohidróxidos de magnesio pueden producir especies reactivas de oxígeno, lo que les confiere actividad antimicrobiana al provocar daño en la pared celular (22-24). Además, Zhu et al. (25) demostraron que estos compuestos favorecen la fuga de componentes celulares como ácidos nucleicos, lo que inhibe la síntesis de proteínas. El nanocompuesto L-HSLMg produjo inhibiciones superiores al HSLMg y limoneno, potenciando así la actividad como lo reportó Han et al. (1) al presentar un efecto sinérgico entre el nanohidróxido y el compuesto bioactivo. Estos resultados sugieren que estos nanohidróxidos podrían exhibir actividad antimicrobiana contra bacterias tanto Gram positivas como Gram negativas.

#### V. CONCLUSIONES

Se logró obtener HSLMg y se formó el nanohidróxido L-HSLMg, siendo esto confirmado con pruebas espectrofotométricas, de DRX, FT-IR y SEM. Por su parte, la evaluación antimicrobiana de estos nanocompuestos fue realizada en dos cepas patógenas alimentarias, *E. coli* y *S. aureus*, las cuales mostraron una mayor inhibición en crecimiento cuando se usó el nanocompuesto L-HSLMg, demostrando que para estas bacterias la HSLMg no solo mantiene la actividad antimicrobiana del compuesto bioactivo sino que también la potencializa. Estos resultados dejan al descubierto lo promisorio que podría ser el uso de estos nanocompuestos en la industria alimentaria con el propósito de garantizar la inocuidad de los alimentos.

#### VI. AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por el apoyo económico (Beca No. 1108684) para la realización del proyecto.

#### VII. CONFLICTO DE INTERESES

No existen intereses particulares por parte de los autores o de la Universidad de Guadalajara que pudiesen afectar directa o indirectamente los resultados.



## VIII. REFERENCIAS

1. Han Y, Sun Z, Chen W. Antimicrobial susceptibility and antibacterial mechanism of limonene against *Listeria monocytogenes*. *Molecules*. 2020; 25(1), 33.
2. Jongedijk E, Cankar K, Buchhaupt M, Schrader J, Bouwmeester H, Beekwilder J. Biotechnological production of limonene in microorganisms. *Applied microbiology and biotechnology*. 2016; 100(7), 2927-2938.
3. Arafat Y, Altemimi A, Ibrahim SA, Badwaik LS. Valorization of sweet lime peel for the extraction of essential oil by solvent free microwave extraction enhanced with ultrasound pretreatment. *Molecules*. 2020; 25(18), 4072.
4. Khandare RD, Tomke PD, Rathod VK. Kinetic modeling and process intensification of ultrasound-assisted extraction of d-limonene using citrus industry waste. *Chemical Engineering and Processing-Process Intensification*. 2021; 159(1), 108181.
5. U.S. Food and Drug Administration (FDA) [Página principal en Internet], US Department of health, CFR - Code of Federal Regulations Title 21; 2021 [actualizada en marzo de 2022; acceso 20 agosto 2022]. [aprox. 19 pantallas]. Disponible en: <https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/CFRSearch.cfm?CFRPart=182&showFR=1>
6. Djordjevic D, Cercaci L, Alamed J, McClements DJ, Decker EA. Chemical and physical stability of citral and limonene in sodium dodecyl sulfate-chitosan and gum arabic-stabilized oil-in-water emulsions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 2007; 55(9), 3585-3591.
7. Ravichandran C, Badgujar PC, Gundev P, Upadhyay A. Review of toxicological assessment of d-limonene, a food and cosmetics additive. *Food and Chemical Toxicology*. 2018; 120(1), 668-680.
8. Varano A, Shirahigue LD, Azevedo FA, Altenhofen da Silva M, Ceccato-Antonini SR. Mandarin essential oil as an antimicrobial in ethanolic fermentation: Effects on *Limosilactobacillus fermentum* and *Saccharomyces cerevisiae*. *Letters in Applied Microbiology*. 2022; 74(6), 981-991.
9. Andriotis EG, Papi RM, Paraskevopoulou A, Achilias DS. Synthesis of d-limonene loaded polymeric nanoparticles with enhanced antimicrobial properties for potential application in food packaging. *Nanomaterials*. 2021; 11(1), 191.
10. Velázquez-Carriles CA, Carbajal-Arizaga GG, Silva-Jara JM, Reyes-Becerril MC, Aguilar-Uscanga BR, Macías-Rodríguez ME. Chemical and biological protection of food grade nisin through their partial intercalation in laminar hydroxide salts. *Journal of Food Science and Technology*. 2020; 57(9), 3252-3258.
11. Montaña-González PA. Hidroxisales laminares como materiales para la encapsulación de moléculas biológicamente activas y su posterior liberación modulada [tesis de Maestría]. Ciudad de México: Universidad Autónoma Metropolitana; 2019.
12. de Faria, JM, Muniz LA, Netto JFZ, Firak DS, De Sousa FB, da Silva Lisboa F. Application of a hybrid material formed by layered zinc hydroxide chloride modified with spiropyran in the adsorption of Ca<sup>2+</sup> from water. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2021; 631(1), 127738.
13. Wang X, Yu M, Li L, Fan X. Synthesis and morphology control of nano-scaled magnesium hydroxide and its influence on the mechanical property and flame retardancy of polyvinyl alcohol. *Materials Express*. 2019; 9(6), 675-680.
14. Martínez DR, Carbajal GG. Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología. *Avances en Química*. 2012; 7(1), 87-99.
15. Saoud KM, Saeed S, Al-Soubaihi RM, Bertino MF. Microwave assisted preparation of magnesium hydroxide nano-sheets. *American Journal of Nanomaterials*. 2014; 2(2), 21-25.
16. Dong H, Unluer C, Yang EH, Al-Tabbaa A. Recovery of reactive MgO from reject brine via the addition of NaOH. *Desalination*. 2018; 429(1), 88-95.
17. Ray J, MacNaughtan W, Chong PS, Vieira J, Wolf B. The effect of limonene on the crystallization of cocoa butter. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2012; 89(3), 437-445.

18. Boev B, Jovanovski G, Makreski P. Minerals from Macedonia. XX. Geological setting, lithologies, and identification of the minerals from Rzanovo Fe-Ni deposit. *Turkish Journal of Earth Sciences*. 2009; 18(4), 631-652.
19. Liu X, Sato T, Opiso E, Yoneda T. Adsorption and co-precipitation behavior of fluoride onto Mg-bearing minerals in Si-Al-Mg mineral system at hyperalkaline conditions. *Clay Science*. 2012; 16(2), 49-57.
20. Carré C, Zanibellato A, Jeannin M, Sabot R, Gunkel-Grillon P, Serres A. Electrochemical calcareous deposition in seawater. A review. *Environmental Chemistry Letters*. 2020; 18(4), 1193-1208.
21. Moore DE, Lockner DA. Comparative deformation behavior of minerals in serpentinized ultramafic rock: Application to the slab-mantle interface in subduction zones. *International Geology Review*. 2007; 49(5), 401-415.
22. Pan X, Wang Y, Chen Z, Pan D, Cheng Y, Liu Z, et al. Investigation of antibacterial activity and related mechanism of a series of nano-Mg(OH)<sub>2</sub>. *ACS applied materials & interfaces*. 2013; 5(3), 1137-1142.
23. Wang Y, Zhao J, Sha L, Zhu Y, Li X. Design of broad-spectrum antimicrobial polyethylene terephthalate fabrics by coating composited natural brucites. *Journal of Materials Science*. 2018; 53(3), 1610-1622.
24. Wang Y, Sha L, Zhao J, Li Q, Zhu Y, Wang N. Antibacterial property of fabrics coated by magnesium-based brucites. *Applied Surface Science*. 2017; 400(1), 413-419.
25. Zhu Y, Tang Y, Ruan Z, Dai Y, Li Z, Lin Z, et al. Mg(OH)<sub>2</sub> nanoparticles enhance the antibacterial activities of macrophages by activating the reactive oxygen species. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2021; 109(11), 2369-2380.



## ELABORACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO CON POLIETILENO DE TEREFTALATO PARA LA FABRICACIÓN DE BLOQUES

Development and characterization of a polyethylene terephthalate composite material for blocks manufacture

iD	Paúl Núñez Naranjo*
iD	Franco Palacios Pérez
iD	Edwin Taranto González
iD	Santiago Armijos Mena

Instituto Superior Tecnológico Tsachila, Mecánica Industrial, Santo Domingo, Ecuador.

\*luisnunez@tsachila.edu.ec

### RESUMEN

La fabricación de bloques con Polietileno de Tereftalato reciclado para la construcción de mampostería no portante, pretende determinar las características físicas y mecánicas del plástico para incluirlos en la mezcla con materiales tradicionales como son el cemento, agua y arena. Se elaboró bloques con dimensiones comerciales en la provincia de Santo Domingo de 40 x 20 x 10 cm con adición de plástico Polietileno de Tereftalato al 20, 40, 60 y 80 por ciento en sustitución del material pétreo grueso. Se realizaron ensayos de compresión y flexión para determinar las propiedades mecánicas de las probetas y compararlas con las características especificadas en la Norma Ecuatoriana de la Construcción y la norma NTE INEN 3066 que determinan los requisitos y métodos de ensayo para bloques de hormigón, también se determinó la inflamabilidad con la muestra al 40 por ciento de plástico reciclado basado en la norma BS EN ISO 11925-2:2010 y por último, se encontró la conductividad térmica del material compuesto, fundamentado en el estándar ISO 8302.

**Palabras Clave:** caracterización, bloques, propiedades físicas, propiedades mecánicas.

### ABSTRACT

Blocks manufacture with recycled Polyethylene Terephthalate, for the construction of non-bearing masonry, aims to determine the physical and mechanical characteristics of the plastic to include them in the mixture with traditional materials such as cement, water and sand. Blocks based on commercial specifications of 40 x 20 x 6 cm with the addition of Polyethylene Terephthalate plastic at 20, 40, 60 and 80% to replace the thick stone material are made in the province of Santo Domingo. Compression and bending tests are carried out to determine the mechanical properties of the specimens and compare them with the characteristics specified in the Ecuadorian Construction Standard and the NTE INEN 3066 standard that determine the requirements and test methods for concrete blocks. It is also determined the flammability with the sample at 40 percent recycled plastic based on the BS EN ISO 11925-2: 2010 standard. Finally, the thermal conductivity of the composite material based on the ISO 8302 standard is determined.

**Keywords:** characterization, blocks, physical properties, mechanical properties.

Fecha de recepción: 22-04-2022

Fecha de aceptación: 02-08-2022

Fecha de publicación: 04-04-2023

## I. INTRODUCCIÓN

Según lo nominado por Infante et al. 2019 (1), en el sector de construcción uno de los materiales más utilizados es el hormigón, debido a sus excelentes características físicas, como durabilidad, resistencia a la compresión y trabajabilidad del material en estado fresco. No obstante, su uso también acarrea unos grandes costes medioambientales, por la enorme cantidad de energía consumida y CO<sub>2</sub> liberado durante su fabricación. El alto índice de explotación de los recursos naturales por la población ha llevado a un impacto perjudicial al medio ambiente y a toda la biodiversidad. La explotación de los recursos naturales es utilizada en la fabricación de materiales por el sector de la construcción de viviendas. Con el ímpetu de dar un aporte a la solución de este problema se ha escogido esta temática a investigar acerca del uso del plástico reciclado (2) en la construcción de bloques de Polietileno de Tereftalato (PET). Teniendo en cuenta que en el país los bloques de concreto son el principal elemento en la construcción de paredes y viviendas.

En el estudio llevado a cabo por Da Silva, et al. 2021 (3), recomiendan que el suelo utilizado para la fabricación de mampostería debe ser el adecuado de acuerdo con su granulometría y la distribución de las partículas, razón por la cual se debe tomar en consideración el diámetro del plástico (4) para no interferir en los resultados. Por otro lado, Spósito et al. 2020 (5), establecen los agregados que deben incorporarse a la mezcla para la producción de hormigón de alta resistencia utilizando en este estudio muestras con cemento, agregado fino, grueso, agua y Cemento Portland (Tipo I).

La producción mundial de plástico está creciendo rápidamente y para 2030 el mundo puede producir alrededor de 619 millones de toneladas de plástico por año. El aporte que se pretende brindar durante la investigación es de gran valor, mediante la utilización del plástico PET (6) reciclado como material compuesto e indispensable en la fabricación de bloques de construcción.

Según Salazar et al. 2013 (7) los bloques de concreto fabricados con PET en su composición sirven para brindar un confort térmico tanto en épocas frías y calientes, esto debido a la característica del plástico para actuar como un aislante, también se encontró que utilizaron bloques de concreto con resistencia a la compresión de 6.6 MPa para edificar muros portantes en una vivienda.

El Instituto Nacional de Estadísticas y Censos en Santo Domingo de los Tsáchilas indica que el promedio de residuos recolectados al día es de 346 toneladas, cabe indicar que en la localidad los residuos plásticos no son reutilizados. Sin embargo, la utilización del plástico PET reciclado por su fácil manipulación y la estructura de la modelación con elevadas temperaturas, se fija como una opción precisa en la construcción de los bloques PET como materia prima y a su vez incrementarían los porcentajes de reciclaje ayudando a la reducción del impacto ambiental (8).

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Ensayo de Granulometría

Para al ensayo de granulometría se tomó en consideración la norma NTE INEN 696:11 que establece el método de ensayo para la distribución

granulométrica para las partículas de áridos finos y gruesos por tamizaje como se indica en la tabla 1.

TAMIZ	Mn	PESO RET/ACUM	%RETENIDO	% QUE PASA
3"	76.200	0.00	0.00	100.00
1 ½"	38.100	0.00	0.00	10.00
1"	25.400	1261.80	11.66	88.34
¾"	19.050	3292.10	30.43	69.57
½"	12.700	4644.20	42.92	57.08
3/8"	9.530	5273.10	48.74	50.05
N 4	4.760	5404.50	49.95	
N 10	2.000	448.30	44.91	5.14
N 40	0.420	496	49.69	0.36
N100	0.149	497.6	49.85	0.20
N200	0.074	498.80	49.97	0.08
PASA N200			0.00.808	
TORAL ARENAS		499.60		
GRAN PESO TOTAL	10819.90	Peso cuarteo antes de lavado		499.60
Peso de lavado		Peso cuarteo después de lavado		498.80
Total-diferencia		Diferencia o pasa tamiz 200		0.80

Tabla 1. Tamizaje y propiedades de los áridos

Se realizaron los bloques partiendo del análisis granulométrico de los agregados gruesos del material pétreo (9), mediante el método cuantitativo se procede a añadir el agua, cemento y como sustituto de la piedra pómez el plástico PET triturado. Para determinar las propiedades físicas y mecánicas de los bloques se fabricaron los bloques agregando a la mezcla el 20, 40, 60 y 80 por ciento de plástico como se muestra en la figura 1, comparándolo con los bloques tradicionales por medio de ensayos de compresión, flexión y análisis térmicos.

Se tomó como referente la Normativa Ecuatoriana de Construcción para comparar los datos y estándares para la fabricación de bloques, los ensayos se realizaron en laboratorios acreditados con la finalidad de obtener datos fidedignos y evitar errores en la interpretación de estos.



Figura 1. Probetas para ensayos de compresión y flexión

## 2.2 Ensayo de Compresión

Para realizar el ensayo de resistencia a la compresión se utilizó la norma ASTM C-140/ NTE INEN 3066 (10), en la que se establecen los requisitos mínimos y los métodos de ensayo para bloques fabricados con cemento, agua y áridos los cuales pueden tener o no aditivos.

Para este ensayo lo que recomienda la norma, es tomar tres muestras de cada uno de los porcentajes de sustitución del PET, por lo que se toman muestras sin imperfecciones (11) con 28 días de curado, utilizando una máquina universal se procede a realizar las pruebas con los bloques tradicionales y las probetas al 20%, 40%, 60% y 80%.

## 2.3 Ensayo de Flexión

Para realizar el ensayo de resistencia a la flexión se basó en la norma ASTM C-78/ NTE INEN 2554 (12), en la que se establecen los requisitos mínimos y los métodos de ensayo para determinar la resistencia a la flexión del hormigón.

Para este ensayo lo que recomienda la norma es tomar tres muestras de cada uno de los porcentajes de sustitución del PET, por lo que se toman muestras sin imperfecciones con 28

días de curado (13,14), utilizando una máquina universal se procede a realizar las pruebas con 20%, 40%, 60% y 80%. Para determinar el módulo de rotura se deben señalar los tercios del bloque para identificar en cual tercio se fractura la probeta como se indica en la figura 2.



Figura. 2. Ensayo de flexión

## 2.4 Ensayo de Inflamabilidad

El ensayo de inflamabilidad se lo realizó exponiendo las probetas a llama directa durante 30 segundos mediante el método BS EN ISO 11925-2:2010 (15), utilizando un mechero, porta muestra y ducto de extracción de aire. Para las mediciones se utilizaron un pie de rey (IM-111); Cronómetro (EM-226); Termo higrómetro (EM-079) con condiciones de Temperatura (máx./mín.): 22.6 y 21.8 °C y de Humedad (máx./mín.):

53.6 y 51.7 %.

## 2.5 Ensayo de Conductividad Térmica

En el caso de la conductividad térmica se la realizó con una muestra de 150X150x50 mm con 40% de mezcla, fundamentado en la norma ISO 8302 (16) con un rango de temperatura de 10 a 40 grados centígrados, usando un medidor de conductividad térmica (17,18) entre placas calientes con un diferencial de placas de 15 °C.

## III. RESULTADOS

### 3.1 Resistencia a la compresión

El número de muestras utilizadas fueron 15 probetas, de las cuales para el análisis de la resistencia a la compresión se efectuaron las dosificaciones (19) de 20%, 40%, 60%, 80% de PET como sustituto del árido grueso y con el bloque tradicional sin ninguna dosificación de PET, cumpliendo con la normativa NTE-INEN 3066. En la tabla 2 se detallan los esfuerzos promedios para cada una de las probetas.

Resistencia a la compresión							
Dosificación PET	Probeta N°	Largo (a)	Ancho (b)	Espesor (c)	Carga	Esfuerzo	Esfuerzo Promedio
		cm	cm	cm	(KN)	MPa	MPa Promedio
Bloque hueco normal	1	40	20	10	64.50	1.89	1.92
	2	40	20	10	53.60	1.57	
	3	40	20	10	78.40	2.29	
Bloque hueco con 20% de PET	4	40	20	10	70.20	2.05	2.53
	5	40	20	10	96.30	2.82	
	6	40	20	10	92.90	2.73	
Bloque hueco con 40% de PET	7	40	20	10	99.10	2.9	2.77
	8	40	20	10	98.40	2.88	
	9	40	20	10	86.00	2.52	
Bloque hueco con 60% de PET	10	40	20	10	88.10	2.58	2.18
	11	40	20	10	75.10	2.2	
	12	40	20	10	59.70	1.75	
Bloque hueco con 80% de PET	13	40	20	10	49.60	1.45	1.39
	14	40	20	10	55.10	1.61	
	15	40	20	10	37.87	1.11	

Tabla 2. Resultado del ensayo de resistencia a la compresión-Laboratorio de Ingeniería Civil-UTA

Los esfuerzos promedios con cada dosificación se determinaron en la figura 3.

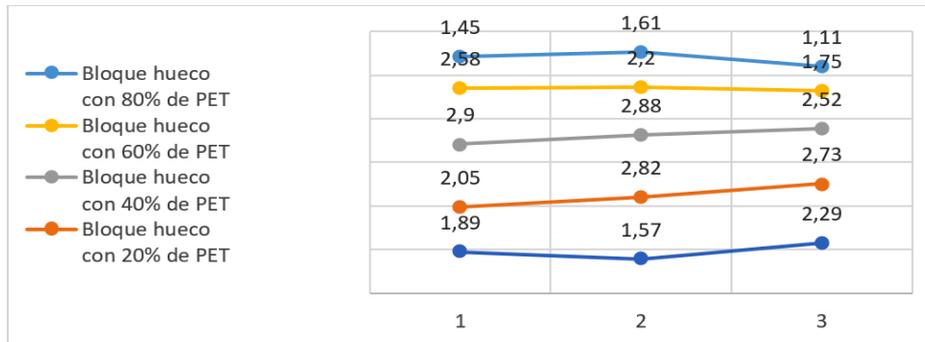


Figura 3. Resistencia a la compresión con diferentes dosificaciones de PET-Laboratorio de Ingeniería Civil-UTA

También se realizó una comparación del esfuerzo promedio y la relación de este respecto al peso de las probetas como se detalla en la tabla 3.

Identificación	Bloque hueco tradicional	Bloque hueco con 20% de PET	Bloque hueco con 40% de PET	Bloque hueco con 60% de PET	Bloque hueco con 80% de PET
Esfuerzo (MPa)	1.92	2.53	2.77	2.18	1.39
Peso (lb)	25	23.44	22.72	19.08	16.76

Tabla 3. Comparación ensayo de compresión vs. Peso

La normativa NTE INEN 3066, detalla un estándar mínimo de resistencia a la compresión que deben cumplir los bloques tipo A, B y C para uso y comercialización (20), enunciados en la tabla 4. Los bloques elaborados para la investigación son del tipo C.

Descripción	Resistencia mínima a la compresión (MPa)		
	Clase A	Clase B	Clase C
Por bloque	12.4	3.5	1.4

Tabla 4. Resistencia mínima a la compresión

Los resultados obtenidos de resistencia a la compresión por parte de las configuraciones son

las siguientes: 1.92 MPa (bloque hueco normal), 2.53 MPa (bloque hueco con 20% de PET), 2.77 MPa (bloque hueco con 40% de PET), 2.18 MPa (bloque hueco con 60% de PET), 1.39 MPa (bloque hueco con 80% de PET).

### 3.2 Resistencia a la flexión

Se determinó el grado de ductilidad de los bloques en cada una de las probetas con las dosificaciones determinadas de PET con 20%,40%,60%, 80% y el bloque tradicional sin ninguna dosificación de PET como se muestra en la tabla 5.

Dosificación PET	Probeta N°	Resistencia a la Flexión					
		Largo (a)	Ancho (b)	Espesor (c)	Carga	Modulo de Rotura	Modulo de rotura Promedio
		cm	cm	cm	( KN )	MPA	MPA Promedio
Bloque hueco normal	1	40	20	10	3.82	0.29	0.24
	2	40	20	10	2.52	0.19	
	3	40	20	10	2.96	0.23	
Bloque hueco con 20% de PET	4	40	20	10	3.5	0.22	0.23
	5	40	20	10	4.47	0.2	
	6	40	20	10	3.69	0.26	
Bloque hueco con 40% de PET	7	40	20	10	7.46	0.47	0.47
	8	40	20	10	6.40	0.5	
	9	40	20	10	5.47	0.44	
Bloque hueco con 60% de PET	10	40	20	10	5.17	0.19	0.15
	11	40	20	10	5.58	0.13	
	12	40	20	10	4.61	0.12	
Bloque hueco con 80% de PET	13	40	20	10	4.88	0.14	0.14
	14	40	20	10	5.01	0.17	
	15	40	20	10	4.99	0.12	

Tabla 5. Resultado del ensayo de resistencia a la flexión-Laboratorio de Ingeniería Civil-UTA.

Los resultados promedios del módulo de rotura de cada una de las probetas se compararon en la figura 4.

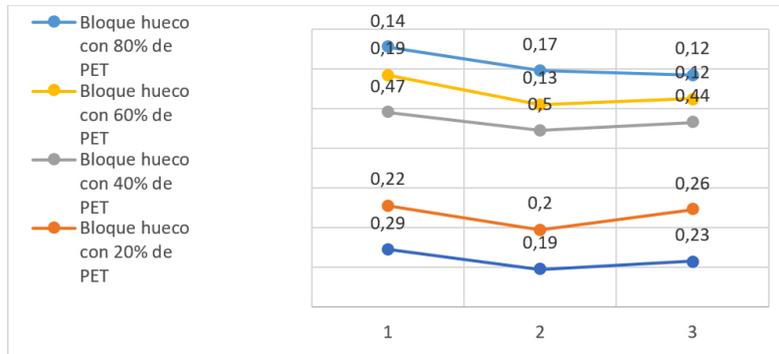


Figura 4. Resistencia a la flexión con diferentes dosificaciones de PET-Laboratorio de Ingeniería Civil-UTA

Se realizó una comparación del módulo de rotura y la influencia que tiene el peso de las probetas, como se detalla en la tabla 6.

Identificación	Bloque hueco tradicional	Bloque hueco con 20% de PET	Bloque hueco con 40% de PET	Bloque hueco con 60% de PET	Bloque hueco con 80% de PET
Módulo de rotura (MPa)	0.24	0.23	0.47	0.15	0.14
Peso (lb)	25	23.44	22.72	19.08	16.76

Tabla 6. Comparación ensayo de flexión vs. Peso

### 3.3 Comparativa entre ensayo de resistencia a la compresión y flexión

Esta gráfica permitió analizar el comportamiento de cada configuración de composite frente a las cargas de compresión y flexión a las cuales fueron sometidas durante los ensayos. La evaluación de la figura 5 permitió determinar que la configuración de composite más resistente a

flexión y compresión es la del bloque hueco con 40% PET.

Ordenando de forma descendente según la resistencia a flexión y compresión, las configuraciones de composite fueron las siguientes: bloque hueco con 40% PET, bloque hueco con 20% PET, bloque hueco con 60% PET, bloque hueco tradicional, bloque hueco con 80% PET.

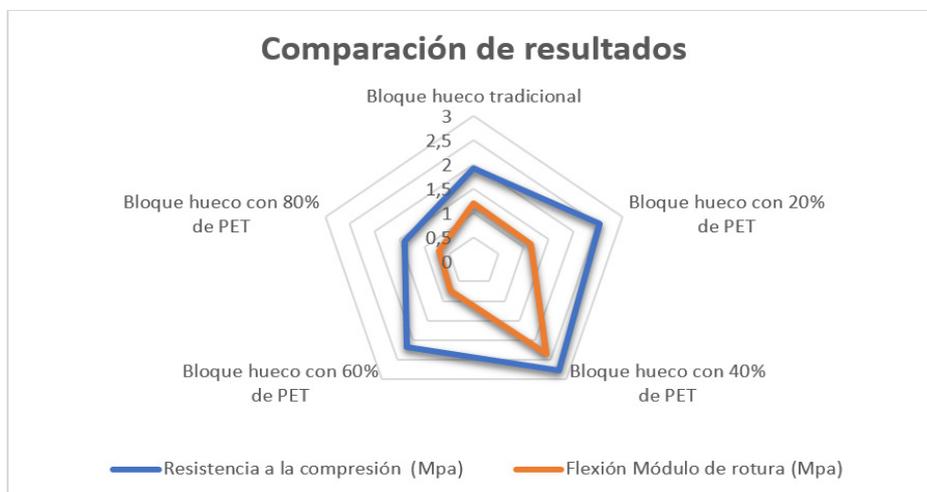


Figura 5. Análisis resultados compresión y flexión

### 3.4 Conductividad Térmica

La prueba se realizó en el laboratorio de ensayos térmicos y eficiencia energética de la ESPOL, la muestra compuesta utilizada fue de PET con 40%, de acuerdo a la tabla 7, el resultado obtenido fué de 0.253 W/m-k, el ensayo cumple con la normativa NEC.

Conductividad térmica con dosificación del 40% de PET							(NEC)
Código	Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Peso (g)	Densidad (Kg/m <sup>3</sup> )	Conductividad térmica W/m-k	Conductividad térmica W/m-k
2109004	154	154	47.7	1.758	1.758	0.253	0.52

Tabla 7. Ensayo de Conductividad Térmica-LABET- ESPOL

En la comparación del bloque PET con la Normativa Ecuatoriana de la Construcción NEC

Material	Conductividad (W/m-k)
<b>Bloque hueco 40% PET</b>	0.253
Hormigón	1.40
Hormigón armado	1.63
Bloque de concreto	0.62
Bloque hueco hormigón M	0.49
Bloque hueco hormigón P	0.56
Ladrillo común	0.80
Bloque hormigón ligero macizo	0.33
Bloque hormigón ligero	0.56

Tabla 8. Conductividad térmica de materiales de construcción NEC- HS-EE

Se pudo verificar que la conductividad térmica (21) del composite con 40% PET es inferior a todos los otros materiales tradicionales de construcción con los que se comparó, como se muestra en la tabla 8.

### 3.5 Inflamabilidad

El ensayo de inflamabilidad se realizó en el laboratorio de materiales de la ESPOL, se tomaron cuatro muestras con dosificaciones del 40% de PET y con un tiempo de quemado de 30 segundos por cada muestra, los resultados obtenidos se muestran en la tabla 9, con un tiempo promedio de quemado de 23.62 segundos.

Inflamabilidad					
Criterios de evaluación	Código de submuestras				Tiempo promedio de quemado
	21-6164-1	21-6164-2	21-6164-3	21-6164-4	
¿Se produce la ignición en la superficie de la muestra?	Sí, desde los 17.96 segundos	Sí, desde los 28.10 segundos	Sí, desde los 26.15 segundos	Sí, desde los 22.26 segundos	23.62 segundos
¿La llama alcanzó un recorrido de 150 mm por encima de su punto de aplicación inicial?	NO	NO	NO	NO	NO
¿Se observó presencia de caída de gotitas o partículas en llamas?	NO	NO	NO	NO	NO
Otras observaciones del comportamiento de las submuestras	El inicio de la ignición ocurre con la aglomeración de partículas oscuras como se muestra en la fotografía 1b.				

Tabla 9. Ensayo de Inflamabilidad-Laboratorio de evaluación de materiales ESPOL

#### IV. DISCUSIÓN

En los hallazgos reportados por los ensayos de resistencia a la compresión, se pudo determinar que la configuración que más resistió es la que posee 40% de PET como sustituto del material pétreo grueso, al ser comparados con la norma INEN 3066 (10) se lo selecciona para realizar los ensayos de flexión, conductividad térmica e inflamabilidad ya que encajan como bloques del tipo C debido a su resistencia. Además, se logró establecer que, si agregamos más de 40% de PET al material compuesto, este empieza a reducir su resistencia (22), llegando al punto de ser inferior al bloque tradicional como se detalla en la tabla 2.

Se consiguió verificar que el bloque hueco con 80% de PET, no cumple con la resistencia mínima especificada en la norma INEN 3066, esto debido a que está sobre saturada de PET, pero el resto de las configuraciones cumplen con los requisitos de resistencia a la compresión, esto es favorable ya que indica que los bloques pueden ser utilizados y soportar las cargas necesarias para comercializarse.

Analizando los resultados de resistencia a la flexión, se pudo verificar que la configuración que más resistió es la que posee 40% de PET en su composición, ratificando que esta composición, es la seleccionada para realizar los demás ensayos. La normativa INEN 2554 (12) establece que la probeta con mayor módulo de rotura es la que mejor comportamiento tiene para trabajar con cargas a flexión, por ende, tiene mayor flexibilidad. Si agregamos más de 40% de PET al material compuesto, empieza a reducir su resistencia, llegando al punto de ser inferior al bloque tradicional, es decir el material pierde características mecánicas si lo sobresaturamos de PET.

Al tener el composite al 40% mejor comportamiento a compresión y flexión se realizó el ensayo de inflamabilidad, determinando que no existió caída de gotas o partículas en llama, mostrando

que es óptimo para utilizarse en la industria de la construcción por su resistencia al fuego directo.

Por último, en el ensayo de conductividad térmica se determinó que, debido a su bajo coeficiente para conducir el calor, los bloques con PET al 40% pueden ser fabricados y usados en construcciones de zonas climáticas húmedas y muy calurosas (23), permitiendo obtener confort térmico al interior de las viviendas. Debido a sus propiedades térmicas puede utilizarse para construcciones industriales donde se requiera materiales con baja conductividad térmica (24,25), ya que el material impide el flujo de calor, evitando las pérdidas de este.

#### V. CONCLUSIONES

1. Las muestras que fueron sometidas al ensayo de compresión y que soportaron mayor carga con un promedio de 2.77 MPa son los bloques huecos de 40% de PET como sustituto del árido grueso, razón por la cual se seleccionan para realizar los ensayos de inflamabilidad y de conductividad térmica.
2. Se pudo identificar que las probetas al 40% de PET y con una edad de 28 días de curado son las más resistentes al ensayo de flexión con un módulo de rotura de 0,47 MPa, por lo que se eligen como idóneas para realizar los demás ensayos.
3. En la realización del ensayo de inflamabilidad, se sometió 4 probetas al método BS EN ISO 11925-2:2010 ubicando éstas a 45° respecto a la llama directa, teniendo una marca referencial de 40 mm y un promedio de ignición de las muestras de 23,62 s.
4. No se observó la presencia de caída de gotas o partículas de llamas, así como tampoco hubo un recorrido por encima de su punto de aplicación inicial de 150 mm como referencia.
5. El ensayo térmico permitió determinar las propiedades físicas de los bloques como el peso con un valor de 1988.70 g, densidad igual a 1758 kg/m<sup>3</sup> para la composición con Polietileno de Tereftalato reciclado al 40%.



6. Se estableció la conductividad térmica de los bloques con un valor de  $0.253 \text{ W/m}\cdot\text{K}^\circ$ , por lo que este material es idóneo para ser usado en climas húmedos y muy calurosos debido a su baja conductividad térmica.

## VI. AGRADECIMIENTOS

El agradecimiento de este proyecto de investigación va dirigido al Instituto Superior Tecnológico Tsa'chila, a los docentes de la carrera de Mecánica Industrial que aportaron con su

valiosa experiencia y a los alumnos que con sus trabajos de Integración Curricular hicieron posible la realización de este. Demostrando que si se trabaja en equipo se puede realizar cualquier proyecto que nos propongamos.

## VII. CONFLICTO DE INTERESES

No existen intereses particulares por parte de los autores o de la entidad científica que pudiesen afectar directa o indirectamente a los resultados.

## VIII. REFERENCIAS

1. Infante J, Valderrama C. Análisis Técnico, Económico y Medioambiental de la Fabricación de Bloques de Hormigón con Polietileno Tereftalato Reciclado (PET). Inf Tecnol [Internet]. 2019 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.cl> DOI: 10.4067/S0718-07642019000500025
2. Vanini G, de Castro E, da Silva Filho E, Romão W. Despolimerização química de PET grau Garrafa pós-consumo na presença de um catalisador catiônico, o brometo de hexadeciltrimetilamônio (CTAB) [Internet]. 3ra ed. 2013 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.4322/polimeros.2013.084
3. Da Silva T, Cecchin D, Garcez A, Valadão I, Alexandre J, da Silva F et al. Artículo Caracterización Tecnológica del PET—Polietileno Tereftalato—Ladrillos de Suelo-Cemento Adicionados. 1ra ed. Río de Janeiro: Rossana Bellopede; 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14175035>
4. Ajede A. El aprovechamiento de los residuos plásticos granulados en el hormigón estructural. Rev Cien de la Vid [Internet]. 2019 [citado el 17 de junio de 2022]. Disponible en: <https://journals.co.za/doi/abs/10.1080/20421338.2017.1414111>. URI: <https://hdl.handle.net/10520/EJC-e464b9a0f>
5. Spósito F, Higuti R, Tashima M, Akasaki J, Melges J, Assunção C et al. Incorporación de residuos de PET en morteros de enlucido a base de cemento portland/cal hidratada. S Direc [Internet]. 2022 [citado el 17 de junio de 2022]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2352710220302977>. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.JOBE.2020.101506>
6. De Cássia E, Agnelli J, Rossi R. Poli(Etileno Naftalato) - PEN: uma revisão do seu histórico e as principais tendências de sua aplicação mundial [Internet]. 2ª ed. 1998 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/S0104-14281998000200009
7. Salazar E, Londoño J, Yepes, C. Desarrollo De Un Módulo Habitacional a Partir De Materiales Reciclados. Sci Et Tech [Internet]. 2013 [citado 17 junio 2022]; 18: 247–252. Disponible en: <https://doi.org/https://revistas.utp.edu.co/index.php/revistaciencia/article/view/1671>
8. Aparecida dos Santos C, Gonçalves A, Cintra A, Da Silva L, Rossi A, Oliveira H et al. Processo de reciclagem químico de PET em meio alcalino: efeito da concentração do ion hidróxido, da cor do PET and do tempo of reação [Internet]. 4ª ed. Revistam; 2018 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620180004.0566>

9. Tuero R, López A. Evaluación comparativa de las propiedades físico-mecánicas de bloques de concreto no estructurales con la sustitución de agregados pétreos por agregados pet en porcentajes de 5%, 10%, 15%, 20%, 25% y 30% curados por inmersión y comparados con un bloque de concreto patrón [Ingeniero Civil]. Universidad Andina del Cuzco - Facultad de Ingeniería y Arquitectura Escuela Profesional de Ingeniería Civil; 2016. URI: <https://hdl.handle.net/20.500.12557/705>
10. Servicio Ecuatoriano de Normalización. Bloques de hormigón. Requisitos y métodos de ensayo. 11ª ed. [libro electrónico] Quito: INEN. Disponible en: <[http://chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfefindmkaj/viewer.html?pdfurl=https%3A%2F%2Fvipresa.com.ncontent%2Fuploads%2F2019%2F02%2Fnte\\_inen\\_3066.pdf&clen=823414&chunk=true](http://chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfefindmkaj/viewer.html?pdfurl=https%3A%2F%2Fvipresa.com.ncontent%2Fuploads%2F2019%2F02%2Fnte_inen_3066.pdf&clen=823414&chunk=true)> [Consultado el 21 de abril de 2022].
11. Perera S, Arulrajah A, Choy Wong Y, Horpibulsuk S, Maghool F. Utilización de mezclas de PET reciclado con desechos de demolición como materiales de construcción. S Direc [Internet]. 2019 [citado el 17 de junio de 2022];(14). ¡Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S095006181931462X#!>. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.06.047>
12. Instituto Ecuatoriano de Normalización. Determinación de la resistencia a la flexión del hormigón. (utilizando una viga simple con carga en los tercios) . [Internet]. 1ra ed. Quito; 2011 [citado el 16 de junio de 2022]. Disponible en: <https://www.normalizacion.gob.ec>
13. Pelisser F, Klegues O, Gleize P, Ramos H. Propiedades mecánicas de las fibras de PET recicladas en hormigón [Internet]. 4ª ed. Criciúma; 2012 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/S1516-14392012005000088
14. Bamigboye G, Tarverdi K, Wali E, Bassey D, Jolayemi K. Efectos de diferentes sistemas de curado sobre la resistencia y durabilidad del hormigón modificado con PET reciclado. Gac Tec [Internet]. 2021 [citado el 17 de junio de 2022]. Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12633-020-00898-0>. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12633-020-00898-0>
15. Normalización Española. Ensayos de reacción al fuego de los materiales de construcción. Inflamabilidad de los productos de construcción cuando se algunos a la acción directa de la llama. Parte 2: ensayo con una fuente de llama única. (ISO 11925-2:2010, IDT). 1ra ed. [libro electrónico] Quito: INEN. Disponible en: <[http://chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfefindmkaj/viewer.html?pdfurl=https%3A%2F%2Fwww.normalizacion.gob.ec%2Fbuzon%2Fnormas%2Fnte\\_inen\\_iso\\_11925\\_2.pdf&chunk=true](http://chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcgiclfefindmkaj/viewer.html?pdfurl=https%3A%2F%2Fwww.normalizacion.gob.ec%2Fbuzon%2Fnormas%2Fnte_inen_iso_11925_2.pdf&chunk=true)> [Consultado el 21 de abril 2022].
16. Organización Internacional de Normalización. Determinación de la resistencia al calor en estado estacionario y propiedades relacionadas - Primera edición del aparato de placa caliente blindada. (ISO 8302). 1ra ed. ISO. Disponible en: <https://www.iso.org/standard/15422.html>
17. Borbón A, Cabanillas R, Pérez J. Determinación Experimental y Contraste Numérico de la Resistencia Térmica de un Muro de Bloques de Concreto Hueco. 21ª edición. Baja California: Scielo. 2010. DOI: S0718-07642010000600017
18. De Paoli M, Spinacé M, Romão W. Poli(tereftalato de etileno), PET: uma revisão sobre os processos de síntese, mecanismos de degradação e sua reciclagem [Internet]. 2ª ed. 2009 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI:10.1590/S0104-14282009000200009



19. Villar J, Cerna, L, Salvador B. Adición del Tereftalato de Polietileno (PET) en las propiedades físicas y mecánicas en un bloque de concreto, Trujillo, 2020. Facultad de Ingeniería y Arquitectura Escuela Académico Profesional de Ingeniería Civil; 2020. URI: <https://hdl.handle.net/20.500.12692/61794>
20. Lima J, Nogueira da Costa H, Cândido L, Bezerra A. Análise das propriedades físicas e mecânicas de blocos de concreto prensados sem função estrutural com incorporação de PET reciclado [Internet]. 1ra ed. Rio de Janeiro; 2022 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/s1517-707620190002.0672
21. Farias I, Loureiro O, O. C, Canedo L, de Carvalho L, de L. Silva S. Efeito de diferentes tipos de argilas e modificadores orgânicos na morfologia e propriedades térmicas dos nanocompósitos de PET. P Cien e Tecno [Internet]. 2011 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/S0104-14282011005000035
22. Mayorga D, Pérez J, Tapia I, Flores J, Miranda G, Sánchez A. Caracterización del Material Presente en la Mina de la Comunidad Sucre como Material Alternativo para la Fabricación de Bloques Tipo Ladrillo con Pet. P de Conoci [Internet]. 2022 [citado el 20 de abril de 2022]. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es> DOI: 10.23857/pc.v7i2.3648
23. Ministerio de Desarrollo Urbano y Vivienda. Norma Ecuatoriana de la Construcción Eficiencia Energética. [Internet]. 1ra ed. Quito; 2018 [citado el 25 de junio de 2022]. Disponible en: <https://www.habitatyvivienda.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2019/03/NEC-HS-EE-Final.pdf>
24. Novack K, Stellet C, Gomes A. Efeito compatibilizante de copolímeros contendo segmentos líquido-cristalinos em misturas com poli(tereftalato de etileno) e um poliéster líquido-cristalino termotrópico (TLCP) [Internet]. 4ª ed. 1999 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/S0104-14281999000400003
25. Nunes R, Sade W, Branco J. Atrito e desgaste de recubrimientos de PET, politeraftalato de etileno, pós-consumo procesados por aspersion térmica [Internet]. 3ra ed. M Gerais; 2022 [citado el 21 de abril de 2022]. Disponible en: <https://www.scielo.br> DOI: 10.1590/S0104-14282007000300015



## ADHERENCIA TERAPÉUTICA EN DIABÉTICOS TIPO 2 DE UN CENTRO DE SALUD DE ECUADOR

Therapeutic adherence in type 2 diabetics at a health center in Ecuador

 <sup>1</sup> Aida Adriana Miranda Barros\*

 <sup>2</sup> Sisa Pakari Gualán Sarango

<sup>1</sup> Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH), Facultad de Ciencias, Grupo de Investigación GITAFEC, Riobamba, Ecuador.

<sup>2</sup> Bioquímica Farmacéutica independiente, Ecuador.

\* [aida.miranda@esPOCH.edu.ec](mailto:aida.miranda@esPOCH.edu.ec)

### RESUMEN

Este estudio determinó la adherencia terapéutica en diabéticos Tipo 2 de un centro de salud de Ecuador. Se incluyeron 52 pacientes que aceptaron formar parte del estudio. Se elaboró un cuestionario estructurado por tres secciones para la recolección de datos, la primera indagó información sociodemográfica, la segunda contiene el test de Morisky-Green-Levine, y la tercera identificó factores que intervienen en la adherencia terapéutica. Todos los datos recolectados fueron representados mediante el Statistical Program for Social Sciences (SPSS) versión 25 y para valorar la influencia de la polimedición en la adherencia terapéutica, se empleó la prueba de Chi-cuadrado con un nivel de significancia del 0,05. Como resultados se demostró que el 56,25 % de los pacientes no fueron adherentes al tratamiento, y que la adherencia no dependía de la cantidad de medicamentos consumidos por día. El factor que influyó en mayor porcentaje al cumplimiento terapéutico fue el convencimiento de la importancia de darle continuidad al tratamiento (96,87%). Finalmente, se reafirma la falta de adherencia terapéutica en pacientes con diabetes mellitus tipo 2, por lo que es importante crear estrategias a nivel sanitario que contribuyan a la promoción y prevención de este tipo de enfermedades.

**Palabras clave:** *Diabetes mellitus Tipo 2, adherencia terapéutica, tratamiento.*

### ABSTRACT

This study determined therapeutic adherence in Type 2 diabetics in a health center in Ecuador. Fifty-two patients who agreed to take part in the study were included. A three-section structured questionnaire was developed for data collection: the first section inquired about sociodemographic information, the second section contained the Morisky-Green-Levine test, and the third section identified factors involved in therapeutic adherence. All the data collected were represented using the Statistical Program for Social Sciences (SPSS) version 25 and the Chi-square test with a significance level of 0.05 was used to assess the influence of polymedication on therapeutic adherence. The results showed that 56.25% of the patients were not adherent to treatment, and that adherence did not depend on the number of drugs consumed per day. The factor that had the greatest influence on therapeutic adherence was the conviction of the importance of continuing treatment (96.87%). Finally, the lack of therapeutic adherence in patients with type 2 diabetes mellitus is reaffirmed, and it is therefore important to create strategies at the health care level that contribute to the promotion and prevention of this type of disease.

**Keywords:** *Type 2 diabetes mellitus, therapeutic adherence, treatment.*

**Fecha de recepción:** 08-03-2022

**Fecha de aceptación:** 21-04-2022

**Fecha de publicación:** 28-03-2023



## I. INTRODUCCIÓN

La diabetes mellitus (DM) es una enfermedad no transmisible que cada vez es más incorporada en las políticas de salud de varios países a nivel mundial, por su larga duración y su progresión lenta (1). A pesar de esto sigue considerándose como uno de los problemas de salud pública, por sus costos, sus complicaciones y su relación con otras enfermedades crónico-degenerativas (2) (3).

Se ha encontrado que más de 371 millones padecen de DM en el mundo y que cada año se producen 4,8 millones de muertes por complicaciones de esta enfermedad (4). En España, hay un porcentaje preocupante de personas con DM en mayores de 18 años (13,8%). En México se reportaron 418,797 pacientes diagnosticados con DM en el año 2012 (1). En Ecuador se han reportado 63 104 defunciones generales por diabetes e hipertensión y 4 695 muertes, convirtiéndose en una de las principales causas de mortalidad en el país (5).

La diabetes mellitus tipo 2 (DM2) es la más prevalente a nivel mundial, en la cual el organismo no utiliza la insulina de manera eficaz (6). Para que el paciente lleve una mejor calidad de vida con esta enfermedad debe cumplir estrictamente su tratamiento, el mismo que consiste en 4 aspectos fundamentales: la dieta, la actividad física, terapia farmacológica y educación diabetológica (7)(8).

Un problema que acompaña a estos pacientes es la falta de adherencia que tienen al tratamiento, lo que puede agravar las condiciones de vida de los pacientes. Se conoce como adherencia terapéutica a todas las normas y consejos a los que se debe acogerse un paciente, incluyendo tratamientos farmacológicos como no farmacológicos, para tratar de llevar un mejor estilo de vida (4)(9).

Se ha encontrado que la falta de adherencia se sitúa entre el 30 y el 51% en los pacientes con DM2 que toman antidiabéticos orales y de cerca del 25% en pacientes insulinizados. Una revisión evidenció un 42 % de falta de adherencia en pacientes con diabetes (7). Con todos estos antecedentes en este estudio se pretende identificar el porcentaje de adherencia terapéutica en pacientes con diabetes mellitus tipo 2 de un centro de salud de Ecuador, además, determinar los factores que influyen en el cumplimiento de esta.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio fue prospectivo, transversal, descriptivo y observacional. La muestra estuvo conformada por 51 pacientes pertenecientes al grupo de diabéticos del Centro de Salud Urbano Saraguro hasta abril de 2020, utilizando un muestreo probabilístico aleatorio simple. La investigación se llevó a cabo mediante entrevistas con visitas domiciliarias tomando en cuenta los siguientes criterios de inclusión: pacientes de ambos sexos con diagnóstico de DM2, que lleven tratamiento farmacológico oral y que deseen participar en el estudio mediante la firma de un consentimiento informado. Además, se contó con la autorización de la institución.

Para la recolección de datos se elaboró un cuestionario que facilita obtener información, dividido en tres secciones, la primera indaga la información sociodemográfica de los pacientes con DM2, la segunda contiene el test de Morisky-Green-Levine para medir el grado de adherencia terapéutica (10), el mismo que presenta cuatro preguntas con respuestas de SI/NO. La última parte consta de preguntas que ayudan a la identificación de los factores que intervienen en la adherencia al tratamiento terapéutico, tomando en cuenta que la adherencia es un factor multidimensional se consideraron factores socioeconómicos, los relacionados con el paciente, relacionados con la terapia y relacionados con el equipo de salud (11).

La sección uno y tres del instrumento fue validado por juicios de expertos, en donde participaron 10 profesionales con amplios conocimientos en la materia. Por otro lado, todos los datos recolectados fueron representados mediante el Statistical Program for Social Sciences (SPSS) versión 25 y para identificar la influencia de la complejidad del tratamiento en la adherencia terapéutica, se empleó la prueba de Chi-cuadrado con un nivel de significancia del 0,05.

## III. RESULTADOS

De los 51 pacientes, el 62 % (n=32) cumplieron con criterios de inclusión, de esta población el 59,3 % (n=19) fueron de género femenino y el 40,7 % (n=13) masculino. Toda la información sociodemográfica se encuentra en la Tabla 1.

		Frecuencia n=32	Porcentaje %
Género	Masculino	13	40,7
	Femenino	19	59,3
Grupo etario	40-49	3	9,4
	50-59	7	21,9
	60-69	13	40,6
	70 en adelante	9	28,1
Escolaridad	Primaria	15	46,9
	Secundaria	7	21,9
	Superior	7	21,9
	Ninguno	3	9,4
Tiempo de evolución de la enfermedad	Menos de 5 años	3	9,4
	5 años o más	17	53,1
	Más de 10 años	12	37,5
Cantidad de medicamentos tomadas por día	Uno	5	6,3
	Dos	14	53,1
	Tres	8	25,0
	Cuatro o más	5	15,6

Tabla 1. Datos sociodemográficos de los pacientes.

El 56,25 % (n=18) de los pacientes es no adherente al tratamiento farmacológico y el 43,75 % (n=14) es adherente (Figura 1). Con un nivel de significancia del 0,05% se determinó que la adherencia terapéutica no dependía de la cantidad de medicamentos consumidos por día, de acuerdo con la Tabla 1. Del 56,25% (n=18) de los pacientes no adherentes, existió un predominio del género femenino con un 31,25% y un 25,0 % del género masculino, asimismo, de los pacientes adherentes el mayor porcentaje fue de mujeres 28,13 % frente al 15,63% de hombres.

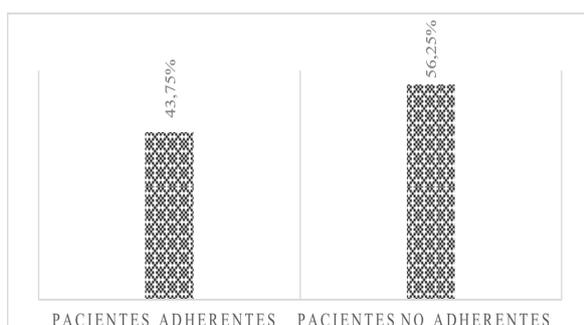


Figura 1. Porcentaje de adherencia terapéutica en pacientes según test Morisky Green.

Dentro de los factores determinados en el estudio que influyeron en la adherencia terapéutica están los socioeconómicos, relacionados con la terapia, con el paciente, con el sistema y equipo de salud (Tabla 2).

Factores socioeconómicos asociados a la adherencia terapéutica	(%)
Apoyo familiar para cumplir el tratamiento	84,38
Dificultad de leer las indicaciones y recetas médicas	28,13
Falta de recursos económicos suficientes para pagarse los medicamentos	43,75
Dificultad para adherirse a la dieta debido al alto costo	34,38
<b>Factores relacionados con el sistema y equipo de salud</b>	
Información insuficiente sobre los beneficios que brinda el tratamiento	40,62
Falta de información sobre el ajuste de horarios para la administración de medicamentos	21,32
Asistencia a una educación sobre diabetes mellitus	43,75
Conformidad con la forma de atención que recibe por el equipo de salud	84,37
<b>Factores relacionados con la terapia</b>	
Costumbres sobre alimentos difíciles de cambiar	37,50
Suspensión del tratamiento debido a la mejoría en su estado de salud	3,12
Dudas sobre la dosis y frecuencia de la forma de los medicamentos	12,50
Ocupaciones personales que dificultan seguir con el tratamiento	31,25
<b>Factores relacionados con el paciente</b>	
Olvido en la toma de medicamentos	56,25
Convencimiento de la responsabilidad de su estado de su salud y autocuidado	93,75
Convencimiento de la importancia de la continuidad del tratamiento	96,87

Tabla 2. Factores relacionados con el incumplimiento terapéutico en los pacientes con diabetes.

## IV. DISCUSIÓN

La Diabetes mellitus es una de las enfermedades crónicas con un incremento progresivo en su incidencia y prevalencia a nivel mundial, además, de tener una mínima adherencia al tratamiento (12). Mediante esta investigación se demostró que el 56,25% de los pacientes no son adherentes, muy parecido a lo encontrado en bibliografía (21) (22), lo que resulta preocupante para el sistema de salud.

También, utilizando la prueba de Chi-cuadrado se determinó que no existe una la relación entre la cantidad de medicamentos que el paciente se



administra y la adherencia terapéutica, a pesar de estos resultados que son similares a otros estudios, una de las estrategias para mejorar esta problemática es tratar de disminuir la compleja farmacoterapia del paciente (23).

Además, se encontró que el género femenino tuvo un predominio (59,3%) dentro de los pacientes con DM2, estos resultados son similares a otras publicaciones (13)(14)(15) (16), además con relación al grupo etario se evidenció el mismo porcentaje tanto de adultos mayores jóvenes como de maduros (37,50 %), datos semejantes a otros estudios (17) (18) (12).

Un aspecto muy importante que se valoró es la escolaridad en los pacientes con DM2, debido a que se ha evidenciado que escasos o bajos niveles de estudios evita la comprensión de las indicaciones de la terapia farmacológica (19). Como resultado se mostró un predominio de personas que únicamente han estudiado la primaria (46,9 %), a más de esto, hay pacientes sin ninguna instrucción (9,4 %). Esta información es muy semejante a la reportada en un club de adultos mayores de un Centro de Salud de Ecuador, en donde se encuentra un mayor porcentaje de pacientes con instrucción primaria (14).

Respecto al tiempo de evolución de la enfermedad se ha encontrado que la mayor incidencia va entre 5 a 10 años (53,10 %), lo que indique una evolución satisfactoria de la DM2. Estos resultados son distintos a los encontrados en una unidad de medicina familiar en Cuernavaca-México, en el cual se reporta que 41% de pacientes tenía menos de cinco años de evolución de la enfermedad, lo que demuestra que los pacientes buscan atenderse en etapas tempranas (20).

Asimismo, la cantidad de medicamentos tomados al día es un parámetro evaluado en la adherencia terapéutica, ya que la falta de esta puede estar influenciado al aumentar el número de fármacos. En esta investigación se ha encontrado que las personas con DM2 en su mayoría consumen dos medicamentos por día (53,1 %), muy semejante a lo obtenido por Gusñay y colaboradores (14).

Por otro lado, también se analizaron los factores que influyen en la adherencia terapéutica de los pacientes incluidos en el estudio (Tabla 2), los primeros factores que se identificaron fueron los socioeconómicos, de los cuales el más prevalente estuvo relacionada con el apoyo familiar (84,38

%). Esta información es importante, ya que según la Sociedad Española de Farmacia Familiar y Comunitaria el aporte familiar de una u otra manera ayuda al paciente con DM2 a cumplir su terapia farmacológica (24).

Con respecto a los factores relacionados con el sistema y equipo de salud, los pacientes se encuentran conformes con la atención que recibe del equipo de salud (84,37 %), lo que coincide con otros autores, en donde se menciona la importancia de tener una buena relación entre el equipo de salud y pacientes para llevar una adecuada adherencia al tratamiento (11).

En cuanto a los factores relacionados con la terapia el mayor porcentaje se mostró con respecto a costumbres sobre alimentos difíciles de cambiar (37,5%), esto tiene gran influencia en la adherencia terapéutica, debido el régimen alimenticio forma parte de los pilares fundamentales que debe acogerse un paciente con DM2. Por esta razón, es importante brindar una educación para llevar adecuadamente este parámetro (23).

Sobre los factores relacionados con el paciente, 96,87% de indicaron estar convencidos de la importancia de mantener el régimen del tratamiento, lo que resulta muy alentador porque se necesita de la buena actitud del paciente para mejorar su calidad de vida. Estos datos también son similares a otro estudio (25).

## V. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos demuestran la continua falta de adherencia terapéutica de pacientes diabéticos Tipo 2 a su tratamiento farmacológico (56,25%), además se encontró que la adherencia terapéutica no dependía de la cantidad de medicamentos consumidos, a pesar de ser contradictorio porque en la práctica se trata de disminuir la medicación para mejorar el cumplimiento terapéutico. Se ha encontrado varios factores influyentes en el incumplimiento de la terapia farmacológica, lo que puede llevar a complicaciones serias incluida la muerte de los pacientes, por lo que hace falta mayor compromiso y sobre todo constancia durante el padecimiento de la enfermedad. Al mismo tiempo, es importante que se creen políticas más estrictas en el sistema sanitario para que la prevención y tratamiento de lleve con un mayor éxito.

## VI. AGRADECIMIENTOS

Al Centro de Salud Urbano Saraguro, por aceptar incorporarse en la investigación.

## VII. REFERENCIAS

1. Ramos Y, et al. Adherencia terapéutica en pacientes con diabetes mellitus tipo 2. Revista Finlay [Internet]. 2017 [Consultado 22 marzo 2022]; 7(2):89–98. Disponible en: <http://www.revfinlay.sld.cu/index.php/finlay/article/view/474>
2. Pascacio-vera GD, Ascencio-zarazua GE. Adherencia al tratamiento y conocimiento de la enfermedad en pacientes con diabetes mellitus tipo 2. Salud en Tabasco. 2016 [Consultado 22 marzo 2022];22(1–2):23–31. Disponible en: <http://salud.tabasco.gob.mx/content/revista>
3. Rodríguez M, Mendoza M. Factores de riesgo de diabetes mellitus tipo 2 en población adulta. Barranquilla, Colombia. Revista Colombiana de Endocrinología, Diabetes y Metabolismo. [Internet]. 2019 [Consultado 22 marzo 2022];6(2):86–91. Disponible en: <https://revistaendocrino.org/index.php/rcedm/article/view/482/627>
4. Orozco-Beltrán D, Mata-Cases M, Artola S, Conthe P, Mediavilla J, Miranda C. Abordaje de la adherencia en diabetes mellitus tipo 2: situación actual y propuesta de posibles soluciones. Atención Primaria [Internet]. 2016 [Consultado 22 marzo 2022];48(6):406–20. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.aprim.2015.09.001>
5. Ramos-Mejía JL, et al. Factores para la adherencia terapéutica en personas con hipertensión y diabetes. Facsalud-Unemi. 2019 ;2(3):25–33. Disponible en: <https://ojs.unemi.edu.ec/index.php/facsalud-unemi/article/view/752>
6. Blanco E, Chavarría G, Garita Y. Estilo de vida saludable en diabetes mellitus tipo 2: beneficios en el manejo crónico. Revista Médica Sinergia [Internet]. 2021 [Consultado 22 marzo 2022]; 6(2):6–10. Disponible en: <https://revistamedicasinergia.com/index.php/rms/article/view/639>
7. redGDPS. Adherencia terapéutica en personas con diabetes. redGDPS [Internet]. 2018 [Consultado 22 marzo 2022];220–5. Disponible en: <http://www.redgdps.org/36-adherencia-terapeutica-en-personas-con-diabetes-20180917>
8. Vintimilla P, et al. Diabetes Mellitus Tipo 2: Incidencias, Complicaciones y Tratamientos Actuales. Revista Científica Mundo de la Investigación y el Conocimiento [Internet]. 2019 [Consultado 22 marzo 2022]; 3(1):89–98. Disponible en: <http://www.recimundo.com/index.php/es/article/view/355>
9. Leiva A, et al. Factores asociados al desarrollo de diabetes mellitus tipo 2 en Chile. Nutr. Hosp. [Internet]. 2019 [Consultado 22 marzo 2022]; 35(2): 400-407. Disponible en: <https://dx.doi.org/10.20960/nh.1434>
10. Pagès-Puigdemont N, Valverde-Merino MI. Métodos para medir la adherencia terapéutica. Ars Pharm. 2018 [Consultado 22 marzo 2022];59(3):163–72.
11. Kalogianni A. Factors affect in patient adherence to medication regimen. Heal Sci J. 2011 [Consultado 22 marzo 2022];5(3):157–8. Disponible en: <https://scielo.isciii.es/pdf/ars/v59n3/2340-9894-ars-59-03-163.pdf>
12. Bustos M, et al. Estrategia educativa para evaluar el nivel de conocimientos sobre medicamentos hipoglucemiantes en pacientes diabéticos tipo 2. Atención Farmacéutica. 2013 [Consultado 22 marzo 2022]; 20 (1):21–4. Disponible en: [https://revistas.unam.mx/index.php/atencion\\_familiar/article/view/35346](https://revistas.unam.mx/index.php/atencion_familiar/article/view/35346)



13. Amador E, et al. Nivel de adherencia a los tratamientos no farmacológicos de pacientes con diabetes mellitus. AVFT. 2020; 39 (2): 160-166. Disponible en: <https://www.redalyc.org/journal/559/55969799003/html/>
14. Gusñay N. Diseño de un Plan de Adherencia Terapéutica en pacientes con enfermedades crónicas del Club de Adultos Mayores del Centro de Salud Tipo C Espoch-Lizarzaburu. Tesis previa a la obtención del título Bioquímica Farm Esc Bioquímica y Farm Esc Super Politécnica Chimborazo. 2019; 86:40–56.
15. Gutiérrez-Angulo ML, Lopetegi-Uranga P, Sánchez-Martín I, Garaigordobil- Landazabal M. Cumplimiento terapéutico en pacientes con hipertensión arterial y diabetes mellitus 2. Rev Calid Asist. 2012;27(2):72–7. Disponible en: <https://www.elsevier.es/es-revista-revista-calidad-asistencial-256-pdf-S1134282X11001722>
16. Zavala Calahorrano AM, Fernández E. Diabetes mellitus tipo 2 en el Ecuador: revisión epidemiológica. Mediciencias UTA. 2018;2(4):3.
17. García Díaz E, et al. Determinantes de la adherencia a los hipoglucemiantes y a las visitas médicas en pacientes con diabetes mellitus tipo 2. Endocrinol Diabetes y Nutr. 2017;64(10):531–8. Disponible en: <https://revistas.uta.edu.ec/erevista/index.php/medi/article/view/1219>
18. De la Paz Castillo K, et al. Factores de riesgo en adultos mayores con diabetes mellitus. Medisan [Internet]. 2012 [Consultado 22 marzo 2022];16(4):489–97. Disponible en: <http://scielo.sld.cu/pdf/san/v16n4/san01412.pdf>
19. Pereira DA, et al. Efeito de intervenção educativa sobre o conhecimento da doença em pacientes com diabetes mellitus. Rev Lat Am Enfermagem. 2012;20(3):478–85.
20. Vargas C, Toledo A. Adherencia al tratamiento y su relación con el control metabólico en pacientes con diabetes mellitus tipo 2, en una unidad de medicina familiar en Cuernavaca, Morelos, México. Atención Farmacéutica. 2018;25(4):146–50. Disponible en: <https://www.medigraphic.com/cgi-bin/new/resumen.cgi?IDARTICULO=82946>
21. Londoño KJ, Galindez JC, Lerma EN, Rivera PA. Assessment of pharmacological treatment adherence in diabetic patients from Jamundí (Valle), Colombia. Rev Cuba Farm. 2020;53(2):1–10. Disponible en: <https://www.medigraphic.com/cgi-bin/new/resumenI.cgi?IDARTICULO=100854>
22. Orozco D, et al. Atención Primaria situación actual y propuesta de posibles soluciones. Atención Primaria. 2016;48(6):406–20. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S021265671500270X>
23. Ibarra O, Ramón B, Verdugo M. Lo que debes saber sobre la ADHERENCIA al tratamiento [Internet]. 2017[Consultado 22 marzo 2022]. Disponible en: [www.euromedice.net](http://www.euromedice.net)
24. Garcia, E., Murillo, M. et al. Dispensación adherencia y uso adecuado del tratamiento. Guía practica para el farmaceutico comunitario. [Internet]. 2018 [Consultado 22 marzo 2022]. 1–68 p. Disponible en: [https://www.sefac.org/sites/default/files/2017-11/Adherencia\\_0.pdf](https://www.sefac.org/sites/default/files/2017-11/Adherencia_0.pdf)
25. Zambrano R, et al. Percepción de la adherencia a tratamientos en pacientes con factores de riesgo cardiovascular. Rev Fac Nac Salud Pública. 2012. Disponible en: <https://revistas.udea.edu.co/index.php/fnsp/article/view/10239>



## CO-PIRÓLISIS DE LA MEZCLA DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA Y RESIDUOS PLÁSTICOS

Co-pyrolysis of the mixture of lignocellulosic biomass and plastic waste

iD	<sup>1</sup> Katherine Ulpo *
iD	<sup>1</sup> Daniel Espín
iD	<sup>1,2</sup> Paúl Palmay

<sup>1</sup> Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Riobamba, Ecuador.

<sup>2</sup> Department of Mechanical Engineering, Universitat Rovira i Virgili, Tarragona, Spain.

\*katherine.ulpo@esPOCH.edu.ec

### RESUMEN

El objetivo de la investigación fue evaluar el proceso de co-pirólisis de la mezcla de biomasa lignocelulósica con residuos plásticos de poliestireno y polipropileno para obtener biocombustible y determinar sus características fisicoquímicas. Se utilizó un reactor batch con una tasa de calentamiento de 12 °C·min<sup>-1</sup> a una presión de -0,05 MPa, purgado con nitrógeno, conectado a un sistema de enfriamiento; para las pruebas de co- pirólisis se trabajó con una temperatura de 400°C (T1) y otra de 450°C (T2) con 2 composiciones de mezcla, la primera C1: 25%Biomasa+75%Plástico (50% PP+50%PS) y la segunda C2: 25%Biomasa+75% Plástico (25% PP+75%PS). A partir del análisis de los biocombustibles se observó que estaban constituidos principalmente por compuestos oxigenados, olefinas, naftenos y compuestos nitrogenados. Su poder calorífico fue de 40152 kJ kg<sup>-1</sup>. Finalmente se determinó que el biocombustible a T2-C2 obtuvo mayor rendimiento (73%) porque en su composición había mayor presencia de poliestireno que por su estructura polimérica es más fácil su despolimerización por adición de calor, sin embargo, si se excediera dicha temperatura se promovería a la formación de gases. Además, por sus características fisicoquímicas el biocombustible podría ser usado como aditivo de combustibles convencionales.

**Palabras claves:** *Co-pirólisis, Biomasa, Poliestireno, Polipropileno, Biocombustibles.*

### ABSTRACT

The objective of the research was to evaluate the co-pyrolysis process of the mixture of lignocellulosic biomass with polystyrene and polypropylene plastic wastes to obtain biofuel and to determine its physicochemical characteristics. A batch reactor was used with a heating rate of 12 °C·min<sup>-1</sup> at a pressure of -0.05 MPa, purged with nitrogen, connected to a cooling system; for the co-pyrolysis tests, a temperature of 400°C (T1) and another of 450°C (T2) were used with 2 mixture compositions, the first C1: 25%Biomass+75%Plastic (50% PP+50%PS) and the second C2: 25%Biomass+75% Plastic (25% PP+75%PS). From the analysis of the biofuels it was observed that they were mainly constituted by oxygenated compounds, olefins, naphthenes and nitrogen compounds. Their calorific value was 40152 kJ kg<sup>-1</sup>. Finally, it was determined that the biofuel at T2-C2 obtained a higher yield (73%) because in



its composition there was a greater presence of polystyrene which, due to its polymeric structure, is more easily depolymerized by the addition of heat; however, if this temperature were exceeded, gas formation would be promoted. In addition, due to its physicochemical characteristics, the biofuel could be used as an additive for conventional fuels.

**Keywords:** *co-pyrolysis, biomass, polystyrene, polypropylene, biofuels.*

## I. INTRODUCCIÓN

Con la creciente contaminación ambiental y el incremento del consumo de combustibles convencionales se ha impulsado la búsqueda de alternativas empleando diferentes métodos para la obtención de estos, por ejemplo, procesos térmicos como la pirólisis y la gasificación de los cuales se obtienen productos eficientemente energéticos como el bio-char, aceite pirolítico, gas de síntesis, etc. (1,2). Los residuos plásticos han sido una de las fuentes principales utilizadas para este fin ya que son polímeros derivados del petróleo que mediante estos tratamientos pueden ser utilizados como fuente de energía alterna (3), en anteriores investigaciones (4,5) se han empleado plásticos como el poliestireno y el polipropileno como materias primas ya que pueden ser encontrados fácilmente en Residuos Sólidos Urbanos (RSU) en gran concentración ya que están presentes en materiales de uso cotidiano como los envases de comida y las botellas plásticas. Por otro lado la biomasa representa el material renovable que más abunda en el mundo pues esta proviene de todos los residuos orgánicos y es considerada como alternativa de energías convencionales al ser una fuente de energía natural (6). La biomasa puede clasificarse de acuerdo con su origen en residuos: naturales, secos, húmedos y cultivos energéticos, la mayoría de estos contienen material lignocelulósico por lo que se los conoce como biomasa lignocelulósica específicamente a los que provienen de residuos agrícolas, forestales e industriales. La biomasa lignocelulósica en su estructura se compone de elementos como el carbono, oxígeno, nitrógeno e hidrógeno, y también de polímeros naturales como la celulosa, hemicelulosa y lignina (7,8).

A nivel mundial existe una problemática ambiental respecto a la generación y acumulación tanto de residuos plásticos como de orgánicos, por una parte los plásticos ocupan un gran volumen llegándose a acumular en grandes cantidades a esto se le suma sus largos periodos de degradación, por otro lado la biomasa

lignocelulósica se regenera en gran medida y de manera constante mediante procesos naturales y actividades humanas llegando a producirse millones de toneladas anuales (9,10), originándose un impacto ambiental importante dado que éstos desechos en su mayoría no tienen una gestión adecuada ni tratamiento en sí (11). En América Latina predomina el método de recolección y disposición final, dejando de lado el aprovechamiento, reciclaje, tratamiento y disposición final idónea, únicamente utilizando vertederos, botaderos a cielo abierto, rellenos sanitarios, etc., en los cuales casi nunca se aprovechan los residuos o desechos que terminan depositados allí (12).

Estos residuos al ser reciclables una vez que hayan cumplido su ciclo de vida podrán ser materias primas en diferentes procesos de los cuales se pueden obtener subproductos energéticos. Para aprovechar y recuperar su poder calorífico se han empleado tratamientos donde los residuos se reciclan en sus monómeros mediante procesos termoquímicos (13) como el reciclaje químico que abarca métodos como la pirólisis o co-pirólisis, esta última ideal para tratar ambos materiales obteniendo productos como el bio-char, aceite pirolítico (biocombustible) y gas.

La co-pirólisis tiene el mismo fundamento que la pirólisis, la diferencia es que se realiza una co-alimentación de dos materiales uno de tipo renovable y otro de tipo fósil, el proceso se lleva a cabo en un reactor pirolítico a temperaturas moderadamente altas entre 350 °C – 650 °C en ausencia de oxígeno, y con gases de arrastre como el nitrógeno (14), además, se opera en condiciones específicas de velocidad de calentamiento, presión, temperatura, tiempo de residencia, etc. (15)

Los productos líquidos denominados biocombustibles requieren de ciertas condiciones de operación enfocadas para obtener un mayor rendimiento que otros productos que se van

formando durante todo el proceso (16), si bien no se conocen las condiciones específicas para ello, se puede experimentar a diferentes temperaturas y mezclas teniendo en cuenta los parámetros generales del proceso de co-pirólisis y el tipo de reactor en el que se trabaja puesto que tienen un efecto en la formación y distribución de los productos (17) como se mencionó anteriormente. Dado que ambos tipos de residuos contienen materias volátiles que contribuyen a la producción de la fracción líquida (18) lo cual favorece el proceso obteniendo buenos rendimientos, se debe aclarar que los residuos plásticos tienen un alto contenido de material volátil y su estructura es más sencilla que los polímeros que componen la biomasa, por lo que se despolimerizan con mayor facilidad al momento de exponerlos a ciertas temperaturas aportando en mayor medida a la formación de biocombustibles que pueden ser utilizados como combustibles o aditivos de combustibles convencionales como la gasolina, el diesel, etc. De este modo se podría satisfacer la demanda energética que existe hoy en día, además, países que no producen combustibles podrían implementar este método haciendo uso de sus propios residuos como materias primas (19,20).

Por las razones expuestas se realizó el reciclaje químico de biomasa lignocelulósica y residuos plásticos mediante co-pirólisis para la obtención de biocombustibles que tengan características similares a los combustibles convencionales como el diesel.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### Obtención y preparación de los materiales

Se empleó biomasa lignocelulósica de los residuos de poda de áreas verdes. Los residuos plásticos con los que se trabajó fueron poliestireno (PS) y polipropileno (PP) obtenidos de una planta recicladora de la ciudad de Riobamba, lavados y triturados para ser empleados en el proceso.

La biomasa lignocelulósica se secó a 105 °C durante 24 horas en una estufa para obtener una humedad menor al 10% y reducir el contenido de agua en los productos finales, seguidamente se trituró la biomasa seca en un equipo de molienda y tamizado para obtener tamaños de partícula entre 2 a 3 mm y alcanzar mayores velocidades de calentamiento y conversión de la materia más estable y eficiente. Es importante

realizar el análisis de biomasa debido a que este nos indica los elementos y el porcentaje en que se encuentran presentes, además, estos serán precursores de ciertos compuestos orgánicos en los productos.

### Equipo

Se trabajó en un reactor tipo batch con una capacidad de 5L acoplado a un intercambiador de calor alimentado con agua a 10 °C por un sistema de enfriamiento con el fin de condensar los gases y convertirlos en productos líquidos. El reactor operó en condiciones normales con una tasa de calentamiento a 12 °C m<sup>-1</sup> a presión de -0.05 MPa, antes de iniciar con el proceso el reactor se purgó con nitrógeno para mantener una atmósfera inerte.



Figura 1. Reactor pirólitico tipo batch.

### Obtención de los productos de co-pirólisis

Para la experimentación se estableció 2 temperaturas: 400 °C (T1) y 450 °C (T2) y 2 composiciones de mezcla: (C1) con 25%Biomasa+75%Plástico (50%PP+50%PS) y (C2) con 25%Biomasa+75%Plástico (25%PP+75%PS), por cada prueba se realizó 3 repeticiones, obteniendo 12 datos del rendimiento líquido (biocombustible).

Para iniciar con las pruebas de co-pirólisis el reactor se cargó con 500 g mezcla correspondiente a C1 o C2, al iniciar se seteó con la temperatura debida y una vez ejecutado el proceso se esperó de 5 a 6 horas para que el mismo culmine, observándose que a los 35 minutos el reactor llega a la temperatura seteada y comienza el proceso de co-pirólisis esto se puede notar ya que paralelamente la presión va aumentando debido a la formación de gases, una presión



más alta fomenta la formación de gases livianos disminuyendo la formación de productos líquidos por lo cual se debe purgar los gases con una bomba al vacío y de esta manera disminuirla hasta presión normal del reactor. Culminado el proceso, los productos líquidos (biocombustibles) se recolectaron a través de las válvulas de salida del reactor en botellas ámbar selladas correctamente y guardadas a bajas temperaturas para evitar su volatilización.

### Caracterización de los productos líquidos

Obtenido los productos, se realizó una homogenización para definir 4 biocombustibles denominados: T1-C1, T1-C2, T2-C1 y T2-C2. Todos analizados para determinar sus características fisicoquímicas en base a la Tabla 1.

ENSAYO	NORMA
Destilación	ASTM-D86
Densidad, grados API	ASTM-1298
Viscosidad	ASTM-445
Poder calorífico	ASTM-D240
Punto de inflamación (°C)	NTE INEN 1493
ICC	NTE INEN 1495

Tabla 1. Análisis fisicoquímicos de los biocombustibles.

Para determinar los grupos funcionales y compuestos que están presentes en los biocombustibles se utilizaron técnicas de FT-IR y cromatografía GC-MS.

## III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Análisis elemental de biomasa

Los resultados obtenidos del análisis elemental de biomasa fueron de 1.20 % de nitrógeno, 46.37 % de carbono y 5.79 % de hidrógeno, estos valores son comparables con los residuos de álamo utilizado en procesos de pirólisis los cuales contenían 48.3 % de carbono, 0.1 % de nitrógeno y 5.8 % hidrógeno (21). Debido al poco contenido de hidrógeno que generalmente se evidencia en la biomasa la co-alimentación con plásticos es relevante ya que éstos actúan como donadores de hidrógeno que promueven a la formación de productos líquidos y además mejoran sus características fisicoquímicas (9).

### Rendimiento de los productos

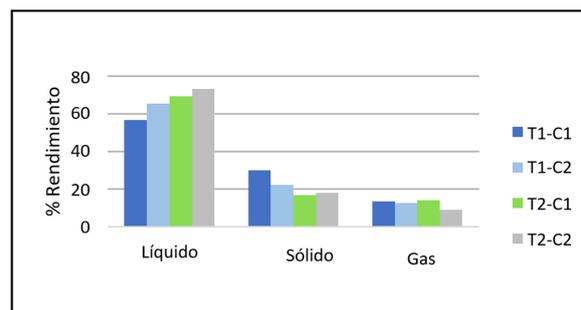


Figura 2. Rendimiento de los productos obtenidos.

En la Figura 2. podemos observar los rendimientos obtenidos de los biocombustibles los cuales superaron el 50% considerándose bueno, además, el rendimiento más alto fue del 73% a T2-C2, una temperatura de 450 °C con la composición de mezcla 2 serían las condiciones óptimas para obtener una gran cantidad de producto líquido, es importante señalar que en C2 existe mayor presencia de PS, por lo que se promovería a la formación de productos líquidos ya que el PS por su estructura lineal puede despolimerizarse con mayor facilidad al adicionar calor, sin embargo, (4) plantea que a temperaturas alrededor de 450 °C los enlaces C-C del PS se rompen con mayor facilidad generando una mayor producción de gases livianos que no son condensables por lo cual no sería favorable para el rendimiento líquido trabajar a temperaturas más altas, es así que, (18) obtiene un rendimiento líquido del 63% de mezclas de PS y residuos de pino al trabajar con una temperatura de 500 °C, aunque no se ve como rendimiento bajo se debe considerar que las condiciones de operación y el tipo de reactor pueden ser diferentes.

### Destilación

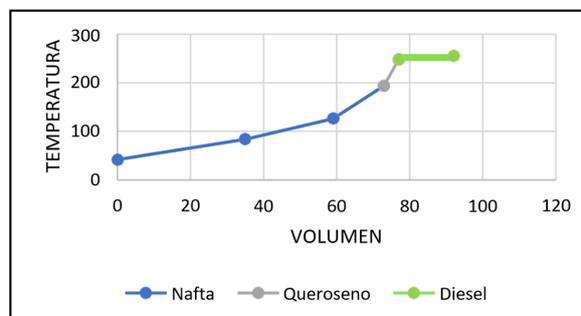


Figura 3. Curva general de destilación.

En el proceso de destilación se obtuvieron fracciones altas de nafta (gasolinas) del 79%, mientras que la fracción de diesel obtenido fue del 17%, en cuanto a las fracciones queroseno e

hidrocarburos pesados fueron menores al 10% siendo casi insignificantes. La destilación de los biocombustibles empezó a los 42 °C y culminó a los 256 °C esto se puede observar en la Figura 3.

### Densidad

Biocombustibles	Densidad, kg/m <sup>3</sup>	Gravedad Específica, -	Grados API
T1 - C1	874,09	0,875	31,15
T1 - C2	870,08	0,871	31,12
T2 - C1	869,74	0,870	31,06
T2 - C2	886,67	0,887	27,95

Tabla 2. Densidad, gravedad relativa y grados API de los biocombustibles.

La densidad, gravedad específica y los grados API nos ayudan a clasificar a los crudos a través de su peso (22). En la Tabla 2. se observan los valores obtenidos de densidad entre 0.870 y 0.887, aunque los mismos no fueron similares a los descritos por (16) que manifiesta que la densidad de los productos líquidos obtenidos de mezclas de PP y PS con bagazo fueron de 0.937 y 0.951 correspondientemente, sin embargo, nuestros biocombustibles se encuentran dentro del rango del diesel entre 0.820 y 0.900 (23).

### Viscosidad

	Viscosidad, cSt
T1-C1	2,19
T1-C2	3,84
T2-C1	3,45
T2-C2	3,82

Tabla 3. Viscosidad de los biocombustibles.

Los valores expuestos en la Tabla 3. son los resultados de la viscosidad de cada biocombustible, a pesar de que son valores inferiores conseguidos por (18) en líquidos piróliticos de la mezcla de biomasa con HDPE a 500 °C con viscosidades entre 6.23 y

12.29 mm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>, nuestros valores son semejantes a los del diesel que tiene una viscosidad entre 2 y 4.5 mm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>.

### Poder calorífico

El poder calorífico del biocombustible fue de 40152 kJ kg<sup>-1</sup> el cual es un valor que se acerca al poder calorífico del diesel que se encuentra alrededor de 45000 kJ kg<sup>-1</sup> (24), además, como

se ha mencionado anteriormente es necesario recalcar que la co- alimentación con plástico ayuda en el aumento del número de átomos de hidrógeno permitiendo mejorar el poder calorífico del biocombustible al provocar un aumento en la relación H/C, es así que (25) obtiene un poder de calorífico en su producto líquido de 22529.59 kJ kg<sup>-1</sup> al solo realizar pirólisis de residuos de palma africana.

### Punto de inflamación

Biocombustible	Punto de inflamación, °C
T1 - C1	21
T1 - C2	19
T2 - C1	20
T2 - C2	19

Tabla 4. Punto inflamación de los biocombustibles.

Los resultados expuestos en la Tabla 4. del punto inflamación de los biocombustibles no varían mucho respecto a la temperatura del ambiente, dándonos a notar que son líquidos inflambles, además, al ser valores por debajo de los combustibles convencionales como el diesel que (24) plantea que se encuentra alrededor de 53.9 °C, lo cual nos indica que nuestros biocombustibles tienen presencia de hidrocarburos livianos como las gasolinas.

### Índice de cetano calculado (ICC)

Biocombustibles	ICC
T1-C1	18,7
T1-C2	19,85
T2-C1	20,15
T2-C2	15,38

Tabla 5. ICC de los biocombustibles.

El ICC obtenido de los biocombustibles reporta valores bajos como se puede observar en la Tabla 5. en comparación al diesel que tiene un valor mínimo de 45 esto ocurre según la NTE INEN 1495 porque en la destilación de los biocombustibles no se superaron los 260 °C al momento de llegar al punto final del destilado, también la presencia de compuestos aromáticos y alcoholes que se forman por la biomasa influyen en este resultado, de tal forma (26) al obtener combustibles líquidos por pirólisis únicamente de plásticos obtiene un índice de cetano igual a 49.



### Análisis FT-IR

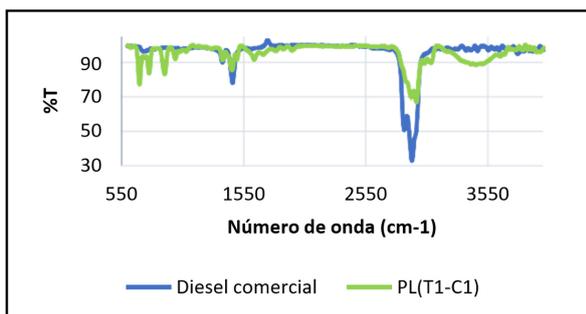


Figura 4. FT-IR del biocombustible T1-C1.

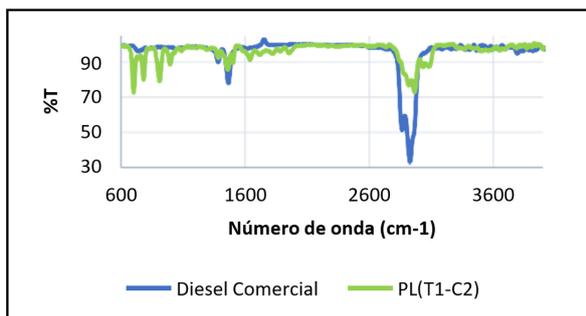


Figura 5. FT-IR del biocombustible T1-C2.

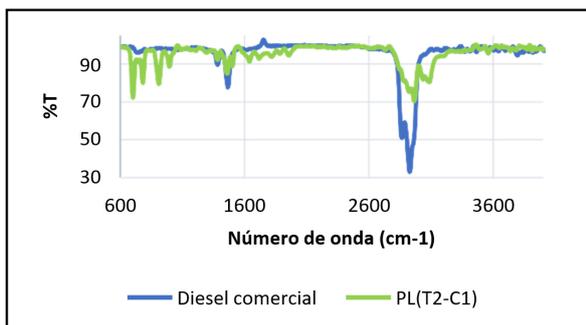


Figura 6. FT-IR del biocombustible T2-C1.

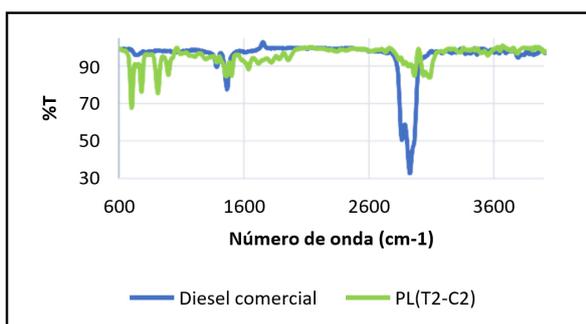


Figura 7. FT-IR del biocombustible T2-C2.

Con el análisis de Fourier FT-IR realizado a los biocombustibles se determinó que en su estructura presentan grupos funcionales que corresponde a haluros de alquilo, ácidos carboxílicos, ésteres, compuestos nitrogenados, aromáticos, alquenos, aminas aromáticas, aminas alifáticas, aminas secundarias, aminas primarias, aminas, amidas, fenoles, alcoholes, etc. Las

figuras presentadas anteriormente representan una comparación FT- IR entre los biocombustibles y diesel comercial encontrando picos similares entre 2850 – 3000  $\text{cm}^{-1}$ , 1400 – 1500  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a parafinas y picos entre 1450 – 1470  $\text{cm}^{-1}$  que determina la presencia de anillos aromáticos. (26) al comparar aceite pirolítico con diesel comercial halló picos similares en ambos combustibles alrededor de 725  $\text{cm}^{-1}$  correspondientes a alcanos y alquinos y picos entre 2800 – 3000  $\text{cm}^{-1}$  que corresponden a los mismos grupos funcionales, no obstante el aceite pirolítico también tuvo la presencia de grupos funcionales aromáticos, alquenos y compuestos oxigenados que de igual forma se observan en nuestros biocombustibles.

### Cromatografía GC-MS

% Hidrocarburos	
C4 - C12	86,67
C10 - C17	33,33
C12 - C23	16,67
C23 - C40	3,33

Tabla 6. Hidrocarburos presentes en T2-C1.

% Hidrocarburos	
C4 - C12	78,66
C10 - C17	28,29
C12 - C23	20,70
C23 - C40	4,14

Tabla 7. Hidrocarburos presentes en T2-C2.

Los biocombustibles con mayor rendimiento (T2-C1 y T2-C2) fueron analizados por GC- MS que identificó la mayoría de compuestos que los conforman, observándose que predominan los hidrocarburos de C4 - C12 que corresponden a las gasolinas. Ambos combustibles tienen una baja cantidad de hidrocarburos pesados tal como (26) informó en su investigación al realizar análisis FT-IR de aceite de pirólisis obteniendo mayor presencia de hidrocarburos como el diesel y la gasolina entre el 35 y el 48% respectivamente con un bajo contenido de fracciones pesadas.

### Propiedades del biocombustible

Se detallan las propiedades del mismo en la Tabla 8. con estos resultados se puede determinar que el biocombustible no es apto para ser utilizado de manera directa dado a que tiene un índice de cetano bajo, sin embargo, al tener un poder calorífico alto cercano al diesel (24) se

puede utilizar como aditivo para combustibles convencionales que tengan características similares y de esta manera mejorar sus propiedades.

ENSAYO	Valor Obtenido	Unidades
Temperatura de Destilación	256	°C
Densidad, grados API	27.95	°API
Viscosidad	3.82	cSt
Poder calorífico	40152	kJ kg <sup>-1</sup>
Punto de inflamación	19	°C
ICC	15.38	-

Tabla 8. Propiedades del biocombustible T2-C2.

#### IV. CONCLUSIONES

- Se realizó el reciclaje químico de biomasa lignocelulósica y residuos plásticos mediante co-pirólisis obteniendo productos líquidos (biocombustibles) de los cuales el mayor rendimiento obtenido fue del 73% a 450 °C con composición de mezcla 2 donde prevalecía la presencia de PS que al ser un polímero lineal permitió una mayor producción de la fracción líquida, sin embargo, si se excede esta temperatura se favorece a la formación de productos livianos no condensables.
- Los biocombustibles fueron analizados para determinar sus propiedades fisicoquímicas
- Debido a sus características fisicoquímicas no sería adecuado usar los biocombustibles de manera directa, ya que al tener un ICC bajo afectaría al sistema de los motores a diesel retardando el tiempo de autoignición provocando explosiones discontinuas que afectarían a la potencia y al rendimiento de estos, sin embargo, al tener un poder calorífico alto de 40152 kJ kg<sup>-1</sup> se podría utilizar como aditivo de combustibles convencionales como el diesel que al tener características similares beneficiarían su rendimiento.

#### V. REFERENCIAS

1. Zamora-Hernández T, Prado-Fuentes A, Capataz-Tafur J, Barrera-Figueroa BE, Peña-Castro JM. Demostraciones prácticas de los retos y oportunidades de la producción de bioetanol de primera y segunda generación a partir de cultivos tropicales. *Educ Quim* [Internet]. 2014;25(2):122–7. Available from: [http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X\(14\)70534-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X(14)70534-8)
2. Wu X, Bourbigot S, Li K, Zou Y. Co-pyrolysis characteristics and flammability of polylactic acid and acrylonitrile-butadiene-styrene plastic blend using TG, temperature-dependent FTIR, Py-GC/MS and cone calorimeter analyses. *Fire Saf J* [Internet]. 2022;128(September 2021):103543. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.firesaf.2022.103543>
3. Sajdak M. Impact of plastic blends on the product yield from co-pyrolysis of lignin-rich materials. *J Anal Appl Pyrolysis* [Internet]. 2017;124:415–25. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jaap.2017.03.002>
4. Palmay P et al. Influence of Temperature and Reaction Time on the Performance of Thermal Pyrolysis of Compact Polystyrene Waste. *IOP Conf Ser Earth Environ Sci* [Internet]. 2021;728(1):1–8. Available from: [https://www.researchgate.net/publication/351030750\\_Influence\\_of\\_Temperature\\_and\\_Reaction\\_Time\\_on\\_the\\_Performance\\_of\\_Thermal\\_Pyrolysis\\_of\\_Compact\\_Polystyrene\\_Waste](https://www.researchgate.net/publication/351030750_Influence_of_Temperature_and_Reaction_Time_on_the_Performance_of_Thermal_Pyrolysis_of_Compact_Polystyrene_Waste)



5. Ramos W, Pretell V, Lujan C. Catalytic pyrolysis of polypropylene residues for the obtaining of liquid fuels. *Proc LACCEI Int Multi-conference Eng Educ Technol.* 2019;2019-July(January).
6. Gosgot Angeles W, Rivera López RY, Rascón J, Barrena Gurbillón MÁ, Ordinola Ramirez CM, Oliva M, et al. Valorización energética de residuos orgánicos mediante pirolisis. *Rev Investig Agroproducción Sustentable [Internet].* 2021;5(2):26. Available from: [https://www.researchgate.net/publication/356897897\\_valorizacion\\_energetica\\_de\\_residuos\\_organicos\\_mediante\\_pirolisis](https://www.researchgate.net/publication/356897897_valorizacion_energetica_de_residuos_organicos_mediante_pirolisis)
7. Afanasjeva, Natalia et. al. Lignocellulosic biomass. Part I: Biomass transformation. *J Sci with Technol Appl.* 2017;3(2017):27–43.
8. Rodríguez-Machín L, López-Díaz I, Ocaña-Guevara VS, Pérez-Bermúdez RA. Termo-conversión de biomasa por pirólisis. *Tendencias de investigación y desarrollo.* (Spanish). Biomass thermo-conversion by pyrolysis *Trends Res Dev [Internet].* 2012;39(1):27–32. Available from: <http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=a9h&AN=77050346&lang=es&site=ehost-live>
9. Rocha MV, Renzini MS, Pierella LB. Co-pirólisis de biomasa lignocelulósica y residuos plásticos para producir biocombustibles sustentables. *Ajea.* 2020;(5).
10. Spanevello RA, Suárez AG, Sarotti AM. Alternative sources of starting materials. *Educ Quim [Internet].* 2013;24(SPL.ISSUE1):124–31. Available from: [http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X\(13\)72505-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0187-893X(13)72505-9)
11. Mancheno M, Astudillo S, Arévalo P, Malo I, Naranjo T, Espinoza J. Aprovechamiento energético de residuos plásticos obteniendo combustibles líquidos, por medio del proceso de pirólisis. *La Granja.* 2016;23(1):53–9.
12. Zulia U, Urdaneta G, Joheni A, Zulia U. Manejo de residuos sólidos en América Latina y el Caribe. *Choice Rev Online.* 2006;44(03):44-1347-44–1347.
13. Schwarz AE, Ligthart TN, Godoi Bizarro D, De Wild P, Vreugdenhil B, van Harmelen T. Plastic recycling in a circular economy; determining environmental performance through an LCA matrix model approach. *Waste Manag [Internet].* 2021;121:331–42. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2020.12.020>
14. Baray-Guerrero M del R, Porras-Flores DA, Hoffmann-Estevés HE, Manjarrez-Dominguez CB. Tratamiento de la biomasa lignocelulósica mediante la pirolisis lenta y a baja temperatura para la producción de biocombustibles. *Rev Energías Renov.* 2019;3(9):1–9.
15. Medina MP, Sánchez A, Hernández JF. Pirólisis de bagazo de caña a escala de laboratorio. *Tecnol Química [Internet].* 2008;XXVIII(2):61–70. Available from: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=445543756008>
16. Wang Z, Burra KG, Lei T, Gupta AK. Co-pyrolysis of waste plastic and solid biomass for synergistic production of biofuels and chemicals-A review. *Prog Energy Combust Sci [Internet].* 2021;84:51. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2020.100899>
17. Chen L, Yang K, Huang J, Liu P, Yang J, Pan Y, et al. Experimental and kinetic study on flash pyrolysis of biomass via on-line photoionization mass spectrometry. *Appl Energy Combust Sci [Internet].* 2022;9(November 2021):100057. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jaecs.2022.100057>
18. Uzoejinwa BB, He X, Wang S, El-Fatah Abomohra A, Hu Y, Wang Q. Co- pyrolysis of biomass and waste plastics as a thermochemical conversion technology for high-grade biofuel production: Recent progress and future directions elsewhere worldwide. *Energy Convers Manag [Internet].* 2018;163(December 2017):468–92. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.02.004>
19. Gómez JM. Analysis of the variation in the efficiency in the production of biofuels in Latin America. *Estud Gerenciales [Internet].* 2016;32(139):120–6. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.estger.2016.01.001>

20. Wang H, Peng X, Zhang H, Yang S, Li H. Microorganisms-promoted biodiesel production from biomass: A review. *Energy Convers Manag*. 2021;12.
21. Bonelli, P.R et al. Caracterización cinética de la pirólisis y copirólisis de combustibles alternativos P.R. *Av en Energías Renov y Medio Ambient*. 2019;1:105–12.
22. Campos-Sofía M, León-Cañet M, Silveira-Font Y, Moro Martínez A, Falcón- Hernández J. Tratamiento magnético sobre parámetros físicos-químicos de muestras de petróleo. *Tecnol Química* [Internet]. 2015;35(3):271–81. Available from: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2224-61852015000300002&lang=pt%0Ahttp://scielo.sld.cu/pdf/rtq/v35n3/rtq02315.pdf](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852015000300002&lang=pt%0Ahttp://scielo.sld.cu/pdf/rtq/v35n3/rtq02315.pdf)
23. García A. Parámetros para determinar las normas de almacenamiento y consumo del combustible diesel. *Rev Av científica* [Internet]. 2009;12(1):1–6. Available from: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5074414>
24. Castillo-Hernández P, Mendoza-Domínguez A, Caballero-Mata P. Análisis de las propiedades fisicoquímicas de gasolina y diesel mexicanos reformulados con Etanol Analysis of Physicochemical Properties of Mexican Gasoline and Diesel Reformulated with Ethanol. *Ing Investig y Tecnol*. 2012;13(número 3):293–306.
25. Arteaga J et al. Obtención de biocombustibles producto de la pirólisis rápida de residuos de Palma Africana ( *Elaeis guineensis* Jacq .). *Biotechnol en el Sect Agropecu y Agroindustrial* [Internet]. 2012;10(2):144–51. Available from: [http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S1692-35612012000200017&script=sci\\_abstract&lng=es](http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S1692-35612012000200017&script=sci_abstract&lng=es)
26. Singh RK et al. Waste plastic to pyrolytic oil and its utilization in CI engine: Performance analysis and combustion characteristics. *Fuel*. 2020;262(October):1– 10.



## SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA RECUBIERTAS DE QUITOSANO PARA LA ADSORCIÓN DE CROMO HEXAVALENTE

### Synthesis of chitosan-coated magnetite nanoparticles for hexavalent chromium adsorption

 Myriam González Palacios \*

 Jorge Silva Yumi

Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Grupo de Investigación en Materiales Avanzados, Riobamba, Ecuador.

\* myriam.gonzalez@esPOCH.edu.ec

#### RESUMEN

En Ecuador muchos efluentes provenientes de la industria curtiembre presentan altos niveles de Cr (VI) generando gran impacto ambiental por la alta toxicidad del metal; una alternativa para remover este contaminante es mediante agentes adsorbentes como nanopartículas magnéticas. El objetivo de la presente investigación fue sintetizar nanopartículas de magnetita recubiertas de quitosano para la adsorción de cromo hexavalente. El quitosano se obtuvo a partir del exoesqueleto del camarón y las nanopartículas fueron sintetizadas por coprecipitación química y recubiertas con quitosano de manera In-situ. Se verificó la síntesis mediante espectroscopía infrarroja y microscopía electrónica de barrido. La capacidad de adsorción de cromo hexavalente se determinó a partir de experimentos de adsorción variando los parámetros termodinámicos, y la cuantificación del mismo se lo realizó utilizando espectroscopía UV-Visible. De tal manera que se obtuvieron nanopartículas con un diámetro promedio de 31,85 nm y el mayor porcentaje de adsorción fue del 99,70 %, con una capacidad máxima de adsorción de 294,12 mg/g a 60 °C. Demostrando que fue factible la adsorción de cromo hexavalente utilizando nanopartículas de magnetita recubiertas de quitosano con mejor capacidad de adsorción gracias al recubrimiento de quitosano.

**Palabras claves:** *nanomateriales, adsorción, biopolímeros, biorremediación, aguas residuales, metales pesados.*

#### ABSTRACT

In Ecuador, many effluents from the tanning industry have high levels of Cr (VI), generating great environmental impact due to the high toxicity of the metal. An alternative way to remove this contaminant is through adsorbent agents such as magnetic nanoparticles. The objective of the present investigation was to synthesize chitosan-coated magnetite nanoparticles for hexavalent chromium adsorption. The chitosan was obtained from the exoskeleton of the shrimp, and the nanoparticles were synthesized by chemical coprecipitation and coated with chitosan in an In-situ manner. The synthesis was verified by infrared spectroscopy and scanning electron microscopy. The adsorption capacity of hexavalent chromium was performed from adsorption experiments varying the thermodynamic parameters, and the quantification was carried out using UV-Visible spectroscopy. In such a way that chitosan-coated magnetite nanoparticles with an average diameter of 31.85 nm were obtained and

Fecha de recepción: 01-09-2022

Fecha de aceptación: 01-10-2022

Fecha de publicación: 07-04-2023

the highest adsorption percentage was 99.70%, with a maximum adsorption capacity of 294.12 mg/g at 60 °C, demonstrating that hexavalent chromium adsorption was feasible using chitosan-coated magnetite nanoparticles with better adsorption capacity thanks to the chitosan coating.

**Keywords:** *nanomaterials, adsorption, biopolymers, bioremediation, sewage water, heavy metals.*

## I. INTRODUCCIÓN

La contaminación por metales pesados es uno de los problemas más significativos tanto para el ser humano como para el ecosistema, especialmente la contaminación causada por cromo hexavalente (VI) en aguas residuales generadas por la industria curtiembre. En el Ecuador las curtiembres son responsables de muchos problemas ambientales debido a la dosificación exagerada de productos químicos en los procesos de curtido, malas prácticas de manufactura, falta de capacitación, etc., lo cual genera aguas residuales con alta carga contaminante (1). El cromo hexavalente es un metal altamente tóxico que según La Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer (IARC), es un compuesto carcinogénico para los seres humanos (2), constituyendo un grave problema ambiental teniendo en cuenta que en el Ecuador, varios estudios de efluentes revelan dosis de cromo hexavalente muy por encima de los límites permitidos, que según la norma vigente no debe superar los 0.05 mg/L en aguas de uso doméstico, agrícola y ganadero (3). En los últimos años, se han empleado diversos métodos para eliminar cromo hexavalente de aguas residuales, entre los cuales se pueden mencionar: la separación por ósmosis inversa (4-6), reducción de cromo (VI) a cromo (III) usando carbón activado (7), y el uso de agentes adsorbentes como las matrices de quitosano (8), o nanopartículas magnéticas (9).

Las nanopartículas son entidades físicas que se encuentran en la escala nanométrica, presentan particulares propiedades superparamagnéticas y mayor área de contacto (10). Gracias a estas propiedades se han utilizado ampliamente para la eliminación de contaminantes, debido a que son considerablemente rápidos, simples, sensibles y altamente eficientes para el aislamiento y remoción de metales pesados. Actualmente existen muchas investigaciones que comprueban la adsorción de varios metales pesados como el cadmio, arsénico, cromo (VI), etc. (11), con un porcentaje de remoción de hasta el 98%. Sin embargo, las nanopartículas cuando se encuentran desnudas son químicamente muy activas y se oxidan fácilmente debido a cambios

de pH, temperatura, luz, entre otros; lo cual resulta en pérdida de propiedades magnéticas y propiedades adsorbentes después de largos periodos de tiempo (12). Una solución a este problema es utilizar agentes de recubrimiento como surfactantes (ácido oleico) o matrices poliméricas como el quitosano.

Las matrices de quitosano presentan importantes características tanto adsorbentes como quelantes, por esta razón son muy usadas en el tratamiento de efluentes contaminados para remover metales pesados (13, 8) Este polímero biodegradable es sintetizado a partir de la quitina (14), residuo desaprovechado por la industria pesquera; la cual genera impresionantes cantidades de residuos sólidos, en su mayoría el caparazón de algunos crustáceos, y de ello aproximadamente el 5 % son aprovechados, y el resto es desechado al mar, convirtiéndose en un grave problema ambiental (15). Por lo tanto, las matrices de quitosano pueden utilizarse como agentes de recubrimiento de nanopartículas; formando nanomateriales compuestos llamados compositos con características multifuncionales y excelentes propiedades para la adsorción de metales pesados como cobalto, cadmio y arsénico (16, 17, 18, 19). Si bien se han investigado con los metales pesados ya mencionados, no existen estudios que demuestren la adsorción de cromo hexavalente utilizando estos nanocompuestos.

La presente investigación tiene como finalidad verificar si las nanopartículas de magnetita recubiertas de quitosano (CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), tienen la capacidad de adsorción de cromo hexavalente en soluciones acuosas, y a diferentes parámetros termodinámicos.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### Materiales

Para la obtención del quitosano se utilizó hidróxido de sodio (NaOH), ácido clorhídrico (HCl) al 37%, etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH), solución buffer pH 4, agua destilada. Para la síntesis de nanopartículas fue necesario cloruro ferroso tetrahidratado



(FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O), cloruro férrico hexahidratado (FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O), amoníaco (NH<sub>3</sub>) al 25%, ácido acético (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>), agua destilada ultrapura. Los experimentos de adsorción se realizaron usando dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), ácido sulfúrico al 96% (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 1,5-difenilcarbazida, acetona.

## Métodos

### Obtención del quitosano:

El quitosano fue obtenido a partir del exoesqueleto del camarón siguiendo la metodología propuesta por Escobar et al. (14). En primer lugar, los caparazones del camarón (materia prima) fueron lavados con abundante agua y secados en una estufa a 40 °C por 2 horas, luego triturados y tamizados hasta un tamaño de partícula de entre 0.8 y 1.5 mm, luego, la materia prima fue sometida a un proceso de desproteización, utilizando NaOH al 3,5% en una relación 1:10 y bajo agitación constante a 80 °C durante 2 horas. Se procedió a remover el carbonato de calcio presente en la muestra mediante un proceso de desmineralización utilizando una inmersión de HCl 2N en una relación 1:5, bajo agitación constante por 90 minutos a temperatura ambiente. Seguidamente, la muestra fue purificada con NaOH al 3,5% y una relación 1:5 a temperatura de 100 °C bajo agitación constante por 1 hora. En cada una de las etapas la muestra fue filtrada y lavada varias veces con agua destilada hasta pH neutro y secada en una estufa a 80 °C por 30 minutos, obteniendo así la quitina luego de la etapa de purificación. La quitina obtenida fue desacetilada utilizando una solución de NaOH al 50 % en una relación 1:10, bajo agitación constante por 1 hora, la muestra fue filtrada y lavada varias veces hasta pH neutro y secada en una estufa, obteniendo de esta manera el quitosano.

### Determinación del porcentaje de desacetilación:

El grado de desacetilación del quitosano se determinó siguiendo el método propuesto por Brugnerotto et al. (19), quien relaciona dos bandas de absorbancia características a 1320 cm<sup>-1</sup> y 1420 cm<sup>-1</sup> mediante una correlación lineal expresada en la ecuación (1); Donde: DD(%), es el porcentaje de desacetilación, A (1320 cm<sup>-1</sup>) y A (1420 cm<sup>-1</sup>), son las absorbancias representativas del espectro IR del quitosano.

(1)

$$DD(\%) = 100 - \left[ 31,92 \left( \frac{A(1320 \text{ cm}^{-1})}{A(1420 \text{ cm}^{-1})} \right) - 12,20 \right]$$

### Síntesis y recubrimiento de nanopartículas de magnetita:

La síntesis de nanopartículas de magnetita fue mediante coprecipitación química y el recubrimiento de quitosano se lo realizó de manera In-situ, siguiendo la metodología propuesta por Kavaz et al. (20) tomando en cuenta algunos cambios realizados por Ranjbar y Hadjmohammadi (21). En primer lugar, se preparó una solución con 0.16 g de quitosano en ácido acético al 1 % (el pH de la solución fue ajustado a 4.8 con NaOH 5M). Luego se adicionó 1.34 g de FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O y 3.40 g de FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O en 100 ml de la solución de quitosano y se agitó por 30 minutos a 650 rpm. Una vez disuelto completamente se adicionó lentamente tanto la solución de NH<sub>3</sub> 1M como 10 ml de la solución de TPP al 2,5 % (p/v) bajo agitación constante y temperatura ambiente, hasta que la solución se tornó negra. Posteriormente las NPs fueron lavadas varias veces con agua destilada ultrapura hasta pH neutro y separadas mediante decantación magnética. Finalmente, la muestra fue secada en una estufa a 70 °C por 4 horas.

### Caracterización mediante espectroscopía Infrarroja (IR):

La caracterización del quitosano y las nanopartículas sintetizadas se lo realizó mediante espectroscopía IR con transformada de Fourier (Jasco FT/IR-4100) a un rango de longitud de onda entre 400 y 4.000 cm<sup>-1</sup>, con la finalidad de verificar la síntesis, y determinar el grado de desacetilación en el caso del quitosano (DD%). Para el análisis se preparó una pequeña cantidad de muestra seca y se ubicó en la celda del espectrómetro FT-IR los resultados se visualizaron mediante el software Spectrum 10.

### Caracterización de las nanopartículas mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB):

El tamaño y morfología de las CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> se realizó mediante MEB. Para lo cual, la muestra fue recubierta con una capa de oro antes del examen, con la finalidad de proporcionar una capa protectora a las muestras sometidas a alto voltaje. Para el análisis se usó el MEB de marca MEMMERT y el software ProSuite para la recolección de los datos.

### Experimentos de adsorción de Cr (VI):

Para determinar la capacidad de adsorción de cromo (VI) se realizaron experimentos de adsorción por lotes (BATCH), tomando en cuenta parámetros termodinámicos como el pH (2, 3, 5, 7), concentración del adsorbente (0.4, 0.8, 0.1, 0.2

g), concentración inicial del contaminante (5, 15, 25 50 y 75 mg/L), tiempo de contacto (10, 30, 60 y 120 min) y temperatura (25, 40 y 60 °C). El proceso de adsorción se realizó en matraces Erlenmeyer de 100 ml con soluciones de Cr (VI) aforadas a 50 ml a partir de una solución madre de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ), con ayuda de un agitador Excell Incubador Shaker Series a agitación constante de 250 rpm y 120 minutos en cada experimento. La cuantificación de la concentración remanente de Cr (VI) se realizó mediante espectroscopía UV-Visible por el método colorimétrico de la 1,5-difenilcarbazida (22), y a una longitud de onda de 540 nm.

### Diseño experimental:

La capacidad de adsorción se determinó con la ayuda de un diseño experimental de tipo factorial  $a*b*c$ , donde los factores a, b y c corresponden a la concentración inicial de cromo (VI), tiempo de contacto y temperatura, además, se consideraron tres réplicas en cada experimento, resultando así 180 tratamientos. La variable de respuesta fue el % de adsorción de Cr (VI).

## III. RESULTADOS

### Obtención del quitosano

El quitosano fue obtenido a partir del exoesqueleto del camarón con un rendimiento de síntesis del 61 % y un peso molecular viscosimétrico de  $6,29 \times 10^5$  g/mol.



Figura 1. Quitosano obtenido a partir del exoesqueleto del camarón.

### Caracterización de quitosano mediante espectroscopía Infrarroja

Las principales bandas de absorción obtenidas tanto para la quitina como para el quitosano se observan en las figuras 2, con valores similares a los reportados por Sierra (14), Cárdenas (23) y Parada et al. (24). En el espectro de la quitina (a) se observa una banda ubicada a  $3430\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a  $\nu\text{O-H}$  y  $\nu\text{N-H}$ , la cual es menos pronunciada en el espectro del quitosano (b) que se encuentra a  $3289\text{ cm}^{-1}$ . En el espectro del quitosano las bandas ubicadas a  $1581\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a la tensión  $\nu\text{C-N}$ , la banda

a  $1376\text{ cm}^{-1}$  de la amida III y los enlaces  $\nu\text{C=O}$  de la amida I a  $1646\text{ cm}^{-1}$ , son bandas menos pronunciadas en comparación con el espectro IR de la quitina, luego del proceso de desacetilación.

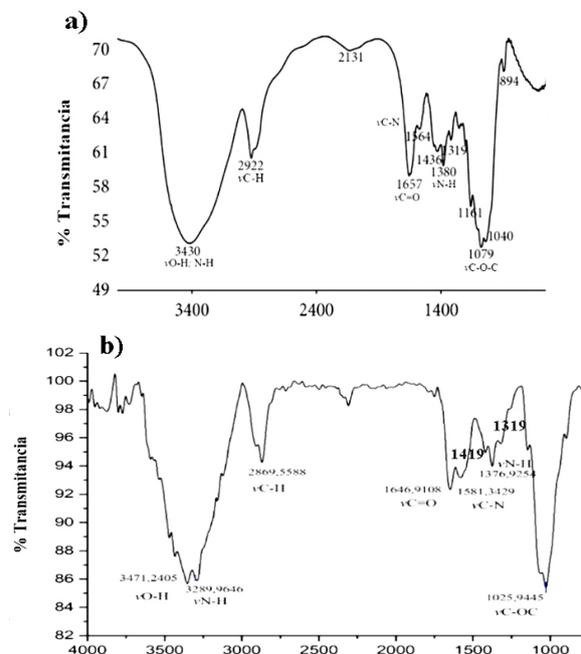


Figura 2. Espectro FT-IR de a) quitina b) quitosano, extraídos a partir del exoesqueleto del camarón a un rango de longitud de onda de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $400\text{ cm}^{-1}$ .

Por lo tanto, las bandas más representativas del quitosano son las que corresponden al estiramiento  $\nu\text{N-H}$  para la amida I que está a  $3289\text{ cm}^{-1}$  y la banda ancha de vibración de tensión que indica  $\nu\text{O-H}$  a  $3471\text{ cm}^{-1}$ . Se observa una banda cercana a  $1646\text{ cm}^{-1}$  que representa el estiramiento  $\nu\text{C=O}$  de la amida I y la banda que se observa a  $1581\text{ cm}^{-1}$  indica la vibración de estiramiento  $\nu\text{C-N}$  de los grupos unidos a la unión  $\nu\text{C=O}$ . Se destacan también las bandas de absorción del grupo  $-\text{CH}_2-$  que prevalece a los  $2922\text{ cm}^{-1}$  en el espectro de la quitina en comparación al espectro del quitosano cuya banda es menos prominente a los  $2869\text{ cm}^{-1}$ , causado por la pérdida del grupo acetilo durante la desacetilación en medio básico.

### Determinación del porcentaje de desacetilación (%DD)

En la figura 2b se destacan las bandas de absorción a  $1319\text{ cm}^{-1}$  y  $1419\text{ cm}^{-1}$  cuyas longitudes corresponden a la amina I y al grupo hidroxilo, respectivamente; bandas usadas para determinar el % DD a partir de los valores de transmitancia ( $T_{1319\text{ cm}^{-1}} = 0.0197266$ ,  $T_{1419\text{ cm}^{-1}} = 0.0224853$ ), dando como resultado 84.20 % de desacetilación en el quitosano obtenido a partir

del exoesqueleto del camarón, mediante la ecuación (1).

### Síntesis y caracterización de nanopartículas

Las nanopartículas de magnetita recubiertas de quitosano fueron sintetizadas de manera *In situ* por el método de coprecipitación química, mediante las sales de  $\text{FeCl}_2$  y  $\text{FeCl}_3$  en una relación 1:2, a temperatura ambiente utilizando como reductor  $\text{NH}_3$  (25%), quitosano al 0.16% y como agente entrecruzante se utilizó el TPP (2,5%). La figura 3, muestra un esquema de la síntesis y la formación de puentes de hidrógeno entre los oxígenos de la magnetita y los grupos amino del quitosano.

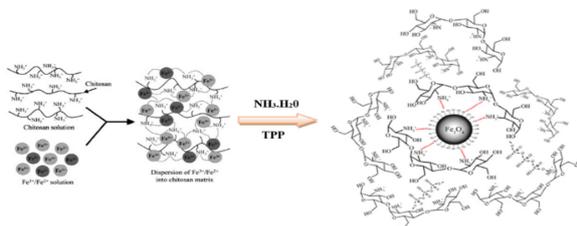


Figura 3. Formación de  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  de manera *In situ* por coprecipitación química.

Luego, las nanopartículas fueron caracterizadas mediante espectroscopía FT-IR; la figura 4 describe los espectros tanto de las nanopartículas de magnetita sin recubrir ( $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$ ) como las nanopartículas recubiertas de quitosano ( $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$ ) y el quitosano (CS) solo, a un rango de longitud de onda de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $400\text{ cm}^{-1}$ . La banda que se encuentra ubicada a los  $543\text{ cm}^{-1}$  en el espectro (a)  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  y la banda a los  $532\text{ cm}^{-1}$  en el espectro (b)  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$ , representan la vibración  $\nu\text{Fe-O}$  de tensión, y verifican la formación de la magnetita, (25).

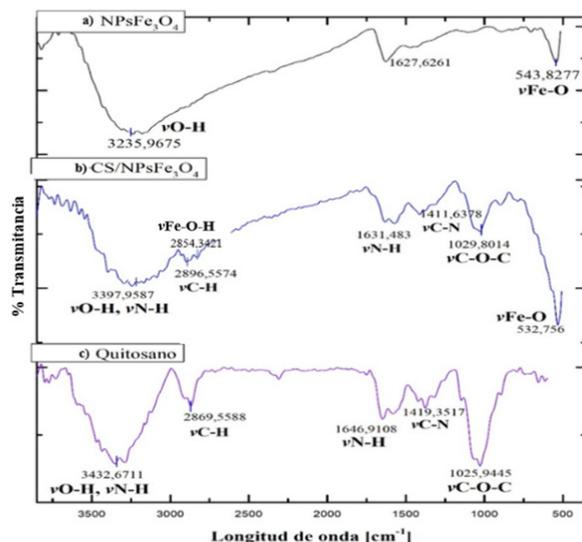


Figura 4. Espectros FT-IR de las NPs sintetizadas: a)  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  sin recubrir, b)  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  y c) quitosano (CS); a un rango de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $400\text{ cm}^{-1}$

En el espectro (b)  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$ , se observan bandas características del quitosano ubicadas a  $3397\text{ cm}^{-1}$  que representa el estiramiento del grupo  $\nu\text{N-H}$  y la  $\nu\text{O-H}$  correspondiente a los enlaces entre hidrógenos del quitosano, Además se presentan dos bandas a  $1631\text{ cm}^{-1}$  y  $1411\text{ cm}^{-1}$  que se les atribuye a la  $\nu\text{N-H}$  y  $\nu\text{C-N}$ , las cuales son bandas características del quitosano, y la banda de absorbancia a  $2854\text{ cm}^{-1}$  que representa la formación de los puentes de hidrógeno de los grupos  $\nu\text{Fe-O-H}$  con el grupo  $\text{NH}_2$  del quitosano corroborando el recubrimiento de las nanopartículas.

El tamaño y morfología de las nanopartículas se determinaron mediante MEB. Los resultados se observan en la figura 5, donde se muestran las micrografías a una resolución de  $\times 60.000$  aumentos. En el inciso a) se observan NPs a  $100\text{ nm}$  y en el inciso b) a  $50\text{ nm}$ . A partir de las cuales se puede observar agregaciones de NPs de forma esféricas y de morfología irregular característica. Además, se distinguen dos contrastes; las áreas oscuras corresponden a la  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , mientras que las áreas claras representan el recubrimiento con quitosano, evidenciando la formación del nanocompuesto  $\text{CS/NpsFe}_3\text{O}_4$ , con un diámetro promedio de  $31,85\text{ nm}$  de diámetro, y excelentes propiedades superparamagnéticas.

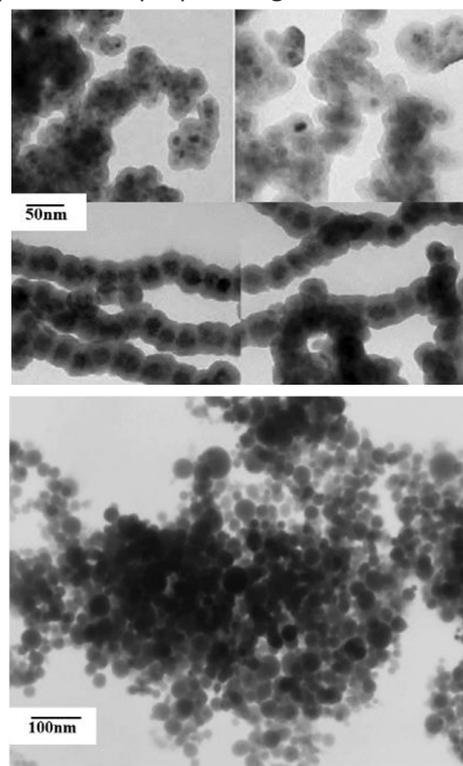


Figura 5. Micrografías MEB de las  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  a una resolución de  $\times 60.000$ . a) Nps a  $100\text{ nm}$  y b) Nps a una distribución de tamaño de  $50\text{ nm}$ .

## Experimentos de adsorción

### a) Influencia del pH:

El mayor % de adsorción se obtuvo a valores de pH 3 con 81,17 % de adsorción de Cr (VI). Lo cual coincide con los resultados obtenidos por Omidinasab et al. (25), quien plantea que las NPs magnéticas de quitosano tienen mayor capacidad de adsorción a pH ácido de 2 a 4, característica que se relaciona con la especie adsorbida.

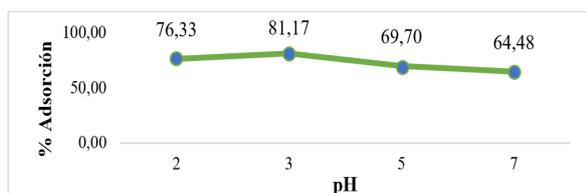


Figura 6. Resultados del porcentaje de adsorción de Cr (VI) utilizando CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> a un rango de pH de 2 a 7 en 20 mg/L de Cr (VI) inicial.

### b) Influencia de la concentración del adsorbente:

Los resultados se observan en la figura 7, donde se demuestra la influencia que tiene la concentración del adsorbente sobre el porcentaje de adsorción de Cr (VI). El mismo que destaca un mayor porcentaje de adsorción a concentraciones de entre 0.08 g a 0.1 g, con porcentajes de adsorción de 89,90 % y 90,52 %, respectivamente.

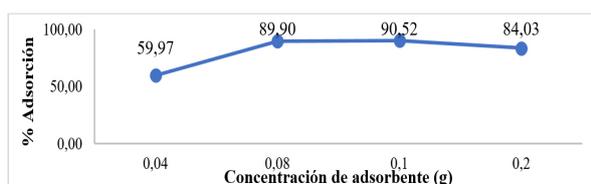


Figura 7. Resultados de la influencia de la concentración del adsorbente vs % Adsorción de Cr (VI) con CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

### c) Influencia del tiempo de contacto y temperatura:

En la figura 8 se observan las interacciones entre el tiempo de contacto y temperatura con relación al % de adsorción de Cr (VI); dicho porcentaje aumenta a la vez que aumenta tanto el tiempo de contacto como la temperatura, De manera que el porcentaje máximo de adsorción es del 99,70 %, a temperatura de 60 °C y 60 minutos de tiempo de contacto. Sin embargo, al aumentar el tiempo de contacto a 120 minutos y temperatura de 60 °C, existe disminución en el % de adsorción, por lo tanto, el proceso de adsorción en este caso

alcanzó el equilibrio a los 60 minutos. Mientras que a temperaturas de 25 y 40 °C alcanzó el equilibrio a los 120 minutos, con porcentajes de adsorción de 85,07 % y 90,80 %, respectivamente.

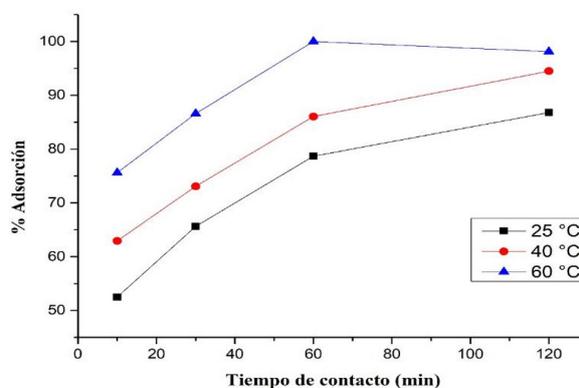


Figura 8. Relación de la temperatura y tiempo de contacto vs % de Adsorción de Cr (VI) con CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

### d) Efecto de la concentración inicial del adsorbente:

Existe mayor capacidad de adsorción de Cr (VI) cuando el adsorbato se encuentra a concentraciones bajas (figura 9). Para cada temperatura se obtuvo mayor porcentaje de adsorción a concentración de 5 mg/L, destacando que existe un porcentaje de adsorción del 99,70 % y 99,53 % a 60 °C y concentraciones de 5 mg/L y 15 mg/L de Cr (VI), respectivamente.

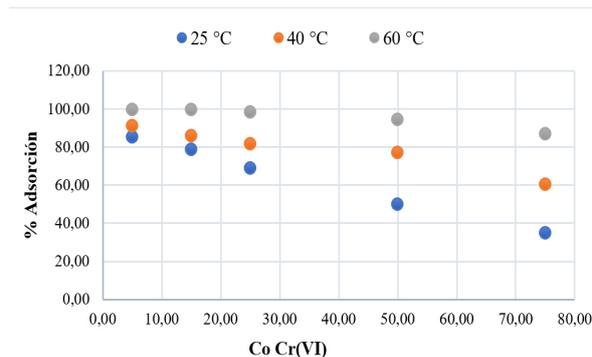


Figura 9. Efecto de la concentración inicial del Cr (VI) con relación al % de adsorción utilizando CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> como agente adsorbente y 60 min de tiempo de contacto.

### e) Estudio cinético:

Los datos obtenidos a partir del diseño experimental se ajustaron al modelo cinético de pseudo primer orden y pseudo segundo orden, y a partir de los cuales se obtuvieron las constantes de velocidad según el modelo cinético descrito en la tabla 1.



El modelo cinético de pseudo segundo orden es el que mejor se ajusta a los datos experimentales, lo cual se confirma con el coeficiente de regresión ( $R^2$ ) de 0,9982 para 25 °C, 0,9994 para 40 °C y 0,9954 para 60 °C, valores mayores a los obtenidos con el modelo de pseudo primer orden y el valor de  $q_e$  para el modelo de pseudo segundo orden es aproximado al obtenido experimentalmente.

Constantes	Unidades	25 °C	40 °C	60 °C
<b>Ajuste pseudo primer orden</b>				
$q_{eq}$	mg/g	66,72	81,87	77,98
$k_1$	min <sup>-1</sup>	-0,0339	-0,0361	-0,0517
$R^2$	-	<b>0,9829</b>	<b>0,9849</b>	<b>0,8953</b>
<b>Ajuste pseudo segundo orden</b>				
$q_{eq}$	mg/g	108,70	123,46	133,34
$k_2$	g/mg* min	0,0040	0,0035	0,0040
$R^2$	-	<b>0,9982</b>	<b>0,9994</b>	<b>0,9954</b>

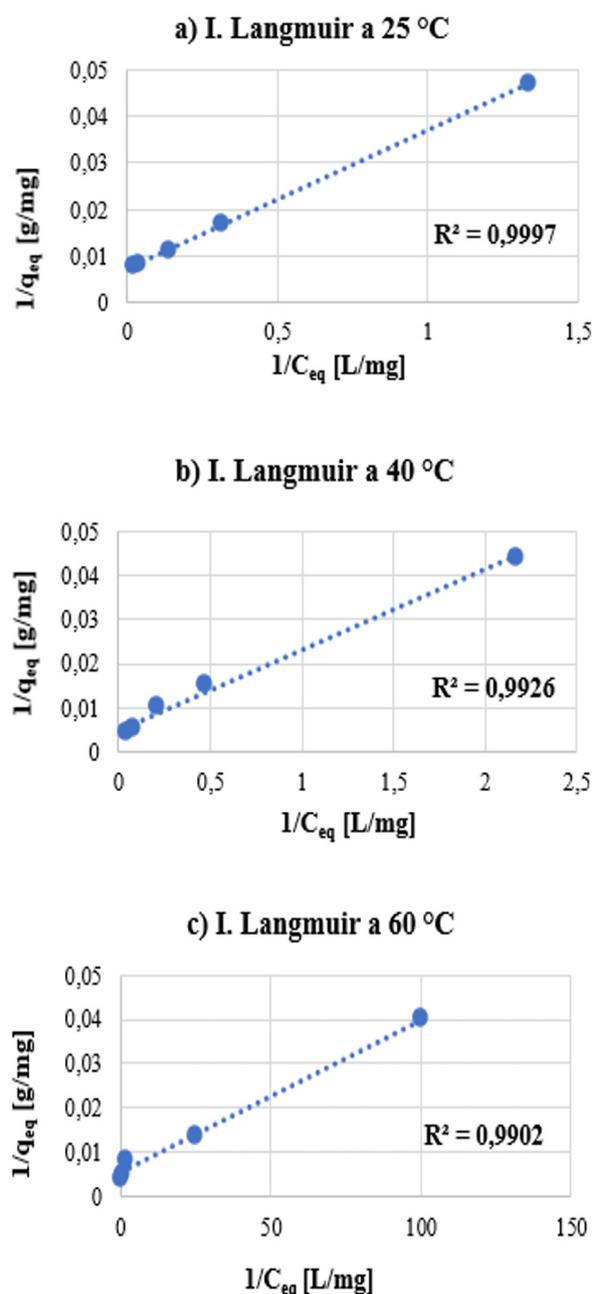
**Tabla 1.** Ajuste para los modelos cinéticos de pseudo primer orden y pseudo segundo orden para la adsorción de Cr (VI) mediante CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

#### f) Isoterma de adsorción:

La isoterma de Langmuir es la que mejor se ajusta al proceso de adsorción de Cr (VI) como se muestra en la figura 10, tanto para las NPs desnudas como funcionalizadas; dado que los valores  $R^2$ , obtenidos de la linealidad de Langmuir son mayores a los obtenidos de la linealidad de Freundlich. A partir de la constante de Langmuir ( $K_L$ ) descrita en la tabla 2 se deduce que existe mayor interacción entre el adsorbato y el adsorbente a 60 °C con una  $K_L$  de 4.86 L/mg, y los coeficientes  $RL$  son menores a 1 en cada caso, verificando que el proceso es favorable para dicha isoterma. Adicionalmente, a partir de la inversa de la pendiente en la ecuación de Langmuir se obtuvieron los valores de  $q_{max}$ . Para las NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> desnudas a 25°C fue de 57,14 mg/g, sin embargo, para las CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> a la misma temperatura la  $q_{max}$  fue mayor, obteniéndose un valor de 140,85 mg/g, gracias al recubrimiento de quitosano sobre las NPs, que aumenta la capacidad de adsorción.

Así mismo, la capacidad de adsorción también varía con la temperatura, es decir, al aumentar la temperatura también aumenta la capacidad máxima de adsorción. A partir del modelo de Langmuir se obtuvieron valores de  $q_{max}$  para

40 °C de 224,71 mg/g, y para 60 °C de 275,48 mg/g. Por otro lado, a partir de la linealidad de Freundlich se destacan los valores de la constante  $n$ , la adsorción es favorable cuando los valores de  $n$  están entre 1 y 10. Según los datos obtenidos en la tabla 2 se observa que el experimento de adsorción con CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> también es favorable para la linealidad de Freundlich, verificando que la interacción entre el adsorbente y el Cr (VI) es muy fuerte, cosa que no sucede con NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sin recubrir, que presentan una constante  $n < 1$ .



**Figura 10.** Isotermas de Langmuir para los experimentos de adsorción de cromo (VI) con CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> a 25 °C, 40 °C y 60 °C.

Modelo	Parámetros	NPsFe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		CS/NPsFe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		
		Temp.	25 °C	25 °C	40 °C	60 °C
Isoterma de Langmuir	$q_{max}$ (mg/g)		57,14	140,85	224,71	294,12
	$K_L$ (L/mg)		1,061	0,2375	0,2747	4,8571
	$RL$		0,0325	0,0795	0,1097	0,0020
	$R^2$		<b>0,9907</b>	<b>0,9997</b>	<b>0,9926</b>	<b>0,9902</b>
Isoterma de Freundlich	$1/n$		1,163	0,4313	0,5741	0,2725
	$n$		0,8559	2,3186	1,7419	3,6698
	$K_f$ (mg/g)		7,967	30,13	39,40	123,48
	$R^2$		<b>0,9163</b>	<b>0,9206</b>	<b>0,9751</b>	<b>0,9205</b>

Tabla 2. Parámetros determinados a partir de la linealidad de Langmuir y Freundlich a diferentes temperaturas para la adsorción de Cr (VI) mediante CS/NPsFe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

## Diseño experimental

A partir del diseño experimental de tipo factorial a\*b\*c se verificaron los datos obtenidos experimentalmente; donde la variable dependiente % de adsorción de Cr (VI) si depende de los factores en estudio: concentración inicial de Cr (VI), tiempo de contacto y temperatura, luego de un análisis de varianza ANOVA con un valor-P menor a 0,05 rechazando la Ho a favor de la H1. Lo cual indica que los factores a, b, c y sus interacciones son estadísticamente significativos frente a la variable de respuestas.

Fuente	Suma de Cuadrados	gl	CM	Razón-F	Valor-P
A: C <sub>0</sub> Cr (VI)	22247,6	1	22247,6	307,33	0,0000
B: Tiempo de contacto	25718,9	1	25718,9	355,29	0,0000
C: Temperatura	14141,3	1	14141,3	195,35	0,0000
AB	160,084	1	160,084	2,21	0,1388
AC	802,055	1	802,055	11,08	0,0011
BC	1,88862	1	1,88862	0,03	0,8719
ABC	522,096	1	522,096	7,48	0,2669
Error total	12523,3	172	72,3893		
Total (corr.)	79049,3	179			

Tabla 3. ANOVA para % adsorción de Cr (VI).

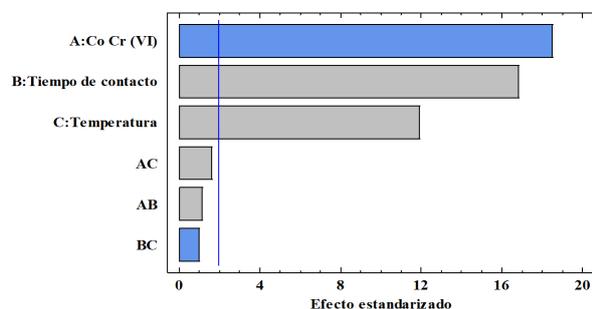


Figura 11. Diagrama de Pareto de los efecto positivos y negativos sobre la variable % adsorción Cr (VI).

A partir del diagrama de Pareto (figura 11) se observa que el efecto A que corresponde a la concentración inicial de Cr (VI) tiene un efecto negativo con relación al % de adsorción, verificando lo antes mencionado en la figura

9, a menor concentración de contaminante (5 mg/L) se obtiene mayor porcentaje de adsorción; mientras que los factores B y C que corresponden al tiempo de contacto y temperatura, y sus interacciones con la concentración inicial (AB, AC), tienen un efecto positivo es decir, el mayor % de adsorción de Cr (VI) se dio al aumentar tanto el tiempo como la temperatura verificando los resultados descritos en la figura 9.

## IV. DISCUSIÓN

Las nanopartículas de magnetita fueron sintetizadas por coprecipitación química y recubiertas con quitosano obtenido a partir del exoesqueleto del camarón con un %DD = 84.20%, mayor al 75% siendo adecuado como agente de



recubrimiento. En medio ácido, los grupos amino del quitosano son capaces de interactuar con las cargas negativas del grupo hidroxilo de la superficie de las  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  y el TPP es un anión polivalente con tres grupos de carga negativa, que pueden interactuar con las moléculas de quitosano y servir como agente entrecruzante (figura 3) (26).

Gracias al recubrimiento de quitosano, las  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  presentan mayor capacidad de adsorción de Cr (VI) utilizando pequeñas concentraciones de adsorbente (0,08 g a 0,1 g), en comparación con un estudio realizado por Rivera et al. (27), quien menciona que el mayor % de adsorción de Cr (VI) (70 %) con  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  sin recubrir se dio a concentración de 2 a 3 g de Nps; sin embargo, Noguera U., et al (28) sintetizó  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  soportadas en cascarillas de café obteniendo mayor capacidad de adsorción de Cr (VI) a concentraciones menores a 1 g de adsorbente; corroborando que la modificación de la superficie de las NPs proporciona más sitios activos para una eficiente interacción con el analito y mayor relación superficie/volumen del adsorbente.

Muchos estudios demuestran que el mayor % adsorción de Cr (VI) se obtiene a pH de 2 a 4, tal como menciona Omidinasab et al. (25); información que se ha verificado en esta investigación, donde se obtuvo un mayor % adsorción a pH 3 (figura 6). El agente adsorbente a pH ácido puede interactuar electrostáticamente con las cargas negativas del contaminante, de manera que se pueden encontrar varias formas estables de especies de Cr (VI) en soluciones acuosas ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{HCr}_2\text{O}_4^-$ ,  $\text{HCrO}_4^-$  y  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ). El cromato ácido ( $\text{HCrO}_4^-$ ) es la especie dominante a valores de pH menores a 6, al aumentar el pH la especie cambia a  $\text{CrO}_4^{2-}$  limitando la adsorción debido a la competencia de los iones hidróxido existentes con relación al menor potencial zeta del adsorbente (29). También, a valores de pH inferiores a 1, el Cr (VI) se reduce a Cr (III) por el consumo de  $\text{H}^+$ . Por lo tanto, el efecto del pH sobre las interacciones electrostáticas entre  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  y el Cr (VI) para el ion  $\text{HCrO}_4^-$  se evaluó a un rango de pH de 2 a 7 y el porcentaje de adsorción incrementó cuando el valor del pH fue de 2 a 3.

El fenómeno de superficie que involucra el proceso de adsorción de Cr (VI) con  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  es favorable para la linealidad de Langmuir (figura 10), de manera que únicamente se forma una sola capa en la superficie de las NPs en cada tiempo y temperatura estudiada. A partir de la isoterma de Langmuir se determinó la  $q_{max}$  de Cr (VI) la cual

fue mayor para las  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$ , como se observa en la tabla 2, en comparación a las  $\text{NPsFe}_3\text{O}_4$  sin recubrimiento. También, la  $q_{max}$  para  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  fue mayor, a la vez que aumentó la temperatura a  $60^\circ\text{C}$  ( $q_{max} = 275,48$  mg/g). Temperatura en la cual existe mayor interacción entre el adsorbato y el adsorbente, tal como demuestra la constante de separación  $K_L$  de 4.86 L/mg (tabla 2).

Por otro lado, el proceso de adsorción de Cr (VI) con  $\text{CS@NPsFe}_3\text{O}_4$ , sigue un modelo de pseudo segundo orden, de manera que el paso que limita o determina la velocidad es la adsorción superficial y la remoción de Cr (VI) se debe a las interacciones fisicoquímicas con el adsorbente (27). Estos resultados concuerdan con los descritos por Castro et al. (30) y Dima (31), quienes señalan que el proceso de adsorción de Cr (VI) sigue el mecanismo de pseudo segundo orden.

## V. CONCLUSIONES

Se sintetizaron nanopartículas de magnetita por coprecipitación química y recubiertas con quitosano obtenido del exoesqueleto del camarón de manera In-situ. Las  $\text{CS/NPsFe}_3\text{O}_4$  fueron de apariencia esférica y morfología irregular característica, con un diámetro promedio igual a 31.85 nm con excelentes propiedades superparamagnéticas. El mayor porcentaje de adsorción fue del 99.70 % a valores de pH 3, 0.1 g de concentración del adsorbente, 5 mg/L de contaminante, 60 minutos de tiempo de contacto y  $60^\circ\text{C}$  de temperatura. El proceso de adsorción siguió un modelo cinético de pseudo segundo orden y la isoterma que mejor se ajustó a los datos experimentales fue de Langmuir, a partir de la misma se obtuvo una  $q_{max}$  de Cr (VI) con NPs de 294,12 mg/g a  $60^\circ\text{C}$ .

Por lo tanto, el recubrimiento de quitosano, además de proteger a las NPs y brindar estabilidad, también mejoró las propiedades adsorbentes de las mismas, y el porcentaje de adsorción fue mayor utilizando pequeñas cantidades de adsorbente.

## VI. Agradecimientos

Un agradecimiento especial a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, y al Grupo de Investigación en Materiales Avanzados GIMA, por facilitar que este trabajo se haya cumplido con excelentes resultados.

## V. REFERENCIAS

1. Portilla A. Analisis tecnico ambiental del proceso de la curtiduria serrano de la ciudad ambato y diseño de la planta de tratamiento de las aguas residuales [tesis de grado]. Quito: Universidad Central del Ecuador; 2013. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/1564>
2. ATSDR. Resumen de Salud Pública. Cromo. Agencia para Sustancias toxicas y registro de enfermedades [Internet]. 2012. [citado 15 agosto 2022]; 1:1-8. Disponible en: [https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es\\_phs7.pdf](https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs7.pdf)
3. Ministerio de Ambiente del Ecuador. Revisión y Actualización de la Norma de Calidad Ambiental y de Descarga de Efluentes: Recurso Agua. Regist Of No 387 [Internet]. 2015; [citado 15 agosto 2022]; 97: 1–40. Disponible en: <http://extwprlegs1.fao.org/docs/pdf/ecu155128.pdf>
4. Çimen A. Removal of chromium from wastewater by reverse osmosis. Russ J Phys Chem A [Internet]. 2015 [citado 18 agosto 2022]; 89(7): 1238–43. Disponible en: <https://doi.org/10.1134/S0036024415070055>
5. Mousavi Rad SA, Mirbagheri SA, Mohammadi T. Using reverse osmosis membrane for chromium removal from aqueous solution. World Acad Sci Eng Technol [Internet]. 2009 [citado 18 agosto 2022]; 57(Vi): 348–52. Disponible en: <https://doi.org/10.5281/zenodo.1331495>
6. Naghdali Z, Sahebi S, Ghanbari R, Mousazadeh M, Jamali HA. Chromium removal and water recycling from electroplating wastewater through direct osmosis: Modeling and optimization by response surface methodology. Environ Heal Eng Manag [Internet]. 2019 [citado 19 agosto 2022]; 6(2): 113–20. Disponible en: <http://ehemj.com/article-1-496-en.html>
7. Pérez-Candela M, Martín-Martínez J, Torregrosa-Maciá R. Chromium(VI) removal with activated carbons. Water Res [Internet]. 1995 [citado 22 agosto 2022]; 29(9): 2174–80. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/004313549500035J>
8. Sivakami MS, Gomathi T, Venkatesan J, Jeong HS, Kim SK, Sudha PN. Preparation and characterization of nano chitosan for treatment wastewaters. Int J Biol Macromol [Internet]. 2013 [citado 22 agosto 2022]; 57: 204–212. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.03.005>
9. Marín Hernández JJ. Técnicas de microextracción con nanomateriales aplicadas ala determinación de especies inorgánicas con espectrometría de absorción atómica [tesis doctoral]. Murcia: Universidad de Murcia; 2019. Disponible en: <https://digitum.um.es/digitum/handle/10201/74266>
10. Arévalo-Cid P. Preparación y estudio de nanocomposites magnéticos con diferente potencial de empleo [tesis doctoral]. Madrid: Universidad Complutense de Madrid; 2016. Disponible en: <https://eprints.ucm.es/id/eprint/49090/>
11. Falla JDF. Síntesis verde de nanoparticulas de hierro cero valente para la remoción de cadmio, cromo y arsénico en solución [tesis de master]. Bogotá: Universidad de los Andes; 2020. Disponible en: <http://hdl.handle.net/1992/50941>
12. Palacios J. Optimización Del Recubrimiento De Nanopartículas Magnéticas Con Polielectrolitos Para Su Uso Como Transportadores Moleculares [tesis de grado]. Elche: Universidad Miguel Hernández; 2014. Disponible en: <http://dspace.umh.es/handle/11000/3478>
13. Divya K, Jisha MS. Chitosan nanoparticles preparation and applications. Environ Chem Lett [Internet]. 2018 [citado 22 agosto 2022]; 16(1): 101–12. Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10311-017-0670-y>
14. Escobar Sierra D, Ossa Orozco C, Alexander Ospina W. Optimización de un protocolo de extracción de quitina y quitosano desde caparazones de crustáceos. Sci Tech [Internet]. 2013 [citado 22 agosto 2022]; 18(1):260–6. Disponible en: <https://doi.org/10.22517/23447214.7555>
15. Salas Ovilla R, Rosas Quijano R, Galvez Lopez D. La quitina: lo mejor de los desechos marinos. Rev Cienc UANL [Internet]. 2017 [citado 26 agosto 2022]. 84 (2007–1175): 7–10. Disponible en: [https://www.researchgate.net/publication/326904237\\_LA\\_QUITINA\\_LO\\_MEJOR\\_DELOS\\_DESECHOS\\_MARINOS](https://www.researchgate.net/publication/326904237_LA_QUITINA_LO_MEJOR_DELOS_DESECHOS_MARINOS)



16. Chang YC, Chang SW, Chen DH. Magnetic chitosan nanoparticles: Studies on chitosan binding and adsorption of Co(II) ions. *React Funct Polym* [Internet]. 2006 [citado 26 agosto 2022]; 66(3): 335–41. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2005.08.006>
17. Menchaca-Nal S. Síntesis y Caracterización de nanocomposites poliméricos con propiedades magnéticas [tesis doctoral]. Buenos Aires: Universidad de Buenos Aires; 2018. Disponible en: <http://hdl.handle.net/11336/83390>
18. Yuwei C, Jianlong W. Preparation and characterization of magnetic chitosan nanoparticles and its application for Cu(II) removal. *Chem Eng J* [Internet]. 2011 [citado 26 agosto 2022]; 168(1): 286–92. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2011.01.006>
19. Brugnerotto J, Lizardi J, Goycoolea FM, Argüelles-Monal W, Desbrières J, Rinaudo M. An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. *Polymer (Guildf)* [Internet]. 2001 [citado 28 agosto 2022]; 42(8): 3569–80. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0032386100007138>
20. Kavaz D, Odabaš S, Güven E, Demirbilek M, Denkbaš EB. Bleomycin loaded magnetic chitosan nanoparticles as multifunctional nanocarriers. *J Bioact Compat Polym* [Internet]. 2010 [citado 28 agosto 2022]; 25(3): 305–18. Disponible en: <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0883911509360735>
21. Ranjbar S, Hadjmohammadi MR. Modified magnetic chitosan nanoparticles based on mixed hemimicelle of sodium dodecyl sulfate for enhanced removal and trace determination of three organophosphorus pesticides from natural waters. *Anal Chim Acta* [Internet]. 2019 [citado 28 agosto 2022]; 1078:90–100. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.aca.2019.06.026>
22. Norma Técnica Ecuatoriana. NTE INEN 983: Agua potable - Determinación de cromo hexavalente. INEN [Internet]. 1998 [citado 19 agosto 2022]; 3:1–6. Disponible en: <https://www.normalizacion.gob.ec/buzon/normas/983.pdf>
23. Cárdenas Soriano OE. Caracterización de los productos de la desacetilación selectiva de quitina [tesis de grado]. San Salvador: Universidad de El Salvador; 2010. Disponible en: <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/8790/>
24. Parada LG, Katime Amashta IA, Crespín GD, Miranda R. Caracterización de quitosano por viscosimetría capilar y valoración potenciométrica. *Rev Iberoam Polímeros*, ISSN-e 0121-6651, 2004 [Internet]. 2004 [citado 30 agosto 2022]; 5(1): 1. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=1048855&info=resumen&idioma=SPA>
25. Omidinasab M, Rahbar N, Ahmadi M, Kakavandi B, Ghanbari F, Kyzas GZ, et al. Removal of vanadium and palladium ions by adsorption onto magnetic chitosan nanoparticles. *Environ Sci Pollut Res* [Internet]. 2018 [citado 30 agosto 2022]; 25(34): 34262–76. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s11356-018-3137-1>
26. Kyzas GZ, Deliyanni EA. Mercury(II) removal with modified magnetic chitosan adsorbents. *Molecules*. [Internet] 2013 [citado 28 agosto 2022]; 18(6): 6193–214. Disponible en: <https://www.mdpi.com/1420-3049/18/6/6193>
27. Fernanda Lyzeth Rivera Saldívar. Síntesis de Nanopartículas Magnéticas para el Desarrollo de Proces Catalíticos y de Adsorción en Aguas Contaminadas [Tesis doctoral]. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid; 2021. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10486/697059>
28. Noguera U. nanopartículas de hierro soportadas en cascarilla de café [tesis de master]. Medellín: Universidad Nacional de Colombia; 2021. Disponible en: <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/80093>
29. Pájaro Y, Díaz F. Remoción de cromo hexavalente de aguas contaminadas usando quitosano obtenido de exoesqueleto de camarón. *Rev Colomb Química* [Internet]. 2012 [citado 30 agosto 2022]; 41(2): 243–62. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=309028756008>
30. Castro S, Cerda R, Betanco N, Canelo F, López X, García A, et al. Estudio del equilibrio y cinética de adsorción de Cd(II), Ni(II) y Cr(VI) usando Quitosano y Quitosano modificado con cobre. *Nexo Rev Científica*. [Internet] 2014 [citado 28 agosto 2022]; 26(2): 56–68. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4914557>

31. Dima JB. Efectividad de las micro/nano partículas de quitosano obtenidas de residuos pesqueros en la adsorción de cromo hexavalente. ISEBE Adv 2016 [Internet]. 2016 [citado 30 agosto 2022]; (Vi):10. Disponible en: [http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/98992/Documento\\_completo.pdf-PDFA.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/98992/Documento_completo.pdf-PDFA.pdf?sequence=1&isAllowed=y)



## ESTRUCTURA DE CORRELACIÓN ENTRE VARIABLES DEL REGISTRO ECUATORIANO DE VACUNACIÓN DE PRIMERA Y SEGUNDA DOSIS, COVID-19

Structure of correlation between variables of the ecuadorian registry of vaccination of first and second doses, covid-19

iD	<sup>1</sup> Michael Fabrizio Ulcuango Abalco *
iD	<sup>1</sup> Héctor Salomón Mullo Guaminga
iD	<sup>2</sup> Jessica Alexandra Marcatoma Tixi
iD	<sup>1</sup> María Belén Ortega Chavarrea

<sup>1</sup> Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Carrera de Estadística, Riobamba, Ecuador.

<sup>2</sup> Universidad Nacional de Chimborazo, Ingeniería, Tecnología, Riobamba, Ecuador.

\* michael.ulcuango@esPOCH.edu.ec

### RESUMEN

El objetivo del estudio es determinar la estructura de correlación entre las variables del registro ecuatoriano de vacunación de primera y segunda dosis COVID-19. Se utilizó los registros que emite el Ministerio de Salud Pública del Ecuador, el cual cuenta con un total de 4'368.997 individuos vacunados entre la primera y segunda dosis. Se realizó un análisis de correspondencia simple entre las variables de vacunas, provincias y grupos de edades. Se encontró que las variables no son independientes y la distribución de las vacunas se lo hizo de una forma diferencial de acuerdo con los factores sociodemográficos como los grupos de edades y provincias, debido a los niveles de incidencia de COVID-19 priorizando la vacunación en provincias con un alto nivel ocurrencia de la enfermedad y de igual manera los grupos de edades considerados como vulnerables que podrían enfermar de gravedad por el virus.

**Palabras claves:** COVID-19, Correspondencia, vacunación, dosis aplicadas, grupos de edad, Ecuador.

### ABSTRACT

The objective of the study is to determine the correlation structure between the variables of the Ecuadorian first and second dose vaccination registry COVID-19. The records issued by the Ministry of Public Health of Ecuador were used, which has a total of 4,368,997 individuals vaccinated between the first and second doses. A simple correspondence analysis was performed between the variables of vaccines, provinces and age groups. It was found that the variables are not independent and the distribution of the vaccines was done in a differential way according to sociodemographic factors such as age groups and provinces, due to COVID-19 incidence levels prioritizing vaccination in provinces with a high level of occurrence of the disease and also the age groups considered vulnerable that could become seriously ill from the virus.

**Keywords:** COVID-19, Correspondence, vaccination, doses applied, age groups, Ecuador.

## I. INTRODUCCIÓN

Los coronavirus son patógenos que se caracterizan por atacar principalmente al sistema respiratorio humano. A fines de diciembre de 2019, se reportaron los primeros casos de neumonía viral de etiología desconocida en Wuhan de China, un nuevo coronavirus surgía, se trataba del SARS-CoV-2, responsable de la enfermedad por coronavirus 2019 (COVID-19) (1).

El primer caso fue descrito el 8 de diciembre 2019, el 7 de enero 2020 el Ministerio de sanidad de China identifica un nuevo coronavirus (nCoV) como posible etiología (2). El 24 enero se reporta 835 casos (534 en Hubei) y al pasar las semanas se extendió a otras ciudades en China (3).

El 11 de marzo de 2020 el número de casos de COVID-19 fuera de China se ha multiplicado por 13, y el número de países afectados se triplicó, existía más de 118 000 casos en 114 países, es así como se convertía en una emergencia de salud siendo catalogada como una pandemia por la Organización Mundial de la Salud (OMS) (4). La aparición de COVID-19 se atribuye a la venta de mariscos y animales salvajes vivos en el mercado de Wuhan, China; que, debido a las condiciones imperantes en el sitio, provocó un evento zoonótico (5).

El virus SARS-CoV-2 es muy contagioso y se transmite rápidamente de persona a persona a través de la tos o secreciones respiratorias, y por contactos cercanos seguido del contacto con la mucosa de la boca, nariz u ojos, debido a la falta de aislamiento social en muchos países la enfermedad se espaciará rápidamente (6). Por lo cual promovió investigaciones en muchos laboratorios y liberó financiamiento para detenerla lo antes posible. Esto derivó en resultados en tiempo récord, como la secuenciación de su genoma en solo 11 días por parte del Centro Nacional de Datos Genómicos de China (7).

La Organización Mundial de la Salud (OMS) recomienda la vacunación contra la COVID-19 como una herramienta de prevención primaria fundamental para limitar los efectos sanitarios y económicos de la pandemia. El 16 de marzo de 2020 comenzó el primer estudio clínico de una vacuna dirigida a la proteína espiga (en este caso, una vacuna de ARNm), diseñado por el Centro de Investigación de Vacunas de los Institutos Nacionales de Salud de EE. en Seattle, poco más de 2 meses después de la secuenciación genómica del SARS-CoV-2. (8)

El propósito de vacunar contra la COVID-19 es cuidar a la población, disminuyendo la morbimortalidad causada por la enfermedad y evitar el colapso de los sistemas sanitarios logrando mantener su capacidad para dar respuesta a las necesidades de salud de la población (9). Con la finalidad de precautelar la salud de las personas, se ha demostrado que las medidas de distanciamiento social y confinamiento afectan negativamente los mercados laborales, salud mental y el bienestar (10).

El plan de vacunación en el Ecuador toma como referencia al “Manual de Normas Técnicas Administrativas, Métodos y Procedimientos de Vacunación y Vigilancia Epidemiológica del Programa Ampliado de Inmunizaciones”, se establece que la aplicación debe ser entre 0 – 28 días y se considera a los adultos mayores, dicho plan no fue cumplido hasta el término del gobierno Moreno, por tal razón, entre en vigencia otro mandato a cargo de Guillermo Lasso, se priorizó a toda la población por medio de rangos de edad, desde los más altos a los menores, para lo cual, se adquirió vacunas por medio de compras y acuerdos, esto con la finalidad de reactivar la economía del país (11).

Ecuador comenzó su campaña de vacunación masiva el 21 de enero del 2021, en primer lugar, con 3 vacunas; Pfizer, Sinovac y AstraZeneca, con intervalos de aplicación de la segunda dosis de 28 días para Pfizer y Sinovac, por otro lado, 84 días para AstraZeneca (12). En el periodo de inmunización se recolectaron variables importantes como provincia de vacunación, grupo de edad, tipo de vacuna y etapa de vacunación de las personas. Estos datos se almacenaron en el registro ecuatoriano de vacunación COVID-19.

Se han realizado varios trabajos interesantes sobre la distribución equitativa de la vacuna según factores demográficos y socioeconómicos, mediante el estudio de la correlación entre estos factores (13, 14, 15). Este tipo de estudios son importantes, debido a que permiten evaluar la política pública de distribución de vacunas COVID-19 en la población ante un probable contagio. En Ecuador de nuestro conocimiento, no se ha realizado estudios de este tipo. Por lo tanto, esta investigación pretende llenar este vacío y se propone, determinar la estructura de correlación entre las variables del registro ecuatoriano de vacunación COVID-19 en la primera y segunda dosis para evaluar la distribución de las vacunas según factores demográficos importantes.



## II. MATERIALES Y MÉTODOS

El estudio se realizó en base al registro de vacunación COVID-19 del Ministerio de Salud Pública del Ecuador, los datos fueron recolectados entre enero y junio del 2021. Se tuvo un total de 4 368 997 dosis aplicadas entre primera y segunda, con 7 variables que se listan a continuación: 1) fecha de vacunación, 2) zona, 3) provincia, 4) sexo, 5) grupos de edad, 6) tipo de vacuna, 7) número de dosis.

En primer lugar, se realizó un estudio de dependencia (mediante una prueba de hipótesis Chi-cuadrada) entre todas las variables y el tipo de vacunación. De aquellos pares de variables donde resultó una dependencia significativa se procedió con un análisis de correspondencia simple. Específicamente, se estudió la estructura de correlación entre las características de las variables edad y tipo de vacuna; provincia y tipo de vacuna. Esto, se realizó por un lado para los vacunados COVID-19 con primera dosis y, por otro lado, para los vacunados con segunda dosis.

## III. RESULTADOS

### Análisis de dependencia

Dentro del estudio de dependencia se encontró que, entre el tipo de vacuna y provincias, existe una dependencia altamente significativa, esto mismo ocurrió al estudiar la dependencia entre tipo de vacuna y edad a juzgar por los valores de p aproximadamente de 0 (ver Tabla 1.). Esto ocurrió para el caso de primera y segunda dosis de vacunas COVID-19. Por lo tanto, es adecuado realizar un análisis de correspondencia entre estos pares de variables.

Número de dosis	Variable 1	Variable 2	p-valor
Primera	Provincia	Tipo de vacuna	2.2e-16
Primera	Grupo de edad	Tipo de vacuna	2.2e-16
Segunda	Provincia	Tipo de vacuna	2.2e-16
Segunda	Grupo de edad	Tipo de vacuna	2.2e-16

Tabla 1. Prueba Chi-cuadrado de Pearson

### Análisis de correspondencia entre Provincia y Tipo de vacuna

Tipo de vacuna	Primera dosis	Segunda dosis
AstraZeneca	0.34	0.17
Pfizer	0.27	0.48
Sinovac	0.39	0.35

Tabla 2. Perfil fila: Provincias y Tipo vacuna

En el perfil fila, la más influyente en la primera dosis fue la vacuna Sinovac seguida por AstraZeneca y Pfizer.

En contraste en la segunda dosis la más influyente en orden fueron Pfizer, Sinovac y AstraZeneca.

### Perfil columna

Provincia	Primera dosis	Segunda dosis
Azuay	0.06	0.07
Bolívar	0.02	0.02
Cañar	0.01	0.02
Carchi	0.01	0.01
Chimborazo	0.03	0.03
Cotopaxi	0.03	0.03
El Oro	0.04	0.04
Esmeraldas	0.03	0.02
Galápagos	0.01	0.01
Guayas	0.21	0.21
Imbabura	0.03	0.03
Loja	0.04	0.05
Los Ríos	0.04	0.04
Manabí	0.09	0.07
Morona Santiago	0.01	0.01
Napo	0.01	0.01
Orellana	0.01	0.01
Pastaza	0.01	0.01
Pichincha	0.23	0.23
Santa Elena	0.02	0.02
Santo Domingo de los Tsáchilas	0.02	0.02
Sucumbios	0.01	0.01
Tungurahua	0.03	0.03
Zamora Chinchipe	0.01	0.01

Tabla 3. Perfil columna: Provincia y Tipo vacuna.

En el perfil columna, las características más influyentes fueron las provincias de Pichincha y Guayas en este orden, para la primera y segunda dosis.

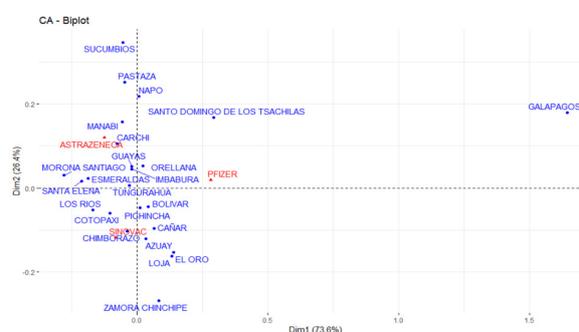


Figura 1. Diagrama de dispersión: Provincias y Tipo de vacuna, primera dosis.

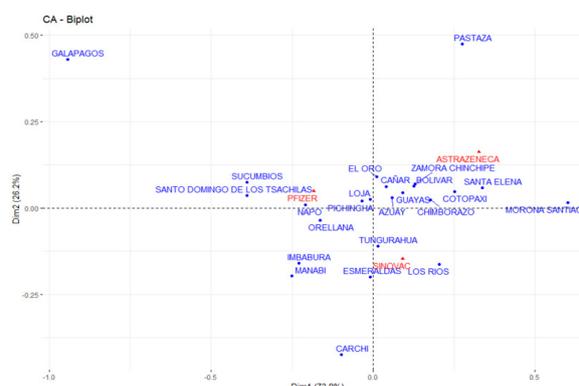


Figura 2. Diagrama de dispersión: Provincias y Tipo de vacuna, segunda dosis.

En la Figura 1. y 2. se muestran los resultados del análisis de correspondencia entre las variables Provincia y Tipo de vacuna de la primera y segunda dosis. Considerando las provincias más cercanas a los tipos de vacuna, se observa para las gráficas de primera y segunda dosis, que las provincias de Pastaza, Guayas, Morona Santiago y Santa Elena están cerca de la vacuna AstraZeneca. En el mismo sentido, las provincias de Napo, Santo Domingo de los Tsáchilas y Galápagos están cerca de la vacuna Pfizer y la provincia de Los Ríos está cerca de la vacuna Sinovac. Las demás provincias están cerca de diferentes tipos de vacunas en la primera y segunda dosis, es decir, no muestra un patrón.

Esto quiere decir que la vacuna AstraZeneca, fue más importante en las provincias de Pastaza, Guayas, Morona Santiago y Santa Elena. La vacuna Pfizer por su lado tuvo mayor importancia en las provincias de Napo, Santo Domingo de los Tsáchilas y Galápagos. Sinovac tuvo importancia en la provincia de Los Ríos.

**Análisis de correspondencia entre Grupo de edad y Tipo de vacuna**

Grupo de edad	Primera dosis	Segunda dosis
12 a 17	0,00	0,00
18 a 24	0,03	0,03
25 a 49	0,29	0,27
50 a 59	0,18	0,10
60 a 69	0,25	0,22
70 a 79	0,16	0,25
80 años y más	0,08	0,14

Tabla 4. Perfil fila: Grupo de edad y Tipo vacuna.

En el perfil fila, la característica más influyente en la primera y segunda dosis fue el grupo de edad de 25 a 49 años seguida por 60 a 69 años. En el perfil columna, correspondiente a la variable Tipo de vacuna los resultados son los mismos presentados en la Tabla 2.

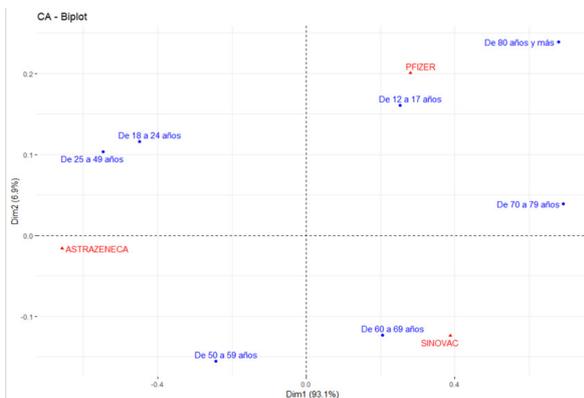


Figura 3. Diagrama de dispersión, Grupo de edad y Tipo de vacuna, primera dosis

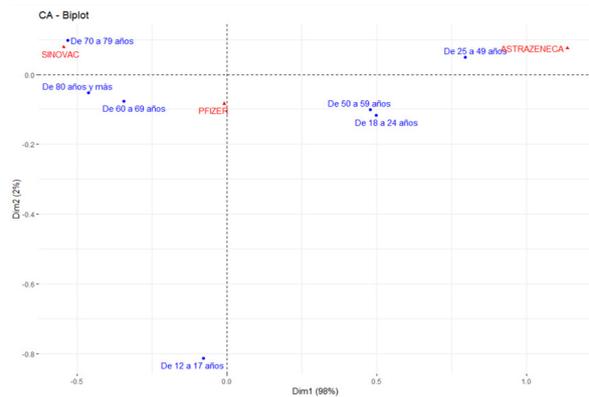


Figura 4. Diagrama de dispersión, Grupo de edad y Tipo de vacuna, segunda dosis.

En la Figura 3. y 4. se muestran los resultados del análisis de correspondencia entre las variables Grupo de edad y Tipo de vacuna de la primera y segunda dosis. Se consideran los grupos de edad cercanos a los diferentes tipos de vacuna, de esto resulta que los grupos de edad de 18 a 24, 25 a 49 y 50 a 59 años están relacionados con la vacuna AstraZeneca. Los grupos de edad de 12 a 17 y 80 años o más están relacionados con la vacuna Pfizer. Los demás grupos de edad no muestran un patrón en la primera y segunda aplicación de la vacuna COVID-19. Esto indica que, en el Ecuador, la vacuna AstraZeneca se aplicó mayoritariamente a personas de 18 a 59 años y la vacuna Pfizer a personas de 12 a 17 años y aquellos que tuvieron 80 o más años. En contraste, la vacuna Sinovac tuvo una aplicación indistinta a todos los grupos de edad.

**IV. DISCUSIÓN**

En el presente trabajo se estudia la estructura de correlación entre las variables del registro ecuatoriano de vacunación COVID-19 en la primera y segunda dosis para evaluar la distribución de las vacunas según factores demográficos importantes.

Los resultados obtenidos reflejan que las variables Grupo de edad y Provincia no son independientes con respecto a la variable tipo de vacuna. Por lo tanto, se considera adecuado realizar un análisis de correspondencia. Con respecto a las provincias y tipos de vacunas para la primera y segunda dosis, las provincias de Pastaza, Guayas, Morona Santiago y Santa Elena están mayormente relacionadas con la vacuna de AstraZeneca indicando mayor importancia de esta vacuna en esas provincias, mientras tanto, para los grupos de edad y el tipo de vacunas, se evidencio que



para la primera y segunda dosis, los grupos de edad de entre los 18 a 24, 25 a 49 y 50 a 59 años están relacionados con la vacuna de AstraZeneca, es decir, las personas conformadas por esos grupos de edad fueron mayormente vacunados con esta vacuna, esto debido a que fue una de las primeras en llegar a Ecuador, el estudio (16); muestra que las personas conformadas de entre 25 a 54 años, 55 a 64 y mayores a 65 tenían más probabilidad de aceptar vacunarse, resultados similares de las personas que mayormente se vacunaron en Ecuador, por medio el estudio (15), se conforman grupos de edades de acuerdo a su vulnerabilidad, y los adultos mayores están asociados a enfermedades como la diabetes, hipertensión y sobrepeso considerándose grupos con mayor vulnerabilidad que podrían desarrollar una enfermedad más grave por COVID-19, tomándose como uno de los grupos prioritarios en la vacunación, resultados similares se prestan en (17), donde las personas de 63 a más años son mayormente los que ingresaron a hospitalización por COVID-19, esto se muestra también en los resultados obtenidos, las personas conformadas de entre los 60 a 69, 70 a 79 siendo estos adultos mayores tiene una mayor relación con la vacuna Sinovac de las primeras en llegar al país.

Los grupos prioritarios por recomendaciones de la OMS (18), en la primera etapa de vacunación fueron personas adultos mayores, con enfermedades preexistentes debido a que podrían enfermar de gravedad y por consiguiente la muerte, esto también se muestra en (14), en donde se muestra que la población de mayor edad presenta un riesgo sustancial mayor de muerte, lo mismo en los países con una mediana de edad más alta tienen mayor fracción de residentes mayores, en (19) se concluye que luego de recibir la segunda dosis de la vacuna BNT162b2, la respuesta humoral disminuye, en hombre de entre 65 a más años con esto se considera la aplicación de una tercera dosis, de igual manera en (5,6) se encuentra evidencia que los principales factores de riesgos graves para pacientes por COVID-19 es la edad avanzada, hipertensión preexistente, diabetes, obesidad entre otras mismos que se determina en el mismo estudio para personas prioritarias en la vacunación. En Ecuador, se muestra por medio de los resultados obtenidos que la distribución de las vacunas se realizó de forma diferencial de acuerdo con factores sociodemográficas como los son grupos de edades y provincias

con respecto a las vacunas, esto se debe al nivel de incidencia de COVID-19, esto lo muestran la Figura 1. y Figura 2., las provincias que menos se relacionan con las vacunas en la primera dosis son Sucumbíos, Pastaza, Napo, Santo Domingo de los Tsáchilas y Zamora Chinchipe mismas que cuentan con grupos étnicos que se rigen por la medicina ancestral y también son provincias de baja incidencia de COVID-19 siendo consideradas estas en una tercera fase de vacunación, de acuerdo con (13) los grupos étnicos también tenían riesgos relativos más altos, mientras tanto, las provincias como Guayas, Manabí y Pichincha presentan una mayor incidencia por COVID-19 consideradas en una primera etapa de vacunación (22), esto se muestra también en (7,8), realizado en EE.UU. y en la India, los cuales muestran que los condados con una demografía más diversa tienen mayor riesgo de infección por COVID-19 y una relación positiva entre la infección por COVID-19 y la mortalidad se relacionan con la densidad de la población, respectivamente; lo cual puede ser ocasionado también por niveles de contaminación de las regiones mostrándose en (25) que esta correlacionado positivamente con la letalidad con el COVID-19. Dentro de las limitantes del estudio, la principal fue la falta de variables sociodemográficas y económicas que permitan un mejor estudio de la distribución de las vacunas COVID-19.

## V. CONCLUSIONES

Existe una clara relación entre los pares de variables estudiados, para las provincias y vacunas; Pfizer y Sinovac tienen una mayor relación con las provincias mayormente pobladas de Ecuador en las cuales comenzó la etapa de inmunización específicamente en Guayas y Pichincha dos de las provincias con mayor población, mientras tanto, en base a los resultados obtenidos para los grupos de edades y tipo de vacunas, la más influyente en la primera dosis fue la vacuna Sinovac seguida por AstraZeneca y Pfizer, mientras que en la segunda dosis la más influyente en orden fueron Pfizer, Sinovac y AstraZeneca y a su vez las personas de entre los 60 a más años tienen una mayor relación con las vacunas de Sinovac y Pfizer, esto se debe a que dada la limitación y al ser las primeras en llegar a Ecuador, se destinaron estas a las personas conformadas en ese rango de edades, consideradas como grupos vulnerables por lo que se priorizaron en la primera etapa

de inmunización. Con respecto a las variables provincias y tipo de vacuna las características más influyentes fueron las provincias de Pichincha y Guayas en este orden, para la primera y segunda dosis. La vacuna AstraZeneca, fue más importante en las provincias de Pastaza, Guayas, Morona Santiago y Santa Elena. La vacuna Pfizer por su lado tuvo mayor importancia en las provincias de Napo, Santo Domingo de los Tsáchilas y Galápagos.

Sinovac tuvo importancia en la provincia de Los Ríos. La aplicación de las vacunas en grupos de edad se desarrolló de la siguiente manera, la vacuna AstraZeneca se aplicó mayoritariamente a personas de 18 a 59 años y la vacuna Pfizer a personas de 12 a 17 años y aquellos que tuvieron 80 o más años. En contraste, la vacuna Sinovac tuvo una aplicación indistinta a todos los grupos de edad.

## V. REFERENCIAS

1. Aquino-Canchari CR, Quispe-Arrieta R del C, Huaman Castillon KM. COVID-19 y su relación con poblaciones vulnerables. *Rev habanera cienc méd.* 2020;19:1–18.
2. Ministerio de Sanidad del Gobierno de España. Actualización n°13. Neumonía por nuevo coronavirus (2019-nCov) en Wuhan, provincia de Hubei, (China). *Cent Coord Alertas y Emergencias Sanit* [Internet]. 2020;1–6. Disponible en: [https://www.mschs.gob.es/profesionales/saludPublica/ccayes/alertasActual/nCov-China/documentos/Actualizacion\\_12\\_2019-nCoV\\_China.pdf](https://www.mschs.gob.es/profesionales/saludPublica/ccayes/alertasActual/nCov-China/documentos/Actualizacion_12_2019-nCoV_China.pdf)
3. OMS. CONSIDERACIONES DE LA ORGANIZACIÓN PANAMERICANA DE LA SALUD CON RESPECTO A LA PROPAGACIÓN DEL NUEVO CORONAVIRUS EMERGENTE. Organización Mundial de la Salud (OMS) [Internet]. 2020 [citado 5 abril 2022]; Disponible en: [https://www.paho.org/bol/dmdocuments/REVISADA%20Consideraciones%20de%20la%20OPS%20nCoV%20China\\_FINAL.pdf](https://www.paho.org/bol/dmdocuments/REVISADA%20Consideraciones%20de%20la%20OPS%20nCoV%20China_FINAL.pdf)
4. OMS. Alocución de apertura del Director General de la OMS en la rueda de prensa sobre la COVID-19 celebrada el 11 de marzo de 2020. Organización Mundial de la Salud (OMS) [Internet]. 2020 [citado 7 abril 2022]. Disponible en: <https://www.who.int/es/director-general/speeches/detail/who-director-general-s-opening-remarks-at-the-media-briefing-on-covid-19---11-march-2020>
5. Santos Sánchez N, Salas-Coronado R. Origin, structural characteristics, prevention measures, diagnosis and potential drugs to prevent and COVID-19. *Medwave.* 2020;20:e8037.
6. Maguiña Vargas C, Gastelo Acosta R, Tequen Bernilla A, Maguiña Vargas C, Gastelo Acosta R, Tequen Bernilla A. El nuevo Coronavirus y la pandemia del Covid-19. *Rev Medica Hered* [Internet]. 2020 [citado 7 abril 2022];31(2):125–131. Disponible en: <https://revistas.upch.edu.pe/index.php/RMH/article/view/3776>
7. Ortiz-Núñez R. Análisis métrico de la producción científica sobre COVID-19 en SCOPUS. *Revista Cubana de Informacion en Ciencias de la Salud* [Internet]. 2020 [citado 9 abril 2022];31(3):1–20. Disponible en: [http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2307-21132020000300002](http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2307-21132020000300002)
8. Carvalho T, Krammer F, Iwasaki A. The first 12 months of COVID-19: a timeline of immunological insights. *Nat Rev Immunol* [Internet]. 2021 [citado 12 abril 2022];21(4):245–256. Disponible en: <https://doi.org/10.1038/s41577-021-00522-1>
9. Luzuriaga JP, Marsico F, Garcia E, González V, Kreplak N, González S, et al. Impacto de la aplicación de vacunas contra COVID-19 sobre la incidencia de nuevas infecciones por SARS-COV-2 en PS de la Provincia de Buenos Aires. *Scielo* [Internet]. 2021 [citado 12 abril 2022];1:1–13. Disponible en: <https://preprints.scielo.org/index.php/scielo/preprint/view/2068/3406>
10. Brodeur A, Gray D, Islam A, Bhuiyan S. A literature review of the economics of COVID-19. *J Econ Surv* [Internet]. 2021 [citado 15 abril 2022];35(4):1007–1044. Disponible en: <https://doi.org/10.1111/joes.12423>
11. Jaramillo-Fuertes JE, Montoya-Chacón SP. Políticas públicas de vacunación contra el COVID-19 en el Ecuador en el periodo enero-agosto 2021. *CIENCIAMATRIA* [Internet]. 2021 [citado 15 abril 2022];7(3):19–47. Disponible en: <https://www.cienciamatriarevista.org.ve/index.php/cm/article/view/569>
12. Gaus D. COVID-19. *Práctica Fam Rural* [Internet]. 2021 [citado 20 marzo 2022];6(1). Disponible en: <https://practicafamrural.org/index.php/pfr/article/view/196>



13. Donadio G, Choudhary M, Lindemer E, Pawlowski C, Soundararajan V. Counties with lower insurance coverage and housing problems are associated with both slower vaccine rollout and higher covid-19 incidence. *Vaccines* [Internet]. 2021 [citado 8 abril 2022];9(9):973. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/vaccines9090973>
14. Klinger D, Blass I, Rappoport N, Linial M. Significantly improved COVID-19 outcomes in countries with higher bcg vaccination coverage: A multivariable analysis. *Vaccines* [Internet]. 2020 [citado 8 abril 2022];8(3):378. Disponible en : <https://doi.org/10.3390/vaccines8030378>
15. Gaona-Pineda EB, Mundo-Rosas V, Méndez-Gómez-Humarán I, Gómez-Acosta LM, Ávila-Arcos MA, Cuevas-Nasu L, et al. Vulnerabilidad, conocimiento sobre medidas de mitigación y exposición ante COVID-19 en adultos de México: Resultados de la ENSARS-CoV-2. *Salud Publica Mex* [Internet]. 2020 [citado 14 noviembre 2022];00:1–20. Disponible en: <https://doi.org/10.21149/11875>
16. Lazarus J V, Ratzan SC, Palayew A, Gostin LO, Larson HJ, Rabin K, et al. A global survey of potential acceptance of a COVID-19 vaccine. *Nat Med* [Internet]. 2021 [citado 11 noviembre 2022];27(2):225–228. Disponible en: <https://doi.org/10.1038/s41591-020-1124-9>
17. Garcia-Beltran WF, Lam EC, Astudillo MG, Yang D, Miller TE, Feldman J, et al. COVID-19-neutralizing antibodies predict disease severity and survival. *Cell* [Internet]. 2021 [citado 11 noviembre 2022];184(2):476–488.e11. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0092867420316858>
18. OMS. Enfermedad por coronavirus (COVID-19): Accesibilidad y asignación de las vacunas. Organización Mundial de la Salud (OMS) [Internet]. 2021 [citado 17 abril 2022]. Disponible en: [https://www.who.int/es/news-room/q-a-detail/coronavirus-disease-\(covid-19\)-vaccine-access-and-allocation](https://www.who.int/es/news-room/q-a-detail/coronavirus-disease-(covid-19)-vaccine-access-and-allocation)
19. Levin EG, Lustig Y, Cohen C, Fluss R, Indenbaum V, Amit S, et al. Waning Immune Humoral Response to BNT162b2 Covid-19 Vaccine over 6 Months. *N Engl J Med* [Internet]. 2021 [citado 12 noviembre 2022];385(24):e84. Disponible en: <https://doi.org/10.1056/NEJMoa2114583>
20. Gao Y, Ding M, Dong X, Zhang J, Kursat Azkur A, Azkur D, et al. Risk factors for severe and critically ill COVID-19 patients: A review. *Allergy* [Internet]. 2021 [citado 12 noviembre 2022];76(2):428–455. Disponible en: <https://doi.org/10.1111/all.14657>
21. Legros V, Denolly S, Vogrig M, Boson B, Siret E, Rigail J, et al. A longitudinal study of SARS-CoV-2-infected patients reveals a high correlation between neutralizing antibodies and COVID-19 severity. *Cell Mol Immunol* [Internet]. 2021 [citado 10 noviembre 2022];18(2):318–327. Disponible en: <https://doi.org/10.1038/s41423-020-00588-2>
22. Ministerio de Salud Pública. Plan Nacional de Vacunación e Inmunización contra el COVID-19. Plan Vacunarse [Internet]. Ecuador;2021. Disponible en: <https://www.planvacunarse.ec/>
23. Abedi V, Olulana O, Avula V, Chaudhary D, Khan A, Shahjouei S, et al. Racial, Economic, and Health Inequality and COVID-19 Infection in the United States. *J Racial Ethn Heal Disparities* [Internet]. 2021 [citado 11 noviembre 2022];8(3):732–742. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s40615-020-00833-4>
24. Bhadra A, Mukherjee A, Sarkar K. Impact of population density on Covid-19 infected and mortality rate in India. *Model Earth Syst Environ* [Internet]. 2021 [citado 12 noviembre 2022];7(1):623–629. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s40808-020-00984-7>
25. Gupta A, Bherwani H, Gautam S, Anjum S, Musugu K, Kumar N, et al. Air pollution aggravating COVID-19 lethality? Exploration in Asian cities using statistical models. *Environ Dev Sustain* [Internet]. 2021 [citado 13 noviembre 2022];23(4):6408–6417. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s10668-020-00878-9>



## CONCORDANCIA DE PARÁMETROS CLÍNICOS RELACIONADOS CON EL DIAGNÓSTICO DE LA DIABETES. ESTUDIO DE CASO EN RIOBAMBA

Clinical parameters concordance related to the diagnosis of diabetes. Case study in  
Riobamba

iD	<sup>1</sup> Julio Idrovo-Novillo*
iD	<sup>1</sup> Irene Gavilanes-Terán
iD	<sup>2</sup> Víctor Valverde-Orozco
iD	<sup>1</sup> Alessandro Idrovo-Gavilanes
iD	<sup>3</sup> Concepción Paredes Gil
iD	<sup>3</sup> Ángel Carbonell Barrachina
iD	<sup>4</sup> Daniela Maldonado Guerrero
iD	<sup>5</sup> Jenny Yambay Vallejo
iD	<sup>2</sup> María Barba Maggi

<sup>1</sup> Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Riobamba, Ecuador.

<sup>2</sup> Universidad Nacional de Chimborazo, Facultad de Ingeniería, Grupo de Investigación Telemedicina y Educación Médica, Riobamba, Ecuador.

<sup>3</sup> Universidad Miguel Hernández, Centro de Investigación e Innovación Agroalimentaria y Agroambiental, Alicante, España.

<sup>4</sup> AlfaTech Riobamba, Riobamba, Ecuador.

<sup>5</sup> Universidad Politécnica Estatal del Carchi, Posgrado, Tulcán, Ecuador.

\* [jidrovo@epoch.edu.ec](mailto:jidrovo@epoch.edu.ec)

### RESUMEN

Los trastornos metabólicos de colesterol total, glucosa y triglicéridos están directamente relacionados con la diabetes mellitus tipo 2, por lo que su detección mediante análisis clínicos confiables contribuye a la prevención de la salud y al diagnóstico de la enfermedad. En este estudio se realizó el análisis de concordancia de los resultados de colesterol, glucosa y triglicéridos obtenidos mediante el método espectrofotométrico en cuatro diferentes laboratorios de análisis clínicos de la ciudad de Riobamba, en muestras sanguíneas de voluntarios de ambos sexos entre 19 y 22 años. El colesterol y la glucosa fueron significativamente diferentes al nivel del 5%, mientras que los valores de triglicéridos no mostraron diferencia significativa. Los resultados de colesterol, glucosa y triglicéridos coincidieron en 85%, 92% y 87%, respectivamente. Las inconsistencias de los valores pueden conducir a un diagnóstico equivocado por parte de los médicos que se apoyan en las pruebas clínicas y, por tanto, a tratamientos inadecuados con el consiguiente gasto evitable para la salud pública. Entonces, será necesaria la implementación de políticas de calidad en los laboratorios clínicos, que aumenten la fiabilidad de sus resultados.

**Palabras claves:** *glucosa; colesterol; triglicéridos; diabetes mellitus; fiabilidad.*



## ABSTRACT

Metabolic disorders of total cholesterol, glucose and triglycerides are directly related to Diabetes Mellitus Type II, so their detection by reliable clinical tests contributes to the prevention of health and the diagnosis of the disease. In this study, the concordance analysis of the cholesterol, glucose and triglyceride results obtained by the spectrophotometric method was carried out in four different clinical analysis laboratories in the city of Riobamba, in blood samples of volunteers from both sexes between 19 and 22 years old. Cholesterol and glucose were significantly different at the 5% level, while triglycerides values showed no significant difference. Cholesterol, glucose and triglyceride results coincided in 85%, 92% and 87%, respectively. Inconsistencies in values can lead to misdiagnosis by physicians relying on clinical trials and thus to inadequate treatments that entail avoidable public health costs. Then, it will be necessary to implement quality policies in clinical laboratories, which increase the reliability of their results.

**Keywords:** *glucose, cholesterol, triglycerides, diabetes mellitus, reliability.*

**Fecha de recepción:** 22-02-2022

**Fecha de aceptación:** 15-04-2022

**Fecha de publicación:** 08-04-2023

## I. INTRODUCCIÓN

La diabetes mellitus tipo 2 es una enfermedad con niveles de afectación poblacional en continuo y alarmante aumento. En Ecuador, la prevalencia de diabetes en la población entre 20 y 79 años es de 4.7% (1). El sobrepeso y la obesidad se encuentran entre los principales factores de riesgo, observándose en los últimos años un aumento de la prevalencia de obesidad entre niños y adolescentes (2). El indicador de sobrepeso y obesidad en la población infantil (5- 11 años) es del 35,38% y en la población adolescente (12-19 años) es del 29,57% (3). La diabetes mellitus tipo 2 está vinculada a trastornos metabólicos de la glucosa, de los triglicéridos (TAG) y del colesterol total, por lo que su oportuna detección a través del análisis clínico es importante para la prevención en salud (4). En 2021, el gasto relacionado con la diabetes en Ecuador fue de USD 2280,5 por persona (1).

Los resultados de las pruebas clínicas deben ser fiables y comparables para asegurar la eficaz gestión del paciente (4), tanto en términos de salud pública como de costos económicos. Del 60% al 70% de las decisiones médicas se basan en los resultados de las pruebas de diagnóstico in vitro (5), que dependen del método de análisis y muchas veces no pueden ser comparables entre distintos laboratorios (4).

La falta de fiabilidad provoca la repetición innecesaria de ensayos y el consiguiente gasto de salud pública evitable (5). La inadecuada utilización de las pruebas de laboratorio en cualquier

etapa del proceso (pre analítica, analítica y post analítica), pueden conducir a resultados erróneos que ponen en peligro la salud y seguridad del paciente (6). El análisis de concordancia permite establecer la validez de una nueva técnica de medición o calificación diagnóstica o demostrar la equivalencia de múltiples técnicas de medición o calificación (7,8).

Varios estudios de comparación de resultados clínicos entre laboratorios se han llevado a cabo en otros países. Se ha comparado la precisión diagnóstica de pruebas sanguíneas, incluyendo colesterolemia, para la evaluación de la fibrosis hepática frente a la biopsia hepática, en pacientes no tratados con hepatitis crónica tipo C (9). Gialamas y col. (10) en su estudio de los resultados de varios parámetros clínicos, entre ellos el colesterol total y los niveles de TAG, obtuvieron una concordancia entre el 85 y 89%. Un estudio de reproducibilidad de los valores de concentración de iones metálicos en la sangre de pacientes con implantes de metal en la cadera, llevado a cabo por Rahmé y col. (11), han indicado que existen diferencias significativas entre laboratorios, debido a las diferentes tecnologías utilizadas para las mediciones. Kramer y col. (12) evaluaron la reproducibilidad de nuevos parámetros de respuesta a la insulina y la glucosa en la prueba de tolerancia oral a la glucosa (OGTT) y su relevancia fisiopatológica tanto en individuos sanos como en diabéticos. Un análisis de la concordancia del tratamiento antibiótico

de pacientes con sepsis grave produjo un alto grado de concordancia, lo cual determinó menos reingresos a la Unidad de Cuidados Intensivos (13). Un estudio de la concordancia entre los resultados obtenidos con un analizador de gases en sangre y con un analizador automático en la medición de hemoglobina y electrolitos en pacientes críticamente enfermos, demostró que los resultados fueron moderadamente concordantes, por lo que ambos métodos no podían intercambiarse (14). Los errores comunes en el proceso de análisis de pruebas de laboratorio fueron estudiados por Nerenz y col. (6), quienes también examinaron varias prácticas establecidas para maximizar los beneficios de los resultados de estas pruebas.

Sin embargo, en Ecuador no existe suficiente evidencia científica sobre la similitud de los resultados obtenidos en diferentes laboratorios clínicos pese a que se ha utilizado la misma técnica de análisis. Entonces, el objetivo de este trabajo fue realizar un estudio comparativo de los resultados obtenidos en diferentes laboratorios de los principales marcadores de la diabetes: glucosa, TAG y colesterol total.

La calidad de una medida depende tanto de su validez como de su fiabilidad (15), que indica hasta qué punto se obtienen los mismos valores medir en más de una ocasión, bajo condiciones similares (16,17). La concordancia entre variables clínicas es afectada por la variabilidad de los observadores, por la variabilidad del instrumento de medida o por el propio proceso a medir (16,18). Para remplazar una antigua técnica de medida será necesario que la nueva técnica sea suficientemente concordante (19,20). Suele utilizarse la correlación lineal, pero puede ser engañoso (19,21), pues este concepto no es igual al de concordancia (22). Altman & Bland (20), proponen un gráfico sencillo para evaluar la concordancia entre dos métodos de medida, representando la diferencia entre cada pareja de valores frente a su media (19,20,22). El coeficiente de correlación intraclase estima el promedio de las correlaciones entre todos los pares de observaciones y se emplea para cuantificar la fiabilidad de las mediciones de variables cuantitativas continuas (16,23). La tasa de concordancia se puede determinar mediante el análisis actuarial que calcula la proporción de pares concordantes sobre la suma de pares concordantes y discordantes (24). Cerda J. y Villarreal L. (25) evaluaron la concordancia entre observadores en investigación pediátrica

explicando la forma correcta de interpretar el valor del coeficiente kappa de Cohen.

Con estos antecedentes, el objetivo en este estudio fue determinar estadísticamente la concordancia de los valores de colesterol, glucosa y triglicéridos obtenidos en cuatro laboratorios clínicos distintos de la ciudad de Riobamba.

## II. MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Procedimiento experimental

Se extrajeron cuatro muestras de sangre utilizando tubos al vacío sin aditivo de 5 mL, a 61 voluntarios en ayunas (46 mujeres y 15 hombres) con edades comprendidas entre 19 y 22 años. Las muestras de cada voluntario se colocaron en cuatro diferentes coolers con temperatura controlada y fueron inmediatamente transportados a cuatro laboratorios seleccionados para los análisis de colesterol, glucosa y triglicéridos, evitando agitarlos bruscamente para impedir la hemolización de la sangre.

### 2.2 Materiales y métodos

En cada uno de los cuatro laboratorios clínicos se realizaron los análisis de colesterol, glucosa y triglicéridos mediante el método espectrofotométrico utilizando un equipo semiautomático calibrado según los procedimientos de cada laboratorio. Se ha realizado un análisis descriptivo por género. Se ejecutó el análisis de varianza de un factor (LABORATORIO), previa verificación de los supuestos de homocedasticidad y de normalidad, para comparar las medias de los resultados, seguida por la prueba de Tukey para la determinación de los subconjuntos homogéneos. Con los valores de los parámetros clínicos se realizó la correlación lineal, se adaptó el análisis de Bland-Altman para comparación interlaboratorios y se determinó el coeficiente de correlación intraclase. Para determinar la concordancia se calcularon las frecuencias y porcentajes de los resultados clínicos dentro y fuera del rango referencial (10). Todos los análisis estadísticos se llevaron a cabo utilizando IBM® SPSS® Statistics 22 y los gráficos con SigmaPlot 12.

## III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los triglicéridos presentan mayor variabilidad con valores de desviación estándar relativa (d.e.r.) entre 0,387 y 0,777; mientras que la menor variabilidad se observa en los valores de glucosa



0,055 ≤ d.e.r. ≤ 0,089. En general, el laboratorio 1 muestra los resultados más homogéneos y el laboratorio 3 los menos homogéneos.

De igual forma, los resultados de glucosa (0,090) y triglicéridos (0,718) son más variables en hombres, en tanto que los resultados de colesterol (0,196) son más variables en mujeres (Tabla 1).

La Tabla 2 muestra que los laboratorios 1, 4 obtuvieron valores similares de colesterol, pero significativamente diferentes de los resultados de los laboratorios 2, 3. Los valores de glucosa son similares para los laboratorios 1, 2 y 3 pero muy diferentes de los valores encontrados en el laboratorio 4. Los valores medios de triglicéridos son similares para todos los laboratorios.

Tabla 1. Valores de colesterol, glucosa y triglicéridos.

Género	Laboratorio	Colesterol		Glucosa		Triglicéridos	
		[mg dL <sup>-1</sup> ]	d.e.r.	[mg dL <sup>-1</sup> ]	d.e.r.	[mg dL <sup>-1</sup> ]	d.e.r.
Masculino	1	175 ± 26	0,147	91,2 ± 7,3	0,080	123 ± 86	0,697
	2	149 ± 22	0,148	91,5 ± 7,5	0,082	127 ± 85	0,670
	3	189 ± 25	0,134	91,1 ± 8,0	0,088	140 ± 109	0,777
	4	176 ± 23	0,132	98,6 ± 8,8	0,089	138 ± 106	0,767
	Total	172 ± 28	0,161	93,1 ± 8,4	0,090	132 ± 95	0,718
Femenino	1	168 ± 26	0,154	83,4 ± 4,6	0,055	95 ± 39	0,413
	2	140 ± 24	0,171	87,2 ± 5,6	0,064	88 ± 34	0,387
	3	189 ± 31	0,166	85,2 ± 7,1	0,083	101 ± 50	0,498
	4	173 ± 29	0,167	92,0 ± 5,5	0,060	96 ± 40	0,413
	Total	168 ± 33	0,196	86,9 ± 6,6	0,075	95 ± 41	0,433
TOTAL	1	170 ± 26	0,152	85,3 ± 6,3	0,074	102 ± 55	0,538
	2	142 ± 24	0,166	88,2 ± 6,3	0,072	98 ± 53	0,544
	3	189 ± 30	0,158	86,6 ± 7,7	0,089	111 ± 70	0,635
	4	174 ± 27	0,158	93,7 ± 7,0	0,075	107 ± 64	0,602
	Total	169 ± 32	0,187	88,5 ± 7,5	0,085	104 ± 61	0,584

d.e.r.: desviación estándar relativa

Tabla 2. Comparación por laboratorio. <sup>a</sup>

Laboratorio	Colesterol [mg dL <sup>-1</sup> ]	Glucosa [mg dL <sup>-1</sup> ]	Triglicéridos [mg dL <sup>-1</sup> ]
1	170 b	85,3 a	102 a
2	142 a	88,2 a	98 a
3	189 c	86,6 a	111 a
4	174 b	93,7 b	107 a
F	32,902***	17,480***	0,523 <sup>NS</sup>

<sup>a</sup> Los valores seguidos por la misma letra no presentan diferencia significativa.

\*\*\*: diferencia significativa a P < 0.001; NS: no significativa.

La Tabla 3 muestra los valores del coeficiente de correlación lineal (r), del coeficiente de correlación intraclase (CCI) y del coeficiente kappa de Cohen (k) para cada pareja de laboratorios y cada parámetro analizado. El análisis de correlación lineal muestra que todos los pares de laboratorios están significativamente correlacionados con p < 0,01. De acuerdo con la

tabla de valoración de la concordancia según los valores del CCI (16), existe buena concordancia en los triglicéridos con un CCI promedio de 0,891, y moderada concordancia en glucosa (CCI promedio = 0,616) y colesterol (CCI promedio = 0,599). Considerando la fuerza de la concordancia (25), en general los triglicéridos presentan una concordancia considerable, la glucosa tiene concordancia aceptable, y el colesterol exhibe una leve concordancia. Se puede observar que una buena correlación lineal no conduce necesariamente a una buena concordancia.

En la tabla 4 se pueden observar los límites de concordancia obtenidos por el método de Bland-Altman. Los resultados de glucosa son los que presentan límites de concordancia más bajos, pero en general los intervalos son muy amplios, denotando falta de concordancia de las medidas interlaboratorios.

Tabla 3. Correlaciones y concordancias entre laboratorios.

Lab	r	CCI	Valoración de la concordancia	$\chi^2$	$\kappa$	Fuerza de la concordancia
C1-C2	0,772**	0,470	Mediocre			
C1-C3	0,896**	0,719	Buena	**	0,199	Leve
C1-C4	0,850**	0,842	Buena	NS		
C2-C3	0,829**	0,318	Mediocre			
C2-C4	0,787**	0,438	Mediocre			
C3-C4	0,921**	0,806	Buena	**	0,315	Aceptable
G1-G2	0,734**	0,665	Moderada			
G1-G3	0,740**	0,717	Buena	***	1,000	Perfecta
G1-G4	0,871**	0,486	Mediocre	***	0,315	Aceptable
G2-G3	0,719**	0,691	Moderada			
G2-G4	0,785**	0,590	Moderada			
G3-G4	0,798**	0,546	Moderada	**	0,315	Aceptable
T1-T2	0,932**	0,930	Muy buena	***	0,814	Casi perfecta
T1-T3	0,901**	0,867	Buena	***	0,793	Considerable
T1-T4	0,903**	0,891	Buena	***	0,713	Considerable
T2-T3	0,928**	0,875	Buena	***	0,716	Considerable
T2-T4	0,921**	0,896	Buena	***	0,740	Considerable
T3-T4	0,893**	0,889	Buena	***	0,733	Considerable

r: coeficiente de correlación lineal, CCI: coeficiente de correlación intraclase,  $\chi^2$ : chi cuadrado,  $\kappa$ : coeficiente kappa de Cohen.

Tabla 4. Límites de concordancia de Bland-Altman.

Lab	Media [mg dL <sup>-1</sup> ]	Desv. Est. [mg dL <sup>-1</sup> ]	CONCORDANCIA	
			LI [mg dL <sup>-1</sup> ]	LS [mg dL <sup>-1</sup> ]
C1-C2	28,02	16,81	-5,61	61,64
C1-C3	-19,16	13,29	-45,75	7,42
C1-C4	-3,93	14,68	-33,29	25,43
C2-C3	-47,18	16,73	-80,65	-13,71
C2-C4	-31,95	17,08	-66,12	2,22
C3-C4	15,23	11,60	-7,97	38,43
G1-G2	-2,94	4,61	-12,17	6,29
G1-G3	-1,32	5,20	-11,71	9,08
G1-G4	-8,36	3,46	-15,27	-1,44
G2-G3	1,62	5,39	-9,17	12,41
G2-G4	-5,42	4,42	-14,26	3,43
G3-G4	-7,04	4,71	-16,46	2,38
T1-T2	4,33	19,98	-35,64	44,29
T1-T3	-8,79	31,77	-72,33	54,76
T1-T4	-4,48	27,73	-59,93	50,98
T2-T3	-13,11	28,88	-70,87	44,64
T2-T4	-8,80	25,70	-60,21	42,60
T3-T4	4,31	31,69	-59,06	67,68

LI: límite inferior, LS: límite superior

En la figura 1 se muestran los gráficos de Bland-Altman para colesterol. A la izquierda está el caso con mayor concordancia, con diferencia media de -3,9 mg dL<sup>-1</sup> y límites de concordancia del 95% (-33,3 y 25,4 mg dL<sup>-1</sup>). A la derecha se encuentra el caso con menor concordancia con diferencia media de -47,2 mg dL<sup>-1</sup> y límites de concordancia del 95% (-80,7 y -13,7 mg dL<sup>-1</sup>).

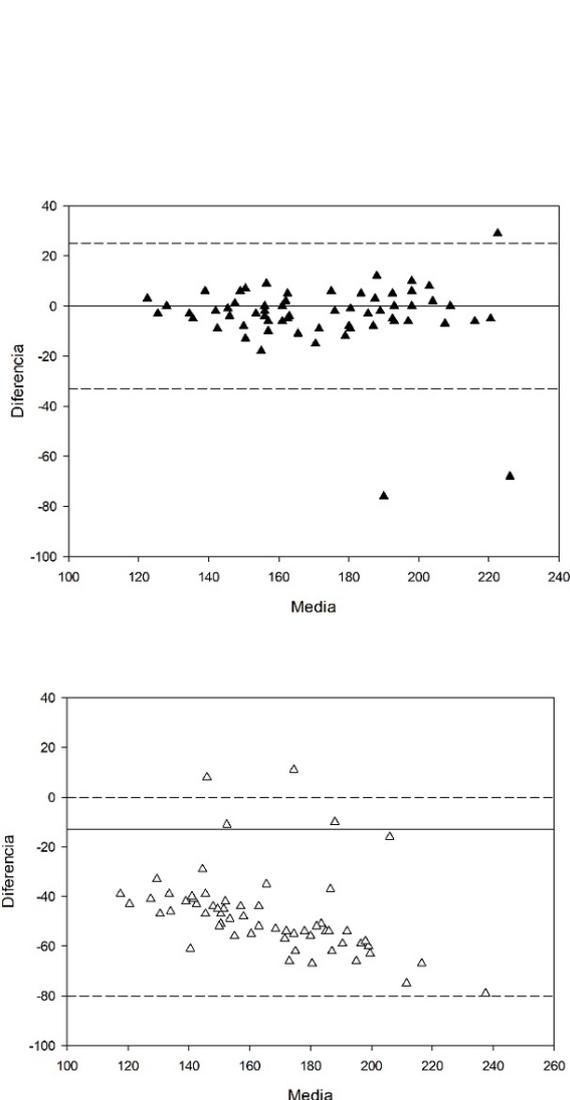


Figura 1. Gráficos de Bland-Altman para Colesterol

En la figura 2 se muestran los gráficos de Bland-Altman para glucosa. A la izquierda está el caso con mayor concordancia, con diferencia media de  $-1,3 \text{ mg dL}^{-1}$  y límites de concordancia del 95% ( $-11,7$  y  $9,1 \text{ mg dL}^{-1}$ ). A la derecha se encuentra el caso con menor concordancia con diferencia media de  $-8,4 \text{ mg dL}^{-1}$  y límites de concordancia del 95% ( $-15,3$  y  $-1,4 \text{ mg dL}^{-1}$ ).

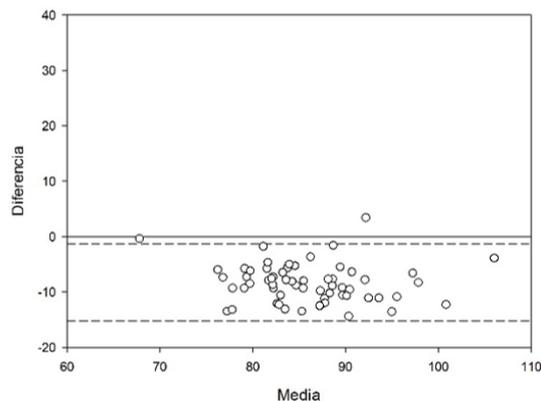
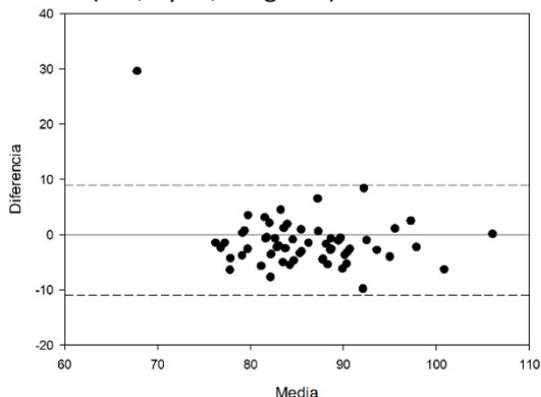


Figura 2. Gráficos de Bland-Altman para Glucosa

En la figura 3 se muestran los gráficos de Bland-Altman para triglicéridos. A la izquierda está el caso con mayor concordancia, con diferencia media de  $4,3 \text{ mg dL}^{-1}$  y límites de concordancia del 95% ( $-35,6$  y  $44,3 \text{ mg dL}^{-1}$ ). A la derecha se encuentra el caso con menor concordancia con diferencia media de  $-13,1 \text{ mg dL}^{-1}$  y límites de concordancia del 95% ( $-70,9$  y  $44,6 \text{ mg dL}^{-1}$ ).

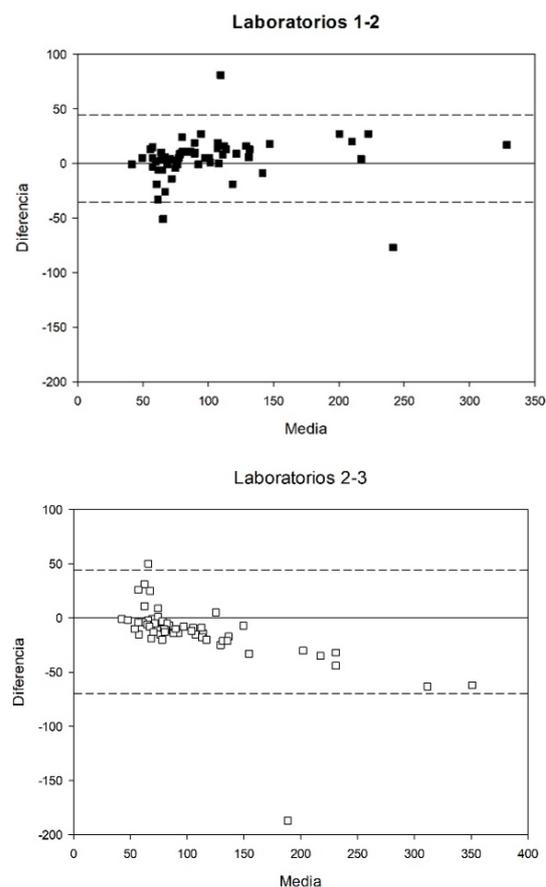


Figura 3. Gráficos de Bland-Altman para Triglicéridos.

En general, los casos con mayor concordancia muestran una diferencia media mucho menor y un rango menos amplio. Los valores se

distribuyen uniformemente alrededor de la media esperada de cero. En todos los casos con menor concordancia se nota una tendencia hacia debajo de la media esperada.

En la tabla 5 se observa el número de laboratorios que presentan valores fuera del rango normal para un mismo individuo. Los resultados coincidentes conducen al mismo diagnóstico, mientras que los no coincidentes pueden llevar a diagnósticos equivocados. Las coincidencias de los resultados de colesterol, glucosa y triglicéridos son del 85,2%, 91,8% y 86,9%, respectivamente. Valores similares fueron obtenidos por Gialamas y col. (10) que reportaron concordancias entre 85 y 89% para colesterol y triglicéridos.

Tabla 5. Laboratorios con resultados anómalos coincidentes.

Género	N	Colesterol <sup>a</sup>	Glucosa <sup>b</sup>	Triglicéridos <sup>c</sup>
Masculino	0	13 86,7%	11 73,3%	11 73,3%
	1	2 13,3%	3 20,0%	0 0,0%
	2	0 0,0%	0 0,0%	0 0,0%
	3	0 0,0%	1 6,7%	0 0,0%
	4	0 0,0%	0 0,0%	4 26,7%
Femenino	0	39 84,8%	45 97,8%	35 76,1%
	1	4 8,7%	1 2,2%	4 8,7%
	2	3 6,5%	0 0,0%	2 4,3%
	3	0 0,0%	0 0,0%	2 4,3%
	4	0 0,0%	0 0,0%	3 6,5%
Total	0	52 85,2%	56 91,8%	46 75,4%
	1	6 9,8%	4 6,6%	4 6,6%
	2	3 4,9%	0 0,0%	2 3,3%
	3	0 0,0%	1 1,6%	2 3,3%
	4	0 0,0%	0 0,0%	7 11,5%

N: Número de laboratorios con resultados anómalos para un mismo paciente.

<sup>a</sup> Valor referencial hasta 120 mg dL<sup>-1</sup>. <sup>b</sup> Valor referencial hasta 105 mg dL<sup>-1</sup>.

<sup>c</sup> Valor referencial hasta 160 mg dL<sup>-1</sup> para hombres y hasta 135 mg dL<sup>-1</sup> para mujeres.

## V. REFERENCIAS

1. International Diabetes Federation. IDF Diabetes Atlas 10th edition [Internet]. 2021. Disponible en: [www.diabetesatlas.org](http://www.diabetesatlas.org)
2. Souki-Rincón A, Cano-Ponce C, García-Camacho D, Mengual E, González C, Torres D, et al. Variaciones por Edad y Sexo en el HOMAIR, en los niveles de Insulina y Glucosa séricas en niños y adolescentes de Maracaibo-Estado Zulia. Archivos Venezolanos de Farmacología y Terapéutica. 2007;26:135-1341.
3. Instituto Nacional de Estadísticas y Censos. Encuesta Nacional de Salud y Nutrición ENSANUT [Internet]. 2018 [citado 4 de marzo de 2022]. Disponible en: <https://www.ecuadorencifras.gob.ec/salud-salud-reproductiva-y-nutricion/>
4. Idrovo-Novillo J, Gavilanes-Terán I. Comparación interlaboratorios de parámetros clínicos relacionados con el diagnóstico de diabetes en la provincia de Chimborazo. Perfiles [Internet]. 2016 [citado 14 de enero de 2017];15(1):4-10. Disponible en: <http://201.218.5.251:8080/bibliotecavirtual/Revistas/Art1Edicion15.pdf>

## IV. CONCLUSIONES

Todos los pares de laboratorio están correlacionados linealmente, pero esto no significa que exista concordancia.

El 14,8% de los resultados respecto a colesterol (13,3% en hombres y 15,2% en mujeres), 8,2% respecto a glucosa (26,7% en hombres y 2,2% en mujeres), y 13,1% respecto a triglicéridos (0,0% en hombres y 17,4% en mujeres) podrían conducir a un diagnóstico médico equivocado debido a la falta de coincidencia entre los resultados de los diferentes laboratorios en los cuales se realizan los análisis clínicos.

Los órdenes de concordancia considerando tanto el CCI como el k de Cohen son similares: triglicéridos > glucosa > colesterol.

Para mejorar la concordancia de los resultados de diferentes laboratorios, sería necesario tener procesos de acreditación de laboratorios.

En el futuro se podrían ampliar los estudios comparativos a otros parámetros clínicos, considerando laboratorios a nivel nacional y en diferentes grupos étnicos.

## V. AGRADECIMIENTOS

Un sincero agradecimiento a los estudiantes de Bioquímica y Farmacia de la ESPOCH que contribuyeron voluntariamente para la recolección de las muestras.



5. Institute of Medicine. To Err Is Human: Building a Safer Health System [Internet]. Kohn LT, Corrigan JM, Donaldson MS, editores. Washington, DC: The National Academies Press; 2000. Disponible en: <https://www.nap.edu/catalog/9728/to-err-is-human-building-a-safer-health-system>
6. Nerenz RD, Pittman ME, Scott MG. Impact of Errors and Variability on Clinical Laboratory Test Interpretation. *Pathobiology of Human Disease: A Dynamic Encyclopedia of Disease Mechanisms*. 1 de enero de 2014;3222-36.
7. Kwiecień R, Kopp-Schneider A, Blettner M. Concordance analysis: part 16 of a series on evaluation of scientific publications. *Dtsch Arztebl Int*. 2011;108(30):515-21.
8. Snowden A, Martin C, Mathers B, Donnell A. Concordance: a concept analysis. *J Adv Nurs* [Internet]. 1 de enero de 2014 [citado 8 de febrero de 2023];70(1):46-59. Disponible en: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1111/jan.12147>
9. Zarski JP, Sturm N, Guechot J, Paris A, Zafrani ES, Asselah T, et al. Comparison of nine blood tests and transient elastography for liver fibrosis in chronic hepatitis C: The ANRS HCEP-23 study. *J Hepatol*. 1 de enero de 2012;56(1):55-62.
10. Gialamas A, Laurence CO, Yelland LN, Tideman P, Worley P, Shephard MD, et al. Assessing agreement between point of care and laboratory results for lipid testing from a clinical perspective. *Clin Biochem*. 1 de marzo de 2010;43(4-5):515-8.
11. Rahmé M, Lavigne M, Barry J, Cirtiu CM, Bélanger P, Vendittoli PA. Whole blood metal ion measurement reproducibility between different laboratories. *J Arthroplasty*. 1 de noviembre de 2014;29(11):2214-8.
12. Kramer CK, Vuksan V, Choi H, Zinman B, Retnakaran R. Emerging parameters of the insulin and glucose response on the oral glucose tolerance test: Reproducibility and implications for glucose homeostasis in individuals with and without diabetes. *Diabetes Res Clin Pract* [Internet]. 2014;105(1):88-95. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S016882271400206X>
13. Pérez Moreno MA, Calderón-Hernanz B, Comas-Díaz B, Tarradas-Torras J, Borges-Sa M. Análisis de la concordancia del tratamiento antibiótico de pacientes con sepsis grave en Urgencias. *Revista Española de Quimioterapia*, ISSN-e 0214-3429, Vol 28, No 6, 2015, págs 295-301 [Internet]. 2015 [citado 12 de febrero de 2023];28(6):295-301. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6298761&info=resumen&idioma=ENG>
14. Prakash S, Bihari S, Lim ZY, Verghese S, Kulkarni H, Bersten AD. Concordance between point-of-care blood gas analysis and laboratory autoanalyzer in measurement of hemoglobin and electrolytes in critically ill patients. *J Clin Lab Anal*. 1 de julio de 2018;32(6).
15. Ayala F, de Baranda PS, de Ste Croix M, Santonja F. Fiabilidad y validez de las pruebas sit-and-reach: revisión sistemática. *Rev Andal Med Deport*. 2012;5(2):57-66.
16. Pita S, Pérttega-Díaz S, Rodríguez E. La fiabilidad en las mediciones clínicas: el análisis de concordancia para variables numéricas. *Cad Aten Primaria*. 1 de enero de 2003;10:290-6.
17. Lluís Carrasco J, Jover L. Métodos estadísticos para evaluar la concordancia. *Med Clin (Barc)* [Internet]. 2004;122:28-34. Disponible en: <https://www.elsevier.es/es-revista-medicina-clinica-2-articulo-metodos-estadisticos-evaluar-concordancia-13057543>
18. Cortés-Reyes É, Rubio-Romero JA, Gaitán-Duarte H. Métodos estadísticos de evaluación de la concordancia y la reproducibilidad de pruebas diagnósticas. *Rev Colomb Obstet Ginecol*. 2010;61:247-55.
19. Bland JM, Altman DG. Statistical methods for assessing agreement between two methods of clinical measurement. *Lancet* [Internet]. 1986;1(8476):307-10. Disponible en: <http://europepmc.org/abstract/MED/2868172>
20. Altman DG, Bland JM. Measurement in Medicine: The Analysis of Method Comparison Studies. *The Statistician*. 1983;32:307-17.

21. Cardemil F. Análisis de comparación y aplicaciones del método de Bland-Altman: ¿concordancia o correlación. *Medwave*. 2017;17(01):e6852.
22. García Fernández J. Errores de medida en variables numéricas: Correlación y Concordancia | SEH-LELHA [Internet]. 2001 [citado 4 de marzo de 2022]. Disponible en: <https://seh-lilha.org/2001/08/08/errores-medida-variables-numericas-correlacion-concordancia/>
23. Prieto L, Lamarca R, Casado AP. La evaluación de la fiabilidad en las observaciones clínicas: el coeficiente de correlación intraclase. *Med Clin (Barc)*. 1998;110:142-5.
24. Medici F, Hawa M, Ianari A, Pyke DA, Leslie RDG. Concordance rate for Type II diabetes mellitus in monozygotic twins: actuarial analysis. *Diabetologia* [Internet]. 1999;42(2):146-50. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s001250051132>
25. Cerda L. J, Villarroel del P. L. Evaluación de la concordancia inter-observador en investigación pediátrica: Coeficiente de Kappa. *Rev Chil Pediatr*. 2008;79:54-8.

# Perfiles

Descarga:



epoch

Facultad  
de Ciencias