

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA

FACULTAD DE RECURSOS NATURALES RENOVABLES

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA AMBIENTAL



TESIS

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE BIOSORCIÓN DE PLOMO (II) CON
MESOCARPIO DE TORONJA (Citrus paradisi var. Marsh)**

**PARA OBTENER EL TITULO PROFESIONAL DE
INGENIERO AMBIENTAL**

ELABORADO POR:

JIMMY MORALES ORTEGA

Tingo María – Perú

2020



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
Tingo María – Perú



FACULTAD DE RECURSOS NATURALES RENOVABLES

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS N° 017-2020-FRNR-UNAS

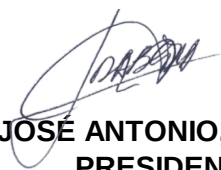
Los que suscriben, Miembros del Jurado de Tesis, reunidos con fecha 15 de febrero de 2018, a horas 09:10 a.m. en la Sala de Conferencias de la Facultad de Recursos Naturales Renovables para calificar la Tesis titulada:

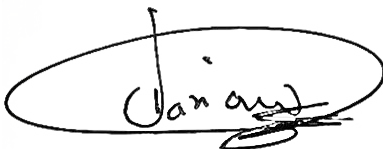
**“OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE BIOSORCIÓN DE PLOMO (II)
CON MESOCARPIO DE TORONJA (*Citrus paradisi* var. Marsh)”**

Presentado por el Bachiller: **MORALES ORTEGA, Jimmy**, después de haber escuchado la sustentación y las respuestas a las interrogantes formuladas por el Jurado, se declara **APROBADA** con el calificativo de **“MUY BUENO”**

En consecuencia, el sustentante queda apto para optar el Título de **INGENIERO AMBIENTAL**, que será aprobado por el Consejo de Facultad, tramitándolo al Consejo Universitario para el otorgamiento del Título correspondiente.

Tingo María, 21 de setiembre de 2020


Ing. MSc. JOSÉ ANTONIO, BLAS MATIENZO
PRESIDENTE


Dr. MANUEL ALFREDO ÑIQUE ALVAREZ
MIEMBRO


Bgo. CÉSAR AUGUSTO GOZME SULCA
MIEMBRO




Ing. LAURIANO ANTONIO, ZAVALETA DE LA CRUZ
ASESOR

DEDICATORIA

A Dios.

Por guiarme y darme las fuerzas necesarias para vencer los obstáculos, mostrarme el camino para poder cumplir mis metas trazadas y bendecirme cada día de mi vida.

A mi madre.

Delia Ortega Rojas, por su amor, comprensión, dedicación, entrega y su apoyo incondicional en mi formación académica y espiritual de valores, compartiendo buenos y malos momentos y enseñarme a encarar las adversidades con madurez.

A mis hermanos

Verónica, Marlon y Julián, por su cariño y confianza. Y para todos aquellos familiares y amigos que no recordé al momento de escribir esto. Ustedes saben quiénes son.

“Hay tres cosas que son permanentes: la confianza en Dios, la seguridad de que él cumplirá sus promesas, y el amor. De estas tres cosas, la más importante es el amor”.
1 corintios 13:13

AGRADECIMIENTOS

A la Universidad Nacional Agraria de la Selva, por haberme abierto sus puertas para estudiar y ser hoy un profesional.

A mi madre que me ha brindado todo lo que soy como persona, valores, principios, perseverancia, empeño y educación.

A los docentes de la Facultad de Recursos Naturales Renovables y demás facultades que me han apoyado en mi formación académica y personal, inculcándome valores, buenos hábitos y por brindarme su experiencia en conocimientos para mi formación profesional.

A mis jurados de tesis: Ing. Blas Matienzo, Blgo. Ñique Alvarez, Blgo. Gozme Sulca, por sus oportunas sugerencias.

A mi asesor de tesis, Ing. ZVALETA DE LA CRUZ, Lauriano A., por el apoyo técnico incondicional, dedicación constante, confianza y esfuerzo, por sus sugerencias en la culminación y revisión del informe final.

Al jefe del Laboratorio de Química, por autorizarme y permitirme realizar la ejecución de la tesis.

A todas las personas que me brindaron su colaboración, conocimientos, ayuda y sobre todo su Amistad.

Resumen

La contaminación ambiental por metales pesados como el plomo representa un serio problema para la salud y el medio ambiente, representando un riesgo para la cadena alimenticia al ser acumulados y concentrados por organismos, así mismo estos se ven afectados por alteración de su estructura, dinámica y función. Los métodos de remoción de metales pesados son costosos y poco eficientes, por lo que conlleva a la necesidad utilizar métodos de bajo costo como la biosorción. El objetivo de la presente tesis fue optimizar el proceso de biosorción utilizando el albedo de toronja pretratada. El biosorbente se obtuvo mediante los pasos continuos de separación del mesocarpio de la cáscara de toronja, eliminación de impurezas y aceites esenciales, desmetoxilación y reticulación del mesocarpio. La optimización del proceso de biosorción se realizó mediante la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR), usando el diseño de Box Behnken, validando el estudio con un ANVA. La capacidad de biosorción máxima promedio de plomo fue de 201.887 mg/g, con valores de pH 4.5, 55 ppm de Pb^{+2} y 0.25 g de biosorbente. La regresión múltiple de los datos dio un modelo cuadrático con un $R^2=93.13\%$, indicando que el comportamiento de la biosorción se ajusta al modelo y es confiable para hacer predicciones. Así mismo, el ANVA para la biosorción demostró que las variables independientes y la interacción de dos de estas son estadísticamente significativas ($p<0.05$). Por otro lado, la optimización de la biosorción se logró al experimentar valores de peso de biosorbente, concentración de Pb^{+2} y pH a 0.0501778 g, 379.92 ppm y 3.0, respectivamente, cuyo valor alcanzado fue de 243.145 mg/g, excediendo en +1.2 del valor óptimo estimado, esto valida y demuestra que el modelo representa correctamente los datos observados. El albedo de toronja tiene buena capacidad para la biosorción de plomo (II) y se puede maximizar esta capacidad mediante el ajuste de los datos a un modelo que los represente. Se recomienda utilizar otros métodos de pretratamiento y MSR para maximizar la biosorción de Pb^{+2} .

ÍNDICE

	Página
I. INTRODUCCION	1
II. REVISIÓN DE LITERATURA.....	4
2.1. Metales pesados	4
2.2. Metales pesados en el ambiente	4
2.2.1. El plomo	4
2.3. Adsorción	5
2.4. Biosorción.....	5
2.4.1. Ventajas y desventajas de la biosorción	6
2.4.2. Mecanismo de biosorción	7
2.4.3. Biosorbentes	8
2.5. Factores que afectan la biosorción.....	8
2.5.1. En función de la propiedad del material biosorbente	9
2.5.2. En función de la propiedad de la disolución	10
2.5.3. En función de las condiciones de operación	11
2.6. Biosorción por pectina	12
2.6.1. Pectina como biosorbente.....	12
2.6.2. Estructura química de las pectinas	14
2.6.3. Mecanismo de biosorción de plomo (II) por pectina.....	14
2.7. Citricultura en Perú.....	15
2.7.1. La toronja.....	16
2.7.2. Panorama de la toronja.....	17
2.8. Diseño de experimentos.....	18
2.8.1. Metodología de superficie de respuesta	18
2.8.2. Diseño para estimar superficies de respuesta de segundo orden	19

2.8.3. Diseño de Box-Behnken	19
III. MATERIALES Y METODOS	21
3.1. Lugar de ejecución	21
3.1.1. Condiciones del lugar de ejecución	21
3.2. Materiales y equipos.....	21
3.2.1 Materiales	21
3.2.2 Material biológico	22
3.2.3 Reactivos	22
3.2.4 Equipos.....	22
3.2.5 Logística para análisis.....	22
3.3. Tratamientos y variables en estudio	23
3.3.1. Tratamientos	23
3.3.2. Variables	23
3.4. Metodología.....	23
3.4.1. Determinación de la capacidad de biosorción.....	23
3.4.2. Obtención del modelo matemático.....	28
3.4.3. Maximización de la biosorción	29
IV. RESULTADOS	30
4.1. Determinación de la capacidad de biosorción de Pb^{+2}	30
4.2. Modelo matemático del proceso de biosorción de Pb^{+2}	31
4.3. Maximización de la biosorción.....	36
V. DISCUSIÓN.....	37
VI. CONCLUSIONES.....	41
VII. RECOMENDACIONES	42
VIII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43
ANEXO	54

INDICE DE CUADROS

Cuadro	Página
1. Ventajas y desventajas de la biosorción.	6
2. Contenido de sustancias pécticas en vegetales conocido (g/100 g materia fresca)	13
3. Niveles de tratamientos y valores codificados de factores.	24
4. Combinaciones de los tratamientos evaluados.	24
5. Concentraciones de equilibrio y capacidad de biosorción.	30
6. Efecto, desviación estándar y coeficientes de los factores e interacciones.	31
7. Análisis de varianza de los factores e interacciones del modelo.	32
8. Valor óptimo para maximizar la biosorción.	36
9. Verificación del valor óptimo.	36
10. Datos consolidados de porcentaje de remoción y biosorción de plomo por mesocarpio de toronja.	65

INDICE DE FIGURAS

Figura	Página
1. Mecanismo de bioadsorción de metales pesados.	7
2. Estructura de la pectina.	14
3. Modelo de intercambio iónico entre el Ca (II) ligado a las cadenas poligalacturónicas y el Pb (II) en solución.	15
4. Partes del fruto de un cítrico.	17
5. Estructura del Diseño de Box-Behnken.	20
6. Diagrama de pretratamiento del mesocarpio de toronja y desmetoxilación.	26
7. Diagrama de reticulación del mesocarpio de toronja.	27
8. Comportamiento de las variables independientes en el proceso.	31

9. Probabilidad normal de los efectos estandarizados.	33
10. Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados con $p=0.05$	34
11. Probabilidad Normal de los residuos.....	34
12. Diagrama tridimensional de superficie para la biosorción de Pb (II) usando mesocarpio de toronja.....	35
13. Extracción de albedo de toronja.....	54
14. Adición de Etanol de 63° para eliminación de impurezas.	54
15. Lavado del albedo con alcohol de 96°.	55
16. Lavado del albedo con NaOH 0,2 M a 4 °C.	55
17. Biosorbente listo para ser utilizado.	56
18. Pesado de Nitrato de plomo para solución de 400 ppm.....	56
19. Soluciones de plomo (II) a 49,52; 219,80 y 381,80 ppm.	57
20. Frasco conteniendo 50 mL de solución de Pb (II).	57
21. Pesado del biosorbente para ser usado en el proceso de biosorción.	58
22. Regulación de pH a los valores establecidos.....	58
23. Corrida de los tratamientos con sus respectivas repeticiones.....	59
24. Vista de biosorbente y solución problema después del proceso.....	59
25. Filtrado de las muestras después del proceso.	60
26. Biosorbente conteniendo Pb(II) en filtro.	60
27. Refrigeración de las muestras a 8 °C.....	61
28. Dilución de las muestras en 1/10 y 1/100	61
29. Espectrofotómetro de absorción atómica utilizado para la lectura de las muestras.	62
30. Resultados de análisis de plomo en muestras tratadas.	66
31. Resultados del análisis de plomo en el mesocarpio de toronja y el método utilizado para su análisis.	67
32. Matriz del Diseño de Box-Behnken para tres factores.	69

I. INTRODUCCION

La contaminación ambiental como también el desgaste de diversos ecosistemas se han intensificado por el creciente o aumento de la actividad industrial, ocasionando una acumulación de metales pesados y compuestos sintéticos diversos (ALE *et al.*, 2015). La producción residual de las actividades mineras y metalúrgicas se considera la principal fuente de contaminación por metales pesados. Algunos de los metales asociados con estas actividades son cadmio (Cd), cromo (Cr), plomo (Pb) y mercurio (Hg) (BAILEY *et al.*, 1999), por lo que los métodos de eliminación rentables son necesario. Los metales han llevado al desarrollo de nuevas tecnologías para separar los metales de los cuerpos de agua naturales (VOLESKY, 1995).

Sabemos que un metal altamente tóxico es el plomo porque es causante de daños neurológicos en los organismos. Tales organismos poseen la habilidad de acumular y concentrar a este metal, incrementando el riesgo de toxicidad sobre la cadena alimenticia; perturbando su estructura, dinámica y función (NAVA y MÉNDEZ, 2011). La remoción del Pb (II) se puede realizar con diversos métodos.

Utilizando materiales que contienen resina, los métodos más comunes para eliminar metales pesados (incluido el plomo) que sus desventajas son económicas (intercambio de iones convencional, extracción líquida o electrolítica, electrodiálisis) o técnicamente complejos (precipitación, cementación, ósmosis inversa). Utilizan materiales de Intercambiador, filtro de membrana, hidróxido de naftaleno, carbón activado, resina quelante y capa de polímero poroso, etc. (MINAMISAWA *et al.*, 2004). Además, SAMAL *et al.* (2016), afirmó que estos producirán contaminantes secundarios.

Esta situación genera que la utilización de estos materiales de origen biológico se considere de alternativa debido a que se puede mover y/o la recuperación de metales, que se apoya en las propiedades de secuestro metálico de ciertos materiales naturales, y se conoce comúnmente como biosorción (VOLESKY, 1994).

Después de los procesos económicos convencionales, la biosorción de iones metálicos se considera que tienen las tecnologías más prometedoras involucradas en la desaparición de estos iones tóxicos, quienes continúan procesos a bajos costos. Tales procesos son originarios de materiales de desechos biológicos (bacterias, algas, hongos, alginatos y residuos agrícolas) así como de la disminución en el volumen de producto químico y lodos biológicos. Los desechos biológicos presentan biopolímeros estructurales, y estos son responsables de interactuar con metales pesados, los cuales son al quitosano, alginato, carragenanos, pectinas, y otros. En este grupo amplio de materiales biológicos sobresale la aplicación de las cáscaras de cítricos como la toronja (VILLANUEVA, 2006 y MUÑOZ, 2007).

El mesocarpio de los cítricos contiene pectina, sustancia que al ser tratada puede ser aplicada como adsorbente natural de bajo costo, y presenta una propensión a adsorber metales pesados como lo son el Hg, Cd y Pb, los cuales el plomo presenta mayor afinidad a la biosorción por quelación (Aydin citado por GARCIA *et al.*, 2011).

Por tal motivo, es necesario tener una línea base de las variables fisicoquímicas en la biosorción de plomo (II) con mesocarpio de toronja (*Citrus paradisi* var. Marsh) al analizar peso del biosorbente, concentración de Pb^{+2} y pH de la solución, con la finalidad de conocer las condiciones óptimas de adecuación del medio o solución.

Problema: Frente al efecto negativo del plomo en el medio ambiente y la existencia de la necesidad de remover este metal, se planteó la interrogante

¿Bajo qué valores de peso de biosorbente, concentración de Pb^{+2} y pH de la Solución y en qué cantidad se optimiza la biosorción de plomo (II) aplicando mesocarpio de toronja (*Citrus paradisi* var Marsh)?

Hipótesis: Si el proceso de biosorción se adecúa a las condiciones dentro del rango estudiado donde el peso del biosorbente es el más alto, la concentración de Pb^{+2} el más bajo y $pH > 4$, entonces se optimizará la biosorción, obteniendo una biosorción promedio de 100 mg Pb/g de biosorbente.

1.1. Objetivo general:

Optimizar el proceso de biosorción de plomo (II) con mesocarpio de toronja.

1.2. Objetivos específicos:

- ✓ Determinar la capacidad de biosorción de plomo (II) con mesocarpio de toronja.
- ✓ Determinar el modelo matemático del proceso de biosorción de plomo (II) con mesocarpio de toronja
- ✓ Maximizar la biosorción de plomo (II) con mesocarpio de toronja.

II. REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. Metales pesados

Se considera un grupo de elementos químicos propias de la naturaleza, cuyo peso molecular es alto (60 - 220 g/mol), así mismo, también se le denomina metales pesados porque tienen altas densidades ($4 - 7 \text{ g/cm}^3$), estos a la vez pueden formar especies químicas no degradables y por lo general son tóxicos para los seres humanos (ERÓSTEGUI, 2009).

2.2. Metales pesados en el ambiente

Los podemos encontrar de manera natural en la corteza terrestre. Consideramos que estos en un momento pueden llegar a convertirse en contaminantes si su distribución o esparcimiento en el ambiente se altera mediante diversas actividades humanas.

2.2.1. El plomo

Es considerado que el plomo es un metal pesado (densidad relativa, o gravedad específica, de 11.4 a 16°C (61°F)), de color azulado, que se empaña para adquirir un color gris mate. Es moldeable, inelástico, se funde con facilidad a 327.4 °C (621.3 °F) y hierve a 1725 °C (3164 °F). Las valencias químicas normales son 2 y 4. Es relativamente resistente al ataque de los ácidos sulfúrico y clorhídrico. Pero se disuelve con lentitud en ácido nítrico. Además, se considera que puede ser anfótero, porque forma sales de plomo de los ácidos, y sales metálicas del ácido plúmbico. Este también forma diversas sales, óxidos y compuestos organometálicos.

Este metal no es fundamental o esencial para los seres vivos, sin embargo, se encuentra en los tejidos y órganos de los mamíferos; entra en la cadena cuando estos forman compuestos o especies químicas que se encuentra adheridos a compuestos orgánicos (VILLANUEVA y BOTELLO, 1992).

2.3. Adsorción

Es un mecanismo que nos ayuda a dividir uno o más componentes de una fase fluida en la superficie de una fase sólida y es llamado adsorbato. La adsorción es en el interior del adsorbato sobre las paredes de los poros en áreas específicos. La separación inicia por las distinciones de peso molecular o de polaridad que dan cabida a que específicas moléculas se adhieren más fuertemente a la superficie que otras (McCABE *et al.*, 1991).

Los tres mecanismos diferentes de la adsorción se basan en: estérico por permitir el paso de moléculas pequeñas a través del poro del adsorbente, equilibrio por la afinidad del adsorbente a las especies químicas de iones y cinético por las velocidades en la difusión de compuestos en los poros (MESTANZA, 2012).

2.4. Biosorción

La palabra "biosorción" es indicativo para el consumo de iones metálicos por biomasa viva o muerta mediante a mecanismos fisicoquímicos como lo son la adsorción o el intercambio iónico. Una vez se aplica la biomasa viva, también se considera que estos mecanismos de asimilación metabólica pueden promover el proceso de biosorción (CAÑIZARES, 2000).

KOTRBA *et al.*, (2011) y REZAEI (2016), señalan que la biosorción es un método que emplea materiales de origen biológico, principalmente provenientes de biomasa inerte y cuyos mecanismos responsables de remoción, pueden darse a partir de uno o una combinación de procesos como intercambio

iónico, complejación, coordinación, adsorción, interacción electrostática, quelación y micro precipitación.

La biosorción como proceso fisicoquímico incorpora los fenómenos de adsorción como también absorción de las moléculas e iones. La tecnología de biosorción tiene similitud a la del carbón activado (Fruz, 1981 citado por MUÑOZ, 2007) e intercambio iónico (SIMON, 1991). Esta tecnología se dirige prioritariamente a la remoción de metales pesados o especies metaloides de soluciones diluidas por diversos materiales de origen biológico (algas, hongos, bacterias, frutos, productos agrícolas y algunos tipos de polímeros) (SIMON, 1991; KIRCHMER, 1986), estos materiales los encontramos en grandes cantidades dentro de la naturaleza y su transformación a biosorbentes es económico su proceso.

2.4.1. Ventajas y desventajas de la biosorción

Las ventajas y desventajas fundamentales de la biosorción referentes a diferentes tratamientos con los que se enfrenta esta tecnología a continuación los mencionamos:

Cuadro 1. Ventajas y desventajas de la biosorción.

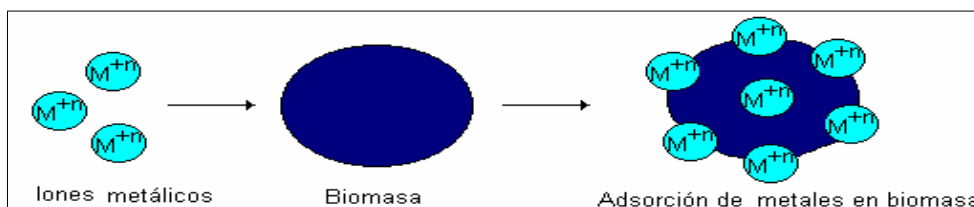
Ventajas	Desventajas
✓ Tecnología de bajo coste, por el reducido coste de los biosorbentes, escasa necesidad de reactivos y bajo consumo energético del proceso.	✓ Las técnicas convencionales están ampliamente extendidas y son muy conocidas en diversos sectores industriales, lo que dificulta enormemente su sustitución.
✓ Presenta una elevada eficacia, especialmente cuando la concentración de metal en el agua residual es baja.	✓ Las interacciones de diferentes especies químicas de iones con los biosorbentes pueden ocasionar cambios en la capacidad de retención, disminuyendo la eficacia del proceso. Se debe caracterizar las
✓ Es posible la regeneración de un gran número de biosorbentes, pudiéndose utilizar en ciclos sucesivos de adsorción-desorción.	

-
- ✓ Permite la recuperación del metal tras el proceso de regeneración.
 - ✓ Frente a la precipitación, la biosorción no genera fangos químicos, y el único residuo del proceso es el biosorbente agotado tras sucesivos ciclos de biosorción/regeneración.
 - ✓ Permite la valorización de residuos que se utilizan como biosorbentes.
 - ✓ Reduce el impacto ambiental por el uso de materiales residuales de diversa procedencia sin tratamiento previo, y en especial sin carbonización previa, frente al de los adsorbentes tradicionales como los carbones activados.
- ✓ La selección de los materiales biosorbentes debe realizarse atendiendo a la disponibilidad de los mismos en cantidad y reducido coste para conseguir una aplicación extendida de la biosorción a nivel industrial.
-

Fuente: IZQUIERDO, 2010.

2.4.2. Mecanismo de biosorción

La biosorción sucede en el momento que los cationes de los metales se unifican por interacciones electrostáticas a los sitios aniónicos (HANG y SMIDSRD, 1970), que estan en la pared celular del material biosorbente. Lugares que estan como centros activos para la biosorción los ubicamos en los grupos carboxilo (FOUREST y SERRE, 1996), hidroxilo, amino, sulfónico, son parte de la estructura molecular de la mayoría de los polímeros de origen biológico (ALE *et al.*, 2015).



Fuente: MUÑOZ, 2007.

Figura 1. Mecanismo de bioadsorción de metales pesados.

2.4.2.1. Adsorción física

Se da cuando las fuerzas son debido a las fuerzas de Van del Waals como las interacciones tipo dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido o fuerzas de dispersión, se usa el término de adsorción física o fisiosorción, en este tipo de adsorción, la molécula adsorbida no está fija en un lugar específico de la superficie, sino está libre de trasladarse en la interface (GARCÉS y COAVAS, 2012).

2.4.2.2. Intercambio iónico

En su mayor parte los sorbentes están contenidos por sales de Na^+ , K^+ , Ca^{+2} y Mg^{+2} en las estructuras de su pared celular; esto quiere decir que los cationes pueden ser intercambiados con los iones metálicos pesados y quedar unidos al material. Estudios específicos previos dicen que el intercambio iónico es el principal mecanismo en la sorción de Cd^{+2} y Zn^{+2} con restos de yuca, pero se considera que el mecanismo de sorción está presente en gran parte de los sorbentes de origen vegetal (BOADA, 2015).

2.4.3. Biosorbentes

Los biosorbentes son materiales procedentes de microorganismos, bacterias, hongos, algas, plantas o ciertos polímeros naturales. Los biosorbentes para aplicaciones, es de obligación ser sometidos a un pretratamiento químico y así obtener una mayor y mejor capacidad de adsorción en el proceso de remoción de metales pesados o en la recuperación de las especies metálicas en solución. (BRIERLEY, 1987).

2.5. Factores que afectan la biosorción

Existe poco conocimiento sobre el proceso de adsorción en fase liquido-sólido, debido a la existencia de interacciones entre adsorbato-

adsorbente (ideal), adsorbato-adsorbato y adsorbente-disolvente, esta interacción determina la afinidad del adsorbente por adsorbato en un disolvente y es preciso que la afinidad del adsorbato por el disolvente sea nula, para que la adsorción se vea favorecida (MESTANZA, 2012).

La biosorción en general se ve afectada por una serie de propiedades y características del biosorbente, la solución y condiciones de operación.

2.5.1. En función de la propiedad del material biosorbente

2.5.1.1. Tipo de material biosorbente

La retención de metales es función de la composición y reactividad química de la superficie biosorbente. Cuando se utilizan biosorbentes en sistemas continuos o de grupo, se deben considerar la naturaleza y densidad de las partículas, la porosidad, la resistencia mecánica, el tamaño y la forma. Con respecto a las propiedades químicas del biosorbente, se cree que cuanto mayores son los grupos funcionales aparentes (carboxilo, fenol, fosfato, sulfato, amino, amida e hidroxilo) en la superficie, mayor es la biosorción de metales pesados. Generalmente, si el biosorbente es superior a 100 mg / g de biosorbente o 1 mmol / g, se dice que tiene una buena capacidad de biosorción. (BOADA, 2015).

2.5.1.2. pH en el punto de carga cero (pHZPC)

pHZPC es el valor de pH cuando la densidad de carga superficial del biosorbente es cero. Con pHZPC se puede caracterizar el comportamiento ácido-base de los biosorbentes. Cuando el pH de la solución es menor que pHZPC, la carga total en la superficie del biosorbente es positiva, lo que evita la interacción con sustancias cargadas positivamente en la solución. Cuando la solución tiene un $\text{pH} > \text{pHZPC}$, la carga total en la superficie del biosorbente es

negativa y el biosorbente tendrá una mayor capacidad para adsorber cationes. (BOADA, 2015).

2.5.1.3. Tamaño de partícula

Mientras menor sea el tamaño de partícula de biosorbente mayor será la capacidad de biosorción y velocidad de reacción en sistemas de discontinuos. La consideración del tamaño de partícula varía en función del sistema de operación en uso, siendo la presión el factor determinante de la eficiencia de remoción (BOADA, 2015).

2.5.1.4. Superficie específica

Esta propiedad es aplicada sobre el material granular o particulado y se la consigue de la relación del área superficial total y la masa del sólido o su volumen; para los materiales bioabsorbentes, es fundamentalmente importante esta característica porque cuanto mayor es la superficie específica, más probable es que la adsorción entre en contacto con una gran cantidad de centros activos disponibles y alcance la adsorción (BOADA, 2015).

2.5.2. En función de la propiedad de la disolución

2.5.2.1. Influencia del pH

El conocimiento del pH óptimo de la solución para la biosorción es primordialmente función del tipo de adsorbato, de la naturaleza química del biosorbente y de la composición del adsorbato a eliminar. El factor más importante es el valor del pH de la fase acuosa, en la biosorción de cationes y aniones los efectos en los dos casos son diferentes. Por lo tanto, durante la absorción de cationes, generalmente se prefiere que el pH sea mayor de 4,5, ya que se reduce la protonación, reduciendo así la competencia de los iones H^+ con los iones metálicos Mn^+ ; mientras que la

adsorción de aniones prefiere un valor bajo de pH, entre 1,5 y 4 (BOADA, 2015 y TENORIO, 2006).

SCHIEWER (1996), menciona que hay tres vías de influencia del pH en la biosorción del metal:

1. El cambio de estado químico del sitio activo varia con el valor del pH, haciendo sensible al grupo de unión del metal y quedando condicionado la disponibilidad de ocupación del sitio libre.
2. Valores extremos de pH dañan la estructura del sorbente, afectando la distorsión de células, pérdida de peso y descenso en la capacidad de adsorción.
3. La especiación del metal depende del pH, porque los metales en solución están ubicados como iones hidrolizados a pH bajos.

2.5.2.2. Presencia de otros iones

La evidencia de la presencia de otros iones en la solución le permite competir con el metal de interés por los sitios de unión, reduciendo así la retención. Generalmente, en la biosorción catiónica, la fuerza de unión de los iones de metales ligeros no es tan fuerte como la de los iones de metales pesados. (SCHIEWER, 1996).

2.5.3. En función de las condiciones de operación

Las condiciones de operación del proceso de biosorción tienen una influencia en la efectividad del mismo.

2.5.3.1. Tiempo de contacto

El tiempo de contacto adecuado del biosorbente y el sorbato, se determina por el estudio de cinética de la biosorción, no obstante, el tiempo de contacto no es estándar, sino que dependerá del tipo material e ion a remover (BOADA, 2015).

2.5.3.2. Temperatura

Se reconoce que la temperatura tiene una mayor influencia en el proceso de absorción (KUYUCAK y VOLESKY, 1989). El efecto de la temperatura sobre la biosorción depende del calor de adsorción (cambio de entalpía). Generalmente, cuando la adsorción es física, el calor de adsorción es negativo, lo que significa o indica que el nivel de reacción es exotérmico y útil a bajas temperaturas. (GLASSTONE *et al.*, 1941).

La biomasa incluye más de un sitio activo para la vinculación del metal. Los resultados de temperatura para cada ubicación son diferentes y pueden tener diferentes efectos en la unión de metales, pero el calor de reacción de la mayoría de los metales es frecuente y no tiene relación con el grado de ocupación del sitio activo adsorbente. (WEPPEN y HORNBURG, 1995).

2.6. Biosorción por pectina

2.6.1. Pectina como biosorbente

Ampliamente las pectinas de las frutas cambian en sus propiedades gelificantes por las distintas longitudes de sus cadenas de ácido poligalacturónico y al desigual grado de esterificación de su grupo carboxilo (SOTO, 2009).

La muestra de mesocarpio se considera dependiente a distintos factores ajenos a nuestro propósito, conexas con la cosecha del mismo, JONA *et al.*, (1989) desarrollaron un estudio donde detallan la mutación o cambio de componentes que se encuentran presentes en el mesocarpio como lo son la pectina, celulosa, hemicelulosa y polisacáridos en temporadas del año en las cuales son cosechadas, y reportaron que existen temporadas donde hay un menor número de pectina y hemicelulosa.

La capacidad de sustancias pécticas cambia con la fuente, variedad, grado de madurez, condiciones climáticas e incluso según las distintas partes de la misma planta (BRAVERMAN, 1977).

Cuadro 2. Cantidad de sustancias pécticas evidenciadas en los vegetales conocido (g/100 g materia fresca)

Producto	Contenido de pectina
Limón Marc	2.5 – 4.0
Naranja Marc	3.5 – 5.5
Manzana Marc	1.5 – 2.5
Toronja cáscara	3.90
Papaya	1.20
Grosellas	1.52
Albaricoque	0.99
Peras	0.60
Fresas	0.68
Cereza	0.16

Fuente: VILLANUEVA 2006.

La importancia de la pectina como biomasa adsorbente se debe a su estructura celular que consta de grupos carboxilo e hidroxilo, los cuales son afines a los metales pesados, esto conlleva a que sus cationes se unan mediante interacciones electrostáticas a los aniones del bioadsorbente (VILLANUEVA y TAPIA, 2005).

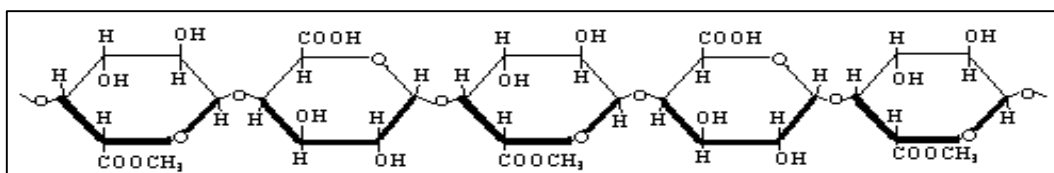
AREVALO *et al.* (2003), menciona que la pectina tiene la capacidad de retener metales pesados por medio de un mecanismo de acomplejamiento, siendo esto posible debido a que se encuentra como polielectrolito cargado negativamente y es capaz de unirse a iones (+). Así mismo, se destaca la afinidad de la pectina por los siguientes metales: Plomo (Pb) > Bario (Ba) > Cadmio (Cd) > Estroncio (Sr).

Según al grado de metoxilación existen dos tipos de pectina, una con alto metoxilo (HM) y el otro con bajo metoxilo convencional (LMC). Las pectinas producidas con procesos convencionales son HM y presentan elevado número de grupos carboxílicos esterificados con alcohol metílico, y de manera contraria, cuando ocurren variaciones en el proceso o se da tratamiento ácido prolongado, se obtiene pectina LMC con bajo grupos carboxílicos (SILVATEAM, 2015).

2.6.2. Estructura química de las pectinas

La estructura de la pectina es fundamental para definir la fuerza y flexibilidad de las paredes celulares de las plantas. En su composición, la pectina se puede definir como un polímero integrado prioritariamente por cadenas de unidades de ácido poli- α -D-galacturónico unidas por enlaces glicosídicos.

Las sustancias pécticas son polímeros lineales de ácido galacturónico, y constituyen a una gran cantidad en su estructura de grupos carboxilo esterificados por radicales metilo (HIRST, 1988).



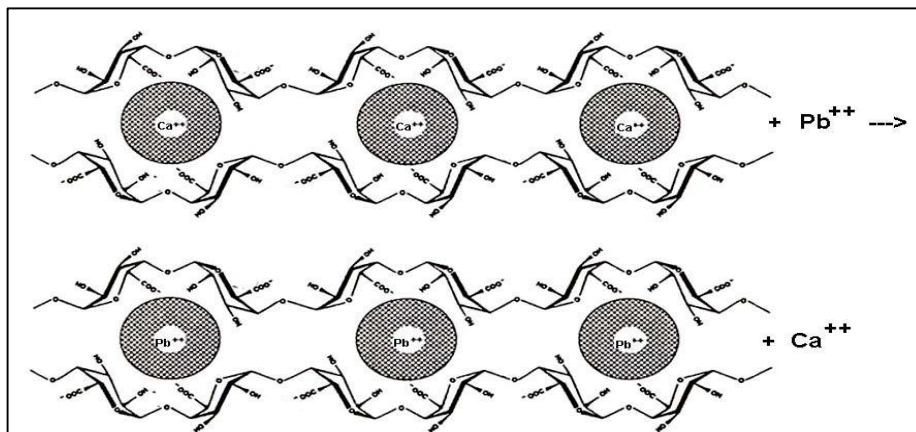
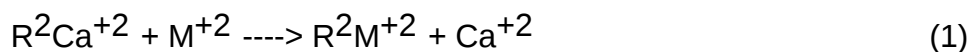
Fuente: MUÑOZ, 2007.

Figura 2. Estructura de la pectina.

2.6.3. Mecanismo de biosorción de plomo (II) por pectina

La remoción de metales por pectina reticulada con Ca^{+2} ocurre primordialmente debido a un fenómeno de cambio iónico (propio de los iones metálicos divalentes) con el Ca^{+2} y los iones metálicos en solución hasta conseguir el equilibrio. Es así que forma el Ca^{+2} estrellado a las cadenas poligalacturónicas (MORAWETZ, 1975), es desplazado por el Pb^{+2} hasta lograr que las fases de contracciones se equilibren. Los grupos intercambiadores

iónicos son los grupos carboxilo, la ecuación (1) describe este proceso de Intercambio Iónico Metal/Calcio.



Fuente: MUÑOZ, 2007.

Figura 3. Modelo de intercambio iónico entre el Ca (II) ligado a las cadenas poligalacturónicas y el Pb (II) en solución.

El mecanismo cinético es muy complejo porque puede comprometer reacciones o interacciones entre grupos funcionales del biosorbente y del soluto. Como también, se debe considerar los procesos de transferencia de materia, tales como transporte de especies en el seno de la fase líquida hasta la superficie del sólido (PINZÓN y VERA, 2009 y SICCHA, 2012).

2.7. Citricultura en Perú

La producción y el consumo de cítricos en todo el mundo han aumentado. Los datos estadísticos de la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAOSTAT) revelan que la producción mundial de cítricos en 2013 fue de 136,3 millones de toneladas, y según CASTILLO (2016), Perú ocupa el puesto N° 11 en el ranking mundial al 2013. En Perú se tiene una producción de 19551,68 miles de toneladas métricas (INEI, 2014). Por lo que conlleva a que una gran cantidad de residuos de cítricos se genere por el consumo de estos frutos, que puede ser tan alto como el 50 % del peso del fruto. Hasta el momento, la mayor parte de los residuos de cítricos se

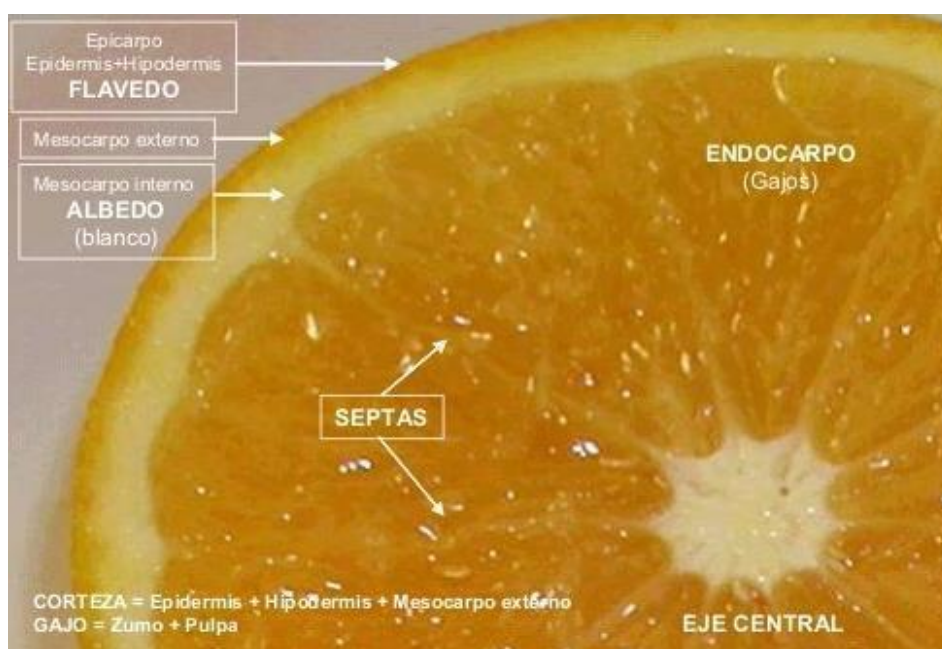
depositan o disminuyen por combustión o se usan como materia prima para la extracción de sustancias activas y la fabricación de piensos, lo que provoca graves contaminaciones ambientales y gran desperdicio de recursos. Es decir, es altamente deseable desarrollar maneras verdes y económicas para tratar los desechos cítricos, así como utilizarlos para producir productos básicos o de valor agregado tales como adsorbentes (BHATNAGAR *et al.*, 2015).

2.7.1. La toronja

La toronja es probablemente de origen de las Antillas, fue explicada y trazada en 1750 por primera vez; su origen está ligado a la mutación del pomelo o toronja de la india. Es un árbol grande, y su fruto es redondo, mas frande que la naranja, con cáscara amarilla; la pulpa es dividida en 12-14 gajos, de color amarillento o rosado. Sus semillas son blancas y medianas. Así mismo, existe una gran variedad de toronjas, que pueden estar divididas por el color de pulpa (amarillo y rosada), con semillas (Duncan, Indian river, Walters, Imperial, Triumph y Jordan), sin semillas (Marsh y Davis) y otras variedades comerciales que son derivadas de las anteriores (GEILFUS, 1994).

2.7.1.1. Partes del fruto

El fruto de la toronja presenta las siguientes partes: El pericarpio que es la parte exterior del fruto y se fracciona en tres partes. El exocarpo o flavedo, es la parte más externa del fruto, que está formado por una epidermis, cubierta por una cutícula y varias capas de células, formando un parénquima compacto. El endocarpo, que es la parte más interna del pericarpio. Entre ambos se encuentra el mesocarpo o albedo, conformado por un tejido parenquimático de diferentes filas de células, con grandes espacios intercelulares y de aspecto esponjoso. Cada una de estas partes varía en algunas características físicas y químicas de acuerdo a la variedad (AGUSTI, 2003).



Fuente: www.tecnicoagricola.es

Figura 4. Partes del fruto de un cítrico.

2.7.2. Panorama de la toronja

Según FAOSTAT al 2013, la producción de toronja representa el 6 % (8,2 MT) a nivel mundial, de las cuales Perú produce el 0,121 %. Según la Dirección Regional de Agricultura de Junín, a nivel nacional la región que lidera la producción de toronja es Junín, en el 2012 tuvo una producción de 542 t y Huánuco ocupando el quinto lugar con 196 t.

La toronja se cultiva en todas las regiones tropicales y subtropicales del mundo, con una producción promedio de 4 millones y 4760 toneladas métricas anuales, en el mundo y Perú respectivamente (INEI, 2014). Y se caracteriza por tener doble membrana de cáscara que la mayoría de los cítricos. Por lo tanto, se genera una gran cantidad de residuo de cáscara de toronja. Cuya estructura contiene polímeros insolubles en agua, como son la pectina, celulosa, hemicelulosa y lignina, representando entre 50 % y 70 % de dicha fracción insoluble. La importancia de estos polímeros resalta en el alto contenido de grupos funcionales carboxilo e hidroxilo, que pueden unirse a contaminantes en solución acuosa (BHATNAGAR *et al.*, 2015).

2.8. Diseño de experimentos

El diseño de experimentos (DOE) es una herramienta estadística para el perfeccionamiento de la calidad, generalmente utilizada en proyectos Six Sigma. Esta metodología se utiliza para diseñar las condiciones ideales para productos, procesos o servicios de modo que se utilice el número mínimo de experimentos para cumplir con los estándares requeridos. DOE es muy útil para analizar procesos complejos con una gran cantidad de variables y es necesario ajustar esas variables para optimizar la respuesta. Para lograr el objetivo, es necesario seguir el proceso de planificación, diseño y análisis de experimentos, para obtener conclusiones efectivas y objetivas de manera eficiente e integrar métodos estadísticos simples y complejos con métodos de diseño experimental (ANTONY, 2014). DOE es muy útil para analizar procesos complicados con una gran cantidad de variables que se desea ajustar para optimizar la respuesta. Y para alcanzar los objetivos hay que seguir un proceso de planificación, diseño y análisis del experimento, para poder obtener conclusiones válidas y objetivas de manera eficaz, integrando métodos estadísticos simples y complejos en la metodología del diseño experimental (ANTONY, 2014).

2.8.1. Metodología de superficie de respuesta

El método de respuesta de superficie (MSR) fue propuesto por Box y Wilson en 1951. Es un conjunto de técnicas que permite a los investigadores examinar los efectos de los cambios en los experimentos que pueden mostrarse como respuestas de superficie. El factor cuantitativo en el valor utilizado para la variable dependiente o respuesta. Es decir, se trata de descubrir los valores óptimos máximos de las variables independientes que aumentan, minimizan o cumplen ciertas restricciones en la variable respuesta (FIGUEROA, 2003).

Uno de los ciclos del análisis de una superficie de respuesta involucra la selección del diseño experimental, en estos son bien conocidos los que conceden la estimación de ciertos parámetros en modelos de primer y

segundo orden. En el primer tipo evidenciamos el diseño factorial 2^k , replicaciones factoriales del diseño 2^k , el diseño simplex, el diseño de Plackett-Burman entre otros. Del segundo tipo es frecuentes el diseño factorial 3^k , el diseño de Box-Behnken, el diseño central compuesto, el diseño equiradial, el diseño rotatable cilíndricamente y el rotatable asimétrico, el diseño saturado de Box-Draper y muchos otros (DARGHAN *et al.*, 2011).

2.8.2. Diseño para estimar superficies de respuesta de segundo orden

Los diseños de segundo orden son diseños que pueden estudiar los efectos de interacción y los efectos cuadrados además de los efectos lineales. Y estos se pueden usar cuando es fundamental desarrollar o extender superficies más complicadas y complejas, o cuando se determina el área de mejor respuesta y se quiere determinar la superficie de respuesta. La elección de estos diseños específicos necesita de las particularidades del dilema o problemática, pero en general están ligados al cumplimiento de ciertos requerimientos como la capacidad para ejecutar estimaciones eficaces de los coeficientes del modelo y determinar el error experimental y la probable presencia de falta de ajuste (SIQUEIROS, 2004).

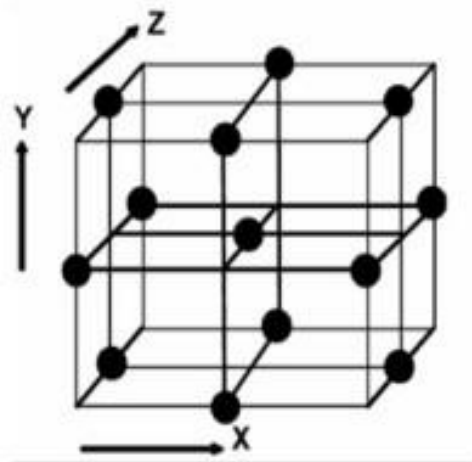
2.8.3. Diseño de Box-Behnken

Los diseños de Box-Behnken (DBB) son factoriales incompletos a tres niveles en los que los puntos experimentales son escogidos específicamente para aceptar una estimación eficiente de los coeficientes de un modelo de segundo orden (BOX *et al.*, 2008).

Una opción de diseño para adaptar los modelos cuadráticos que necesiten los tres niveles de cada factor. Es un diseño cuadrático independiente que se conforma juntando factoriales 2^k con diseños de bloques incompletos balanceados (SIQUEIROS, 2004). El DBB se construye con:

Puntos centrales que son favorecedores para experimentar y examinar la evidencia de la curvatura, facilitar información referente a los efectos cuadráticos y brindar una estimación de la magnitud del error experimental.

Puntos referentes a la superficie, de la misma distancia del punto central. Este diseño ayuda a localizar los puntos medios de las aristas y el punto central del espacio procesado, como se plasma en la figura numero 5, para el caso de tres factores. Es un diseño rotatable o casi rotatable.



Fuente: GUTIÉRREZ y DE LA VARA, 2008

Figura 5. Estructura del Diseño de Box-Behnken.

III. MATERIALES Y METODOS

3.1. Lugar de ejecución

Esta investigación se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Química de la Universidad Nacional Agraria de la Selva (UNAS), ubicado en la localidad de Tingo María, distrito de Rupa-Rupa, provincia de Leoncio Prado, departamento de Huánuco.

3.1.1. Condiciones del lugar de ejecución

La UNAS geográficamente se encuentra inscrita en la jurisdicción territorial de la ciudad de Tingo María, razón por la cual las condiciones climáticas son similares, presentando una precipitación acumulada anual media de 3400 mm y una temperatura promedio máxima y mínima de 30 °C y 18 °C respectivamente.

3.2. Materiales y equipos

3.2.1. Materiales

- ✓ Fiolas de 1000, 500 y 250 mL
- ✓ Vasos de precipitado de 250, 500 y 1000 mL
- ✓ Matracas de Erlenmeyer de 250 mL
- ✓ Pipetas volumétricas de 1 y 5 mL
- ✓ Probeta de 50 mL
- ✓ Frascos de vidrio de 130 mL
- ✓ Embudos de vidrio de vástago largo
- ✓ Espátula de acero inoxidable

- ✓ Piscetas
- ✓ Papel filtro Whatman N° 40 y N° 1
- ✓ Soporte de madera para embudos
- ✓ Tamiz 160
- ✓ Bolsas plásticas

3.2.2. Material biológico

- ✓ Mesocarpio de Toronja (*Citrus paradisi* var. Marsh) pretratada

3.2.3. Reactivos

- ✓ Solución de NaOH 0.1 M
- ✓ Solución de HCl 0.05 M
- ✓ Solución de HCl 0.1 M
- ✓ Solución de CaCl₂ 0.2 M
- ✓ Solución de PbNO₃ 0.02 N
- ✓ Solución de Plomo (II) a 100,250, y 400 ppm
- ✓ Agua desionizada
- ✓ Solución de Ácido Nítrico 1:1

3.2.4. Equipos

- ✓ Espectrofotómetro de Absorción atómica SpectrAA 55B-VARIAN
- ✓ pH metro Mettler Toledo MP220
- ✓ Agitador magnético
- ✓ Máquina de moler
- ✓ Balanza analítica
- ✓ Refrigeradora Coldex
- ✓ Secadora con viento

3.2.5. Logística para análisis

- ✓ Laptop
- ✓ Software Statgraphics Centurion XVI.I

3.3. Tratamientos y variables en estudio

3.3.1. Tratamientos

En el estudio se evaluó 15 tratamientos, cuyas combinaciones fueron tal como se muestra en el Cuadro 4.

3.3.2. Variables

Las variables que se utilizaron para la experimentación, fueron los siguientes:

Variable dependiente: Biosorción de plomo (II) expresado en mg/g.

Variables independientes: Concentración de plomo (II), pH y peso del mesocarpio de toronja.

3.4. Metodología

3.4.1. Determinación de la capacidad de biosorción

Para determinar la capacidad de biosorción se ha seguido una serie de procedimientos que a continuación se mencionan:

3.4.1.1. Determinación de tratamientos por la Metodología de Superficie de Respuesta

- ✓ Para la definir los tratamientos se utilizó la Metodología de Superficie de Respuesta (MSR), este método permitió evaluar la influencia de la interacción de las variables independientes (VI) en la biosorción de plomo (II), dando como resultado los valores de la VI que permitió maximizar la variable respuesta (VR) (adaptado de SINGH *et al.*, 2010).

- ✓ Dentro de la MRS se aplicó el diseño de Box-Behnken para tres factores; se optó por este diseño porque se cree que la variable respuesta no solo está afectada por los efectos directos de los factores, sino también por la misma interacción de estos; situación que ameritó el uso de un diseño de segundo orden o cuadrática, donde las variables de estudio fueron pH, concentración del ion plomo y el peso del biosorbente, con rangos de 3.0-5.20, 49.24-381.80 ppm y 0.05-0.25 g respectivamente (Adaptado de BOX y BEHNKEN, 1960 y SINGH *et al.*, 2010).
- ✓ Una vez definida los rangos se utilizaron tres niveles para cada factor donde el valor (-1) fue asignado al valor más bajo, (0) al medio y (+1) al más alto, tal como se muestra el Cuadro 3 (GUTIÉRREZ y DE LA VARA, 2008).

Cuadro 3. Niveles de tratamientos y valores codificados de factores.

Variables	Valores para las variables codificadas		
	-1	0	+1
pH	3.0	4.1	5.2
[Pb ppm]	49.24	219.80	381.80
W biosorbente g	0.05	0.15	0.25

[Pb ppm]: Concentración del ion plomo en la solución.

W biosorbente: Peso del biosorbente expresada en gramos.

- ✓ Luego se hicieron las combinaciones de acuerdo a la matriz del diseño de Box-Behnken (Figura 5), obteniendo 15 tratamientos tal como se muestra en el Cuadro 4.

Cuadro 4. Combinaciones de los tratamientos evaluados.

Tratamiento	Variables independientes		
	Peso de biosorbente (g)	Concentración de Pb ⁺² (ppm)	pH
1	0.15	49.24	3.0

2	0.15	49.24	5.20
3	0.15	381.8	3.0
4	0.15	381.8	5.20
5	0.05	49.24	4.10
6	0.05	381.8	4.10
7	0.25	49.24	4.10
8	0.25	381.8	4.10
9	0.05	215.52	3.0
10	0.05	215.52	5.20
11	0.25	215.52	3.0
12	0.25	215.52	5.20
13	0.15	215.52	4.10
14	0.15	215.52	4.10
15	0.15	215.52	4.10

Una vez obtenidos los tratamientos; para la evaluación de estos se procedió a preparar el biosorbente.

3.4.1.2. Pretratamiento del mesocarpio de toronja

3.4.1.2.1. Extracción del mesocarpio

Las toronjas se compraron del mercado Túpac Amaru-Tingo María, cuya procedencia fue del centro poblado Ricardo Palma, ubicado en el distrito de Padre Felipe Luyando. Posteriormente se realizó un lavado externo del fruto, para luego proceder a la separación del epicarpio (parte externa de color amarilla) de la parte blanca esponjosa que conforma su mesocarpio, dicha separación fue realizada con la ayuda de un cuchillo (Adaptado de SOTO, 2009 y TORAB, 2013).

3.4.1.2.2. Preparación de la biomasa

El mesocarpio de toronja se cortó en pequeños trozos y se lavaron tres veces con agua destilada a 60 °C, para no dejar rastros de aceites esenciales y dististas impurezas. Luego se secó en secadora con corriente de aire a la temperatura de 40 °C, después las trituramos con un molino de cuchilla regulado a 2 mm de diámetro finalmente el polvo adquirido se tamizó con un tamiz

de malla 250 μm (TAPIA *et al.*, 2003 y MUÑOS, 2007). Luego se lavó con agua fría tres veces, seguidamente se separó el mesocarpio y se maceró con etanol de 63° por media hora, todo bajo agitación lenta de forma manual, posteriormente se lavó con alcohol de 96° con la finalidad de extraer partículas y polímeros de desecho, y después se secó a 40 °C por 24 horas (MUÑOS, 2007).

3.4.1.2.3. Desmetoxilación de la biomasa

Se colocó toda la biomasa triturada (425 g) y tamizada en 2000 mL en una solución de NaOH 0,2M a una temperatura de 4 °C, manteniéndolo con una agitación manual sucesiva por 2 horas. Después se dejó reposar y se filtró realizando lavados frecuentes con agua destilada para desacer el exceso de NaOH, después se secó en la secadora con corriente de aire a una temperatura de 40 °C por 24 horas (VILLANUEVA, 2006).

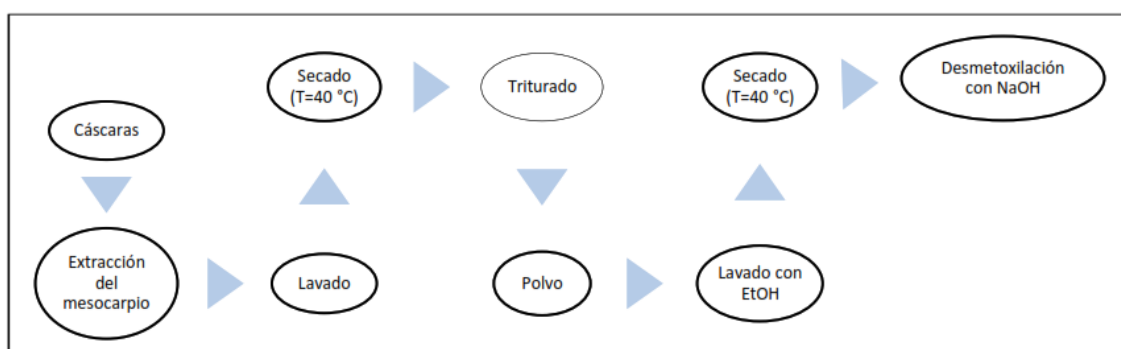


Figura 6. Diagrama de pretratamiento del mesocarpio de toronja y desmetoxilación.

3.4.1.2.4. Reticulación del mesocarpio

Se tomó el mesocarpio desmetoxilado y se puso en 1500 mL de una solución de CaCl_2 0,2M, esto se llevó a un pH 5, regulado con HCl 0.1M; manteniendo la mezcla en agitación constante de 200 rpm aproximadamente (agitador magnético), durante 6 horas y después se dejó reposar por 24 horas, todo esto se llevó a cabo a temperatura ambiente (Adaptado de MUÑOZ, 2007; CARDONA *et al.*, 2013).

Luego del tratamiento con CaCl_2 0,2M se lavó tres veces con agua destilada para eliminar el exceso de cloruro de calcio. Finalmente se filtró con papel filtro N° 40 y se secó en la secadora con corriente de aire a una temperatura de 40 °C por 24 horas, después de esto el biosorbente quedo listo para ser utilizado en el proceso de biosorción (VILLANUEVA, 2006 y MUÑOZ, 2007).



Figura 7. Diagrama de reticulación del mesocarpio de toronja.

3.4.1.3. Evaluación de los tratamientos

Para evaluar el efecto de cada tratamiento se adaptó la metodología de VILLANUEVA (2006) y MUÑOZ (2007), cuyos procedimientos fueron de la siguiente manera:

- a. Se diluyó 645.8611 mg de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en 1 L de agua desionizada (AD), para obtener una Solución madre de Pb (II) a una concentración de 400 ppm, y para obtener las demás concentraciones de 219.80 y 49.24 ppm se hizo por dilución.
- b. Fueron separadas muestras de 25 mL de las soluciones iniciales para almacenarla en refrigeración hasta la lectura en el Espectrofotómetro.
- c. Luego se separó 50 mL de solución en 1 frasco de vidrio de 130 mL, según a la concentración que requería cada tratamiento.
- d. Seguidamente se reguló el pH de la solución adicionando HCl 0.05 M, hasta alcanzar el valor que indicaba cada tratamiento.
- e. Después se pesó el mesocarpio de toronja pretratada según correspondía a cada tratamiento.
- f. Se añadió el biosorbente y la solución con pH regulada en el Matraz Erlenmeyer de 250 mL, luego se llevó al agitador magnético

- g. Se mantuvieron los tratamientos bajo agitación constante promedio a 200 rpm durante 3 horas a temperatura ambiente de 26.0 ± 2 °C, hasta alcanzar el equilibrio del sistema.
- h. Después se filtraron las muestras y se añadió ácido nítrico 1:1 hasta alcanzar un pH<2, para luego ser almacenado en refrigeración a 8 °C (EPA, 1994).
- i. Finalmente se hicieron la lectura de las muestras y de las concentraciones iniciales en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica, para ello se hicieron diluciones de 1:10 y 1:100 para ajustar las concentraciones de Plomo según los rangos de la curva patrón.

3.4.1.4. Cálculo de la capacidad de biosorción

Para calcular la capacidad de biosorción, valor que representa la variable respuesta, se determinó mediante la siguiente relación tomada de BAYO (2012):

$$q = \frac{V(C_0 - C_{eq})}{m} \quad (2)$$

Donde:

q : Capacidad de adsorción ($mg \cdot g^{-1}$)

V : Volumen de la solución (l)

C_0 : Concentración inicial de plomo (ppm)

C_{eq} : Concentración del residual de plomo en equilibrio (ppm)

m : Masa del biosorbente (g)

3.4.2. Obtención del modelo matemático

Una vez obtenidos los datos de la capacidad de biosorción, se evaluó la correlación entre la variable dependiente y las variables independientes. Donde se obtuvo un modelo matemático expresado en función de los términos de un polinomio de segundo orden:

$$\sum_{i=0}^k \beta_i X_i + \sum_{i<j}^k \beta_{ij} X_i X_j + \sum_i^k \beta_{ii} X_i^2 + \epsilon_i \quad (3)$$

Donde Y es la respuesta, X_i las variables, b_0 es el coeficiente constante, b_i , b_{ii} y b_{ij} , son los coeficientes de interacción, lineales y cuadráticos respectivamente que evalúan los efectos de los factores.

Los parámetros de coeficiente de regresión de los polinomios de respuesta fueron estimados por un modelo de regresión lineal múltiple, validado por la prueba de F y un análisis de varianza; el modelo también fue analizado mediante el diagrama de Pareto, diagrama de probabilidad normal de residuales que se realizaron en el software STATGRAPHICS Centurión XVII, con Licencia de prueba. Las gráficas de superficie de respuesta se obtuvieron a partir del polinomio generado (Adaptado de JARAMILLO *et al.*, 2013).

3.4.3. Maximización de la biosorción

Para maximizar la biosorción, se simuló en el software estadístico Statgraphics Centurion XVI.I, para obtener las condiciones óptimas de operación a través del modelo matemático; una vez obtenido la combinación de las variables independientes, se procedió a verificar mediante experimentación si es que estas condiciones de las variables independientes, daban el mismo valor de la variable respuesta tal como resultaba la simulación; si es que el estimado era cercano al valor obtenido, entonces el modelo representaba correctamente los datos y con ella se logró la optimización (Adaptado de VARALA *et al.*, 2016).

IV. RESULTADOS

4.1. Determinación de la capacidad de biosorción de Pb^{+2}

El tratamiento con mayor capacidad de biosorción dentro del proceso fue el T7, con una adsorción promedio de 201,887 mg de Pb^{+2} /g de biosorbente (Cuadro 5).

Cuadro 5. Concentraciones de equilibrio y capacidad de biosorción.

Trat.	Concentración final de Pb^{+2} (mg/L)			Biosorción de Pb^{+2} (mg/g)			
	R1	R2	R3	R1	R2	R3	Promedio
T1	21.100	19.720	13.550	72.140	72.416	73.650	72.735
T2	23.390	10.590	4.003	39.282	41.842	43.159	41.428
T3	8.710	5.930	5.630	40.530	43.310	43.610	42.483
T4	6.580	7.400	9.480	14.220	13.947	13.253	13.807
T5	0.872	0.623	1.320	16.123	16.206	15.973	16.101
T6	50.680	33.580	32.310	110.373	116.073	116.497	114.314
T7	16.750	12.830	24.160	203.050	206.970	195.640	201.887
T8	9.290	17.540	21.200	70.170	67.420	66.200	67.930
T9	207.300	192.600	320.200	174.500	189.200	61.600	181.850
T10	165.400	173.700	168.900	54.400	46.100	50.900	50.467
T11	143.300	67.450	58.570	25.500	50.783	53.743	52.263
T12	17.060	33.120	25.290	67.580	62.227	64.837	64.881
T13	52.790	65.970	52.720	109.670	105.277	109.693	108.213
T14	2.031	5.100	7.220	9.442	8.828	8.404	8.891
T15	15.090	22.250	17.840	40.942	39.510	40.392	40.281

R1, R2 y R3 son las repeticiones de los tratamientos.

El proceso de biosorción estuvo determinada por el comportamiento de las variables independientes (Figura 8). La variable respuesta estuvo

favorecida cuando se tenía altas concentraciones de Pb^{+2} , bajos valores pH y peso de biosorbente.

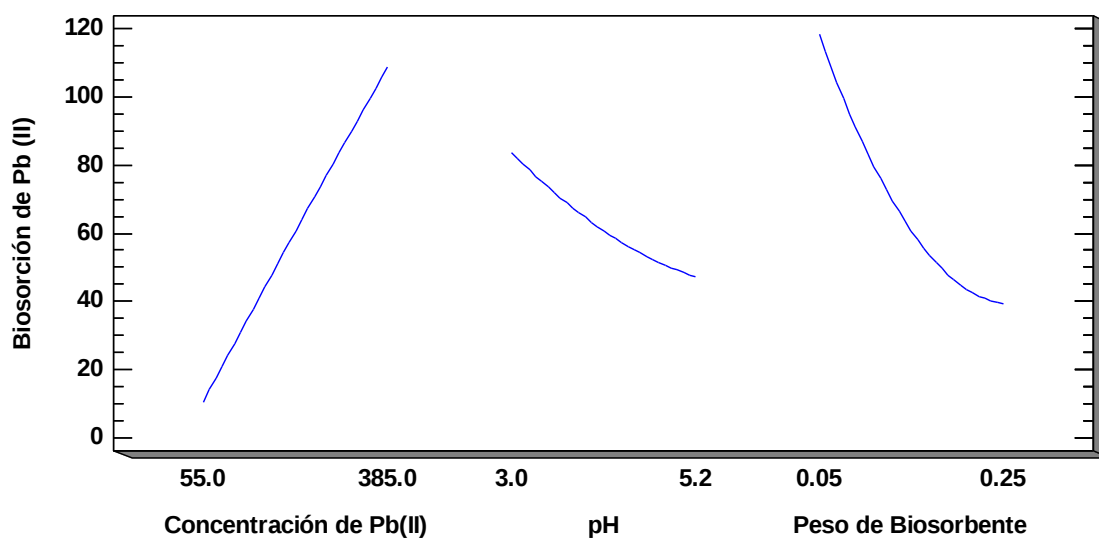


Figura 8. Comportamiento de las variables independientes en el proceso.

4.2. Modelo matemático del proceso de biosorción de Pb^{+2}

Para definir el modelo matemático es necesario conocer cómo se comportan estadísticamente cada factor e interacción del modelo, estos se plasman en los cuadros siguientes:

Cuadro 6. Efecto, desviación estándar y coeficientes de los factores e interacciones.

Fuente	Efecto	Error Estd.	Coeficiente
Promedio	60.7548	4.21607	410.673
A:Concentración de Pb(II)	98.0852	5.14723	0.448829
B:pH	-36.5714	5.1648	-102.547
C:Peso de Biosorbente	-78.8718	5.1648	-2108.12
AA	-2.03512	7.49041	-3.7376E-05
AB	3.18027	7.24526	0.00876108
AC	-37.6367	7.24526	-1.14051
BB	9.43942	7.60087	3.90059

BC	76.2835	7.30268	346.743
CC	36.2014	7.60087	1810.07

Cuadro 7. Análisis de varianza de los factores e interacciones del modelo.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Concentración de Pb (II)	19365.3	1	19365.3	363.13	0.0027
B:pH	2673.88	1	2673.88	50.14	0.0194
C:Peso de Biosorbente	12436.6	1	12436.6	233.2	0.0043
AA	3.9367	1	3.9367	0.07	0.8113
AB	10.2751	1	10.2751	0.19	0.7036
AC	1439.06	1	1439.06	26.98	0.0351
BB	82.2485	1	82.2485	1.54	0.3402
BC	5819.17	1	5819.17	109.12	0.009
CC	1209.73	1	1209.73	22.68	0.0414
Residuo	3180.038	5	1077.789		
Falta de ajuste	3073.38	3	1024.46	19.21	0.0499
Error puro	106.658	2	53.3291		
Total (corr.)	46297.6	14			

$R^2 = 93.1313 \%$ R^2 (ajustada) = 80.7677 %

Se ve que los principales factores, como las interacciones AC, BC y CC, son significativas en cuanto al nivel de confianza del 95% ($p < 0,05$). Además, el modelo ajustado muestra un coeficiente de correlación $R^2 = 80,77 \%$. De esta manera, se confirma que el modelo para el diseño de superficie de Box-Behnken presenta una pequeña curvatura, debida, en su mayor parte, al aporte significativo del efecto del término cuadrático CC. También se puede ver que la prueba de Falta de ajuste no es significativa ($p = 0,0499$), indicando que el modelo no ajusta los datos de manera adecuada.

Con la finalidad de determinar cada factor y su interacción, en la Figura 9, se encuentra la gráfica de probabilidad normal de los efectos estandarizados para la biosorción.

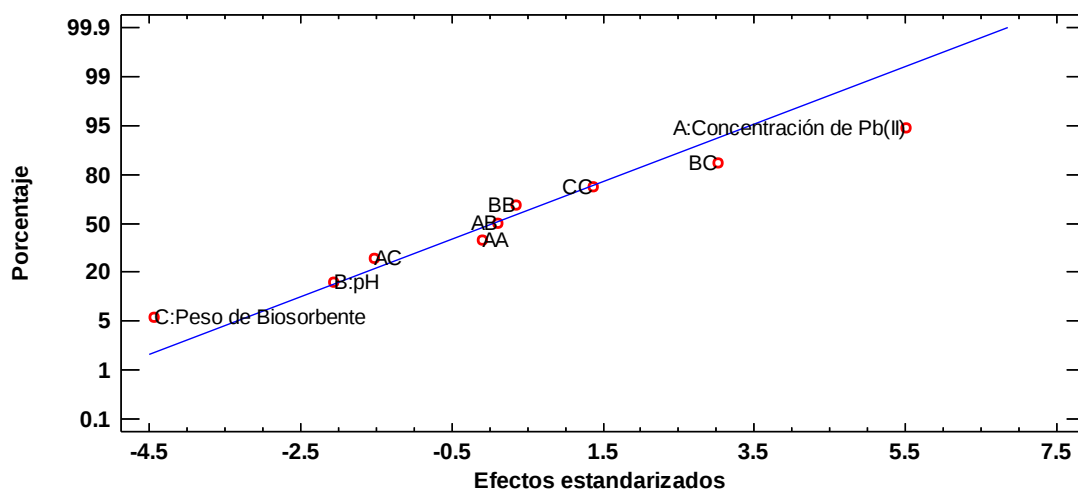


Figura 9. Probabilidad normal de los efectos estandarizados.

Esta puede dividirse en dos regiones, la región debajo del 50 %, donde los factores y sus interacciones presentan coeficientes negativos (B, C, A^2 y AC) y la región sobre el 50 % donde los factores presentan coeficientes positivos (AB, B^2 , C^2 , BC y A). Los factores e interacciones que están alejados de la línea son significativos, en cuanto a los que están sobre la línea no son significativos. Los valores positivos de los efectos indican una relación directa proporcional entre la variable respuesta y el efecto que se incrementa; y sucediendo lo contrario con los valores negativos de los efectos.

El diagrama de Pareto de efectos muestra la magnitud e importancia del efecto (Biosorción de Pb), para ello la línea de referencia trazada representa el valor absoluto de los efectos; cualquier efecto que se extienda más allá de esta línea de referencia es potencialmente importante. Por lo tanto, en esta Figura se muestra que los términos A, C, BC, B, AC y la relación CC tienen un efecto significativo ($\alpha=0,05$) en la variable respuesta del modelo y asimismo muestra que la variable con mayor efecto sobre la biosorción es la concentración de Pb^{+2} .

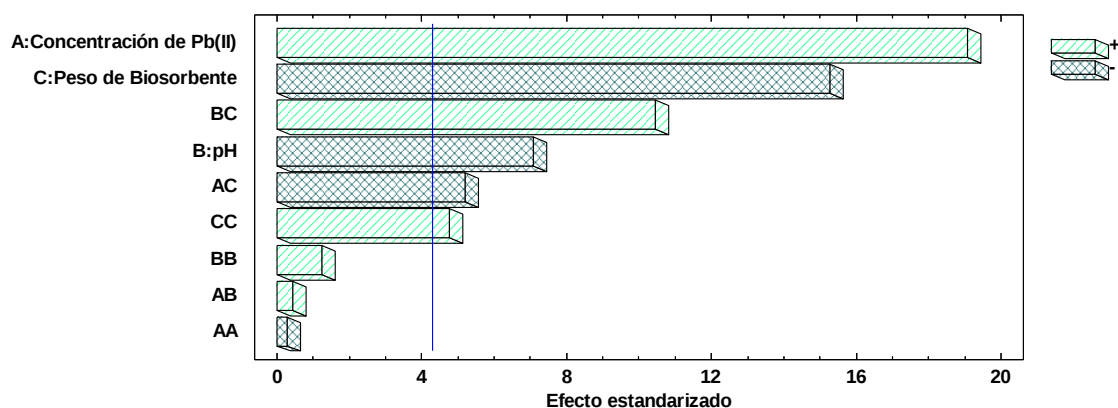


Figura 10. Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados con $p=0,05$.

En la Figura 11, se evidencia la muestra de la asignación de los valores residuales, los cuales son considerados la diferencia entre los valores ajustados (modelo) y los valores observados (experimentales). También se observa que los residuos siguen una distribución normal, en la que la mitad toma valores positivos (sobre el 50%) y la otra mitad toma valores negativos (bajo el 50 %). También, se aprecia una ligera desviación en los extremos para los valores del modelo.

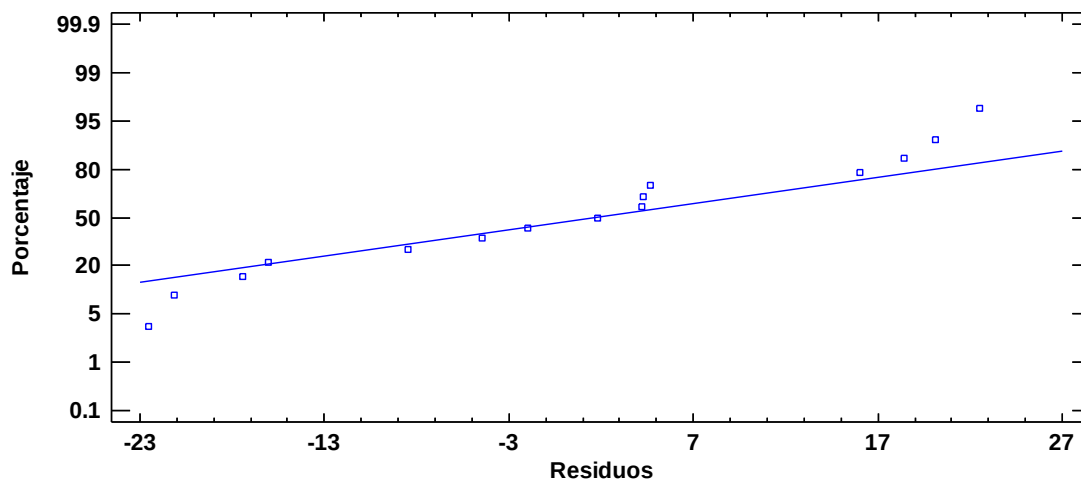


Figura 11. Probabilidad Normal de los residuos.

La Figura 12 muestra la trama tridimensional de superficie para la biosorción de plomo como una función del pH y del peso del biosorbente. Se aprecia que el pH y peso del biosorbente tienen un efecto negativo cuando estos

aumentan y su influencia es relativamente menor que la observada por la variable A.

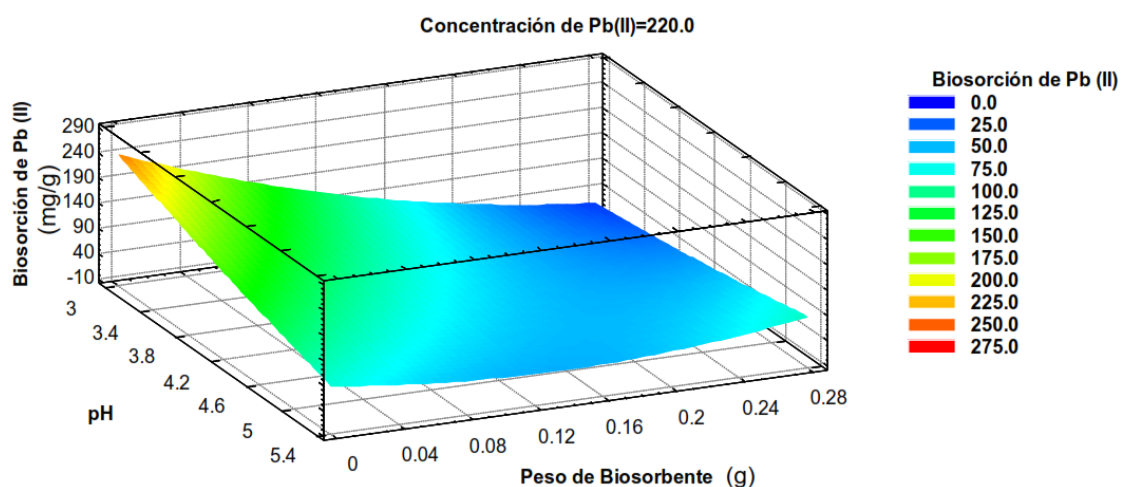


Figura 12. Diagrama tridimensional de superficie para la biosorción de Pb (II) usando mesocarpio de toronja.

La biosorción de plomo usando mesocarpio de toronja se ajusta a la Ecuación (4) obtenida por el diseño estadístico. Utilizando este modelo, se puede alcanzar una biosorción máxima promedio de 241,945 mg/g bajo las condiciones analizadas.

A: Concentración de Pb (ppm)

B: pH

C: Peso de biosorbente (g)

$$\begin{aligned} \text{Biosorción de Pb (II)} = & 410.673 + 0.448*A - 102.547*B - 2108.12*C - 0.000037*A^2 \\ & + 0.0087*A*B - 1.140*A*C + 3.900*B^2 + 346.743*B*C \\ & + 1810.07*C^2 \end{aligned} \quad (4)$$

Donde los valores de las variables son detallados en sus unidades originales. La anterior ecuación es válida para los rangos analizados de las variables independientes y a una velocidad promedio de agitación de 200 rpm.

4.3. Maximización de la biosorción

El Cuadro 8 se aprecia la composición de los niveles de los factores, que maximizan la biosorción de plomo sobre la región indicada, teniendo como meta: maximizar biosorción de Pb (II), el valor óptimo sería 241,945 mg/g.

Cuadro 8. Valor óptimo para maximizar la biosorción.

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Concentración de Pb	49.24	381.8	379.922
pH	3.0	5.2	3.01316
Peso de biosorbente	0.05	0.25	0.0501778

La diferencia de valor entre el estimado y el observado es de +1,2, esta diferencia demuestra la imprecisión de ajustar las variables independientes a los valores propuestos para la optimización, además el óptimo de biosorción indica que se podía llegar más o menos que este valor (Cuadro 9).

Cuadro 9. Verificación del valor óptimo.

Variable	Valor estimado	Valor observado
Biosorción de Pb (II) mg/g	241.945	243.145

El modelo matemático permite predecir superficie de respuestas en función del comportamiento de las variables independientes, dentro del rango trabajado para cada una de ellas, tal como muestra la Figura 12, la superficie donde la respuesta se puede maximizar en función del valor óptimo de la concentración de plomo.

V. DISCUSIÓN

La capacidad de biosorción de Pb (II) con mesocarpio de toronja es una propiedad que tiene el biosorbente por su contenido de pectina, la diferencia con los otros biosorbentes está en la cantidad que cada uno adsorbe, esta variación se ve influenciado por el manejo del cultivo de la fruta, ya que esto influye en la cantidad y calidad de pectina en las diferentes partes de la planta (BRAVERMAN, 1977). En el estudio se tuvo una capacidad promedio de biosorción de 201.88 mg/g (Cuadro 5), cantidad superior respecto a lo que reporta GARCIA *et al.*, (2011). Esta capacidad de biosorción se le atribuye por el pre tratamiento del mesocarpio y por las condiciones de operación de la solución acuosa.

Sin el pre tratamiento del biosorbente el valor de biosorción obtenido no hubiera sido posible, ya que este ayuda a disminuir el grado de metoxilación, proceso que aumenta la presencia de grupos carboxilos en la pared celular del biosorbente, siendo estos grupos responsables de la adsorción de iones metálicos (BALARIA y SCHIEWER, 2008); los bajos valores de biosorción alcanzado se puede ver en el estudio de BAYO (2012), quien obtuvo una biosorción cerca de 12 mg/g, removiendo Pb (II) con toronja sin tratamiento, esto demuestra que el pre tratamiento del biosorbente aumenta la capacidad de biosorción de iones metálicos.

Así mismo, las características fisicoquímicas de la solución acuosa de Pb^{+2} también influyeron en la capacidad de biosorción, siendo las de mayor influencia las variables independientes estudiadas; donde la variable más influyente del proceso de biosorción fue la concentración de Pb^{+2} , seguido por el peso del biosorbente y la interacción del peso y pH (Figura 10), resultado

contradictorio frente a los estudios de MUÑOZ (2007) y GARCES y COAVAS (2012), quienes obtuvieron que el pH (4-5) es el factor dominante en el proceso de biosorción, este poder dominante se debe que a valores bajos de pH existe una gran cantidad de iones hidronio H_3O^+ las cuales compiten con el Pb^{+2} por los sitios activos del biosorbente (VILLANUEVA y TAPIA, 2005), y a valores de $pH > 5$ el plomo precipita (GARCIA *et al.*, 2011), por lo que el manejo de un pH adecuado permitirá maximizar la biosorción. La dominancia de la concentración de plomo en el proceso no tiene una explicación científica, ya que este no condiciona a las demás variables, siendo el único motivo la relación directamente proporcional (Figura 8) entre la biosorción y la concentración de Pb^{+2} , resultado obtenido por SCHIEWER y BALARIA (2009), cada que aumentaba la concentración de iones, si es que tenía el peso adecuado de biosorbente, la biosorción también aumentaba, además la concentración de Pb^{+2} solamente puede producir saturación en el sistema; en realidad el factor dominante fue el pH, sino que su efecto estuvo enmascarado por los iones de Ca^{+2} desplazados del biosorbente al momento de adsorción del Pb^{+2} , esto fue comprobado por YUVARAJA *et al.* (2014), quien mediante un análisis de microscopia electrónica de barrido al biosorbente antes y después de la biosorción, descubrió que los iones Ca^{+2} después del proceso ya no estaban presente en el biosorbente sino que se encontraban en la solución acuosa, ya sea en su forma libre o formando otro compuesto; por lo tanto en el estudio, este desprendimiento de iones de Ca^{+2} provocó un aumento del pH de la solución y por consiguiente favoreció a los tratamientos cuyos pH inicial fueron los más bajos, de modo que fueron aumentando hasta alcanzar el rango óptimo (4-5) y pudiera darse la adsorción sin interferencia; por otro lado los tratamientos que iniciaron con pH altos no tuvieron buenos resultados porque aumento el pH y condujo a la precipitación de los iones de Pb^{+2} .

Por último, la capacidad de biosorción pudo verse afectado por otras variables no controladas, tales como la temperatura, ya que en el estudio hubo un aumento de 4-5 °C debido al calentamiento del agitador, por lo que este

aumento pudo afectar a la estructura del biosorbente, tal como menciona WEPPEN y HORNBURGUG (1995), que la temperatura tiene diferente efecto según al sitio activo del biosorbente. Por otro lado, TEJADA *et al* (2015), menciona que no únicamente el pH tiene influencia en el proceso de biosorción, sino también el tamaño de partícula y la presencia de otros iones metálicos; del mismo modo la interacción de los factores, la especie química que contiene el metal y de la selectividad del biosorbente (CARDONA *et al.*, 2013). Y finalmente, se observa que el biosorbente es eficiente, porque aun teniendo contenido de iones de Pb^{+2} en sus paredes (Figura 31), pudo alcanzar remociones de hasta 98 %.

La aceptabilidad de un modelo se mide de acuerdo al valor que toma el coeficiente de determinación (R^2), valor que demuestra la proporción de variación de la respuesta que es explicada por las variables independientes, en el estudio el valor del mismo fue $R^2=93.13$ % (Cuadro 7), valor que indica que hay alto ajuste de los datos hacía el modelo, asimismo el R^2 ajustado cuyo valor es 80.76 %, valor que permite comparar el modelo con el estudio de SINGH *et al.* (2010), quien obtuvo un R^2 ajustado = 96.99 % en biosorción de plomo (II) utilizando como biosorbente a *Trichoderma viride* con 4 variables independientes, la diferencia del valores en R^2 ajustado se debe al número de factores utilizados, tal como menciona MARTINEZ (2005), el número de variables explicativas condicionan el valor de R^2 , mientras más variables tenga el modelo el valor de R^2 será cercano a 1. También esta diferencia se ve influenciada por la existencia de términos del modelo cuyos coeficientes con valores bajos y negativos, y además por considerar dos términos cuadráticos que no son significativos en el modelo, pero esto se podría mejorar si se quitaran estos términos de menos influencia, solo que se alteraría la estructura del modelo original del diseño utilizado. En el modelo también se tuvo una prueba de falta de ajuste no significativo, demostrando que los datos no están representados correctamente por el modelo cuadrático del diseño de Box-Behnken, sino que

podría haber otro diseño que puede ser cuadrático o lineal con un modelo que ajuste mejor los datos y además pueda dar valor de R^2 cercano al 1.

Según el rango estudiado de las variables independientes, la optimización, cuyo objetivo es maximizar la biosorción con un valor de 241.945 mg/g (Cuadro 9), valor que no se alcanzó con exactitud, sino que hubo una pequeña variación que estuvo influenciado por la imprecisión de alcanzar los valores óptimos de las variables a la hora de experimentar y por el mismo error que el modelo presenta, pero aun así se ha llegado cerca de la región óptima, tal como muestra la gráfica de superficie (Figura 12) el valor óptimo está cerca del pico, lo cual indica que si se amplía el rango de estudio se puede obtener valores más altos para la biosorción, demostrando que no ha sido un criterio apropiado tomar estudios previos para definir los rangos de estudio ya que cada materia prima (mesocarpio de toronja) varia su composición de acuerdo a mucho factores.

VI. CONCLUSIONES

El estudio indica que el mesocarpio de toronja (cuya composición contiene pectina) tratada por el método utilizado en este trabajo, le da una buena capacidad de biosorción, a pesar del contenido de plomo que se encontró en el mesocarpio, por lo que podría ser indicado para su utilización como biosorbente en procesos de depuración de efluentes acuosos.

El análisis estadístico del modelo matemático de segundo orden del proceso de biosorción de Pb (II) con mesocarpio de toronja, ajusta los datos correctamente con un $R^2=93.13$ % y una prueba de falta de ajuste no significativa para $\alpha=5\%$ de confianza, indicando que un modelo diferente al cuadrático puede representar mejor el proceso de biosorción.

La maximización de la biosorción fue exitosa, debido a que el modelo matemático permitió hallar la configuración que maximice la biosorción dentro de los rangos estudiados de las variables independientes, mostrando un valor máximo para la capacidad de biosorción de 241.945 mg/g, con una desviación de +1.2 entre el valor predicho y el valor observado.

VII. RECOMENDACIONES

Aprovechar la abundancia de residuos de la industria cítrica para producir biosorbentes y sean usados en el tratamiento de agua de efluentes industriales.

Utilizar otra alternativa de método fisicoquímico para el pre tratamiento de la biomasa muerta, con la finalidad de aumentar la capacidad de biosorción.

Utilizar métodos de extracción de pectina para cítricos, y sean utilizados estos como biosorbentes con mejoras en el proceso de reticulación.

Investigar referente a otros métodos de reticulación o entrecruzamiento para el proceso de adsorción e intercambio iónico.

Investigar referente a la selectividad del biosorbente en una mezcla de iones metálicos.

Utilizar otros métodos de la Metodología de Superficie de Respuesta para la optimización de la biosorción.

Realizar estudios sobre la cinética del proceso de biosorción con mesocarpio de toronja.

Investigar otras fuentes biológicas con contenido de pectina y hacer un estudio comparativo de resultados.

Investigar sobre técnicas de liberación y recuperación del metal capturado por el biosorbente.

Realizar estudios en flujo continuo en columnas de lecho fijo, para evaluar la factibilidad de la aplicación del material en este tipo de sistema

VIII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGUSTI, M. 2003. Citricultura; Anatomía de los cítricos. 2 ed. España, Mundi-Prensa. p. 61-81. [En línea]: Google, (<https://books.google.com.pe/books?id=YR9fAwAAQBAJ&pg=PA65&dq=anatomia+de+citricos&hl=es-419&sa=X&ved=0ahUKEwifL7Ejb7WAhXFSyYKH7-BD8Q6AEIQzAG#v=onepage&q=anatomia%20de%20citricos&f=false>, books, 24 Jul. 2017).
- ALE, N., GARCÍA, V., YIPMANTIN, A., GUZMÁN, E., MALDONADO, H. 2015. Estudio de la cinética de biosorción de plomo (II) en alga *Ascophyllum Nodosum*. Rev. Soc. Quím. Perú, Lima. 81(3):212-223. [En línea]: Redalyc, (www.redalyc.com/articulo.oa?id=371943526003SL, artículo, 28 Mar. 2017).
- ALE, N.; GARCIA, V.; YIPMANTIN, A.; GUZMAN, E.; MALDONADO, H. 2015. Equilibrio de biosorción de plomo (II) y caracterización mediante FT-IR y SEM-EDAX en alga *Ascophyllum Nodosum*. Rev. Soc. Quím. Perú, Lima. 81(3):242-253. [En línea]: Scielo Perú, (<http://www.scielo.org.pe/scielo.php>, Artículo, 28 Mar. 2016).
- ALESSIO, L., FOA, V. 1983. Human biological monitoring of industrial chemicals series. Luxembourg, Commission of the European Communities. [En línea]: s/d, (<https://core.ac.uk/download/files>, 26 Mar. 2016).
- ANTONY, J. 2014. Fundamentals of Design of Experiments. In Design of Experiments for Engineers and Scientists. Second Edition. Elsevier, Oxford. p. 7-17. [En línea]: ScienceDirect, ([http:](http://)

[//www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008099417800002X](http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008099417800002X),
book, 08 Feb. 2017).

AREVALO, N., GALAN, L., HERNANDEZ, C., SALAZAR, R. 2003. Procedimiento para remover metales pesados y sólidos, mediante el acomplejamiento de polielectrolitos biodegradables (pectina y quitosan). [En línea]: Google Patents (<http://www.google.com/patents/WO2003099729A1?cl=es>, Patents, 08 Feb. 2017).

BAILEY, S., OLIN, T., BRICKA, R. y ADRIAN, D. 1999. A Review of Potentially Low-Cost Sorbents for Heavy Metal will. Elsevier Science. Gran Bretaña. 33(11):2469-2479. [En línea]: Wat. Res., (<https://www.researchgate.net/publication>, artículo, 26 Mar. 2016).

BALARIA, A., SCHIEWER, S. 2008. Assessment of biosorption mechanism for Pb binding by citrus pectin. Sep. Purif. Technol., EE.UU. 63(77):577-581. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1383586608002645>, article, 8 Mar. 2017).

BAYO, J. 2012. Kinetic studies for Cd (II) biosorption from treated urban effluents by native grapefruit biomass (Citrus paradisi L.): The competitive effect of Pb (II), Cu (II) and Ni (II). Chemical Engineering Journal. Cartagena, España. 191(33):278-287. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894712003592>, journal, 8 Mar. 2017).

BHATNAGAR, A., SILLANPAA, M., KROWIAK, A. 2015. Agricultural “waste peels” as versatile biomass for water purification – A Review. Chem. Eng. J., Finlandia. 270(s/n): 244-271. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894715001746>, article, 20 Ene. 2017).

- BOADA, P. 2015. Estudio del proceso de biosorción de contaminantes en efluentes acuáticos mediante cilantro (*Coriandrum sativum*). Tesis Ing. Química. Quito, Ecuador. Universidad Central del Ecuador. 133 p.
- BOX, G., HUNTER, J., HUNTER, W. 2008. Estadística para investigadores: Diseño, innovación y descubrimiento. Trad. por Ernesto Barrios. 2 ed. Barcelona, España, Reverte. 600 p.
- BOX, G., BEHNKEN, D. 1960. Some new three level designs for the study of quantitative variables. *Technometrics*, Wisconsin, EE.UU. 2(4): 455-475. [En línea]: Jstor, (https://www.jstor.org/stable/1266454?seq=1#page_scan_tab_contents, journal, 20 May. 2016).
- BRAVERMAN, J. 1977. Introducción a la bioquímica de los alimentos. Barcelona: Omega. s/d.
- BRIERLEY, J., BRIERLEY, C. 1987. Treatment of Microorganisms with Alkaline solution to Enhance Metal Uptake Properties. U.S. Patent 4. 690, 874. [En línea]: Google patents, (<http://www.google.com/patents>, patents, 29 Mar. 2016).
- CAÑIZARES, R. 2000. Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana. *Rev. Lat. Microbiología*, San Pedro Zacatenco, México. 42(3):131-143. [En línea]: Medigraphic, (<http://new.medigraphic.com/cgi-bin/resumen.cgi?IDARTICULO=10632>, artículo, 12 Dic. 2016).
- CARDONA, A., CABAÑAS, D., ZEPEDA, A. 2013. Evaluación de poder biosorbente de cáscara de naranja para la eliminación de metales pesados, Pb (II) y Zn (II). *Rev. Aca. Ing., Mérida, México*. 17(1):1-9. [En línea]: Redalyc, (<http://www.redalyc.org/articulo>, artículo, 18 ene. 2017).
- CASTELLAN, G. 1987. Fisicoquímica. 2^{da} Edición, Addison Wesley Iberoamericana, USA, p. 452-458.

- DARGHAN; E., SINHA, S., GOITIA, A. 2011. Score Test para el efecto del coeficiente de solapamiento en modelos de superficies de respuesta de primer y segundo orden. DYNA Rev. Fac. Nac. Minas, Medellin, Colombia. 78(165): 234-245. [En línea]: Scielo, (<http://www.scielo.org.co/scielo.php>, Artículo, 08 Feb. 2017).
- DEL CASTILLO, S. Panorama mundial de los cítricos, y los mercados emergentes y perspectiva de la citricultura peruana. *In: Seminario Internacional de Cítricos* (9., 2016, Lima). 2016. ProCitrus. Lima. 23 p.
- DRONNET, V. THIBAUT, J. 1997. Binding of divalent metal cations by sugarbeet pulp. American Chemical Society. Ser. 250, 34:73-82.
- EPA (Environmental Protection Agency, EE.UU). 1994. Method 200.8: Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry. [En línea]: (<https://www.epa.gov/homeland-security-research>, 30 Mar. 2016).
- ERÓSTEGUI, C. 2009. Contaminación por metales pesados. Rev. Cient. Cienc. Méd., Cochabamba, Bolivia. 12(1):45-46. [En línea]: Scielo Bolivia, (http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1817-74332009000100013, artículo, 12 Jun. 2017).
- FIGUEROA, G. Optimización de una superficie de respuesta utilizando JMP IN. *In: XIII Semana Regional de Investigación y Docencia en Matemáticas* (3., 2003, Sonora, México). 2003. Memorias, Sonora, Universidad de Sonora. p. 17-23. [En línea]: Semana mat., (<http://semana.mat.uson.mx/MemoriasXVII/XIII/indice.htm>, memorias, 28 Mar. 2016).
- FOUREST, E., SERRE, A. 1996. Contribution of carboxyl groups to heavy metal binding sites in fungal wall. Toxicol. Environmet. Chem., Montreal, Canada. 54:1-10. [En línea]: Taylor Francis Online, (<http://www.tandfonline.com>, journal, 29 Mar. 2016).
- GARCIA, V.; YIPMANTIN, A.; GUZMAN, E.; PUMANCHAGUA, R.; MALDONADO, H. 2011. Estudio de la cinética de biosorción de iones

- plomo en pectina reticulada proveniente de cáscaras de cítricos. Rev. Soc. Quím. Perú, Lima. 77(3):173-181. [En línea]: Scielo Perú, (<http://www.scielo.org.pe/scielo.php>, Artículo, 28 Mar. 2016).
- GLASSTONE, S., LAIDLER, K., EYRING, H. 1941. The theory of rate processes: the kinetics of chemical reactions, viscosity, diffusion and electrochemical phenomena. 1 ed. New York, USA, McGraw-Hill. 622 p.
- GEILFUS, F. 1994. El árbol al servicio del agricultor. *In*: La toronja. Ed. por F. Geilfus. Turrialba, Costa Rica, s/d. p. 299-301. [En línea]: Google, (<https://books.google.com.pe/books?id=xCMOAQAAIAAJ&pg=PA299&dq=la+toronja&hl=es-419&sa=X&ved=0ahUKEwjkgOeb3dTVAhUKgiYKHfYsCmYQ6AEIJTAA#v=onepage&q=la%20toronja&f=false>, books, 24 Jul. 2017).
- GUTIÉRREZ, H., DE LA VARA, R. 2008. Análisis y diseño de experimentos. 2 ed. México, Mc Graw-Hill. 564 p. [En línea]: biblioteca soymecadologo, (<http://biblioteca.soymercadorologo.com/wp-content/uploads/2016/05/Análisis-y-Diseño-de-Experimentos-2ed-Gutiérrez-Pulido.pdf>, libro, 15 May. 2016).
- HANG, A., SMIDSRØD, O. 1970. Selectivity of Some Anionic Polymers for Divalent Metal Ions. Acta Chem. Scand. Trondheim, Noruega. 24(3):843-854. [En línea]: Acta Chem. Scand., (www.actachemscand.org, conferencia, 30 Mar. 2016).
- HIRST, J. 1988. The chemistry of pectis materials and advances carbohydrate chemistry. New Jersey: Franklin Publishing. s/d.
- HO, Y., MCKAY, G. 2000. The kinetics of sorption of divalent metal ions onto sphagnum moss peat. Water Research, Kowloon, Hong Kong. 34(3):735-742. [En línea]: ResearchGate, (<https://www.researchgate.net/publication>, article, 29 Mar. 2016).
- HORMAZA, A., SUAREZ, E. 2009. Estudio del proceso de biosorción de dos colorantes estructuralmente diferentes sobre residuos avícolas. Rev. Soc.

- Quím. Perú, Lima. 75(3):329-338. [En línea]: Scielo Perú, (<http://www.scielo.org.pe/scielo.php>, artículo, 29 Mar. 2016).
- INEI. 2014. Compendio estadístico agrario. s/d. [En línea]: INEI, (https://www.inei.gob.pe/media/MenuRecursivo/publicaciones_digitales/Est/Lib1173/cap12/cap12.pdf, publicaciones, 20 Ene. 2017).
- IZQUIERDO, M. 2010. Eliminación de metales pesados en aguas mediante bioadsorción. Evaluación de materiales y modelación del proceso. Tesis Doctoral. Valencia, España. Universidad de Valencia. 352 p.
- JARAMILLO, A., ECHEVARRÍA, A., HORMAZA, A. 2013. Diseño Box-Behnken para la optimización de la adsorción del colorante azul ácido sobre residuos de flores. Ing. Cienc., Medellin, Colombia. 9(18): 75-91. [En línea]: redalyc, (<http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=83529050005>, artículo, 02 Feb. 2017).
- JONA, R., GOREN, R., MARMORA, M. 1989. Effect of gibberellin on cell-wall components of creasing peel in mature 'Valencia' orange. Scientia Horticulturae, Turin – Italia. 39(13):105-115. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article>, article, 18 Ene. 2017).
- KIRCHMER, C. 1986. Polímeros naturales y su aplicación como ayudantes de filtración. CEPIS/OPS. Documento técnico N° 11. 35 p. [En línea]: bvsde, (<http://www.bvsde.paho.org>, cd, 29 Mar. 2016).
- KOTRBA, P., MACKOVA, M., URBÁNEK, V. 2011. Microbial Biosorption of Metals. *In*: Microbial Biosorption of Metals-General Introduction. Ed. Por P. Kotrba. Praga, República Checa, Springer Netherlands. p. 1-6.
- KUYUCAK, N., VOLESKY, B. 1989. Accumulation of cobalt by marine alga. Biotechnology and Bioengineering, Montreal, Canada. 33(7):809-814. [En línea]: Wiley onlinelibrary, (<http://www.dx.doi.org/10.1002/bit.260330703>, Journals, 06 Feb. 2017).
- McCABE, W., SMITH, J., HARRIOT, P. 1991. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. 4 ed. Madrid, España, McGraw-Hill. 798 p.

- MESTANZA, M. 2012. Estudio de materiales adsorbentes para el tratamiento de aguas contaminadas con colorantes. Memoria para optar al grado de doctor. Madrid, España. Universidad Complutense de Madrid. 318 p.
- MINAMISAWA, M., MINASAWA, H., YOSHIDA, S., TAKAY, N. 2004. Adsorption behavior of heavy metals on biomaterials. J. Agric. Food Chem., Japon. 52(18): 5606–5611. [En línea]: ACS Publications, (<http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jf0496402>, article, 25 Mar. 2016)
- MORAWETZ, H. 1975. Macromolecules in Solution. 2^{da} ed., Edit John Wiley & Sons, Inc. New York. Pág. 256-279.
- MUÑOZ, J. 2007. Biosorción de plomo (II) por cáscara de naranja "*Citrus cinensis*" pretratada. Tesis de Ing. Química. Lima, Perú. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 82 p.
- MUÑOZ, M., CARRILLO, A. 2007. Remoción de metales pesados en aguas residuales utilizando una macrófita acuática (*Eleocharis acicularis*) muerta. Tesis de maestría inédita. Querétaro, México. Universidad Autónoma de Querétaro.
- NAVA, C., MÉNDEZ, M. 2011. Efectos neurotóxicos de metales pesados (cadmio, plomo, arsénico y talio). Arch. Neurocién., México. 16(3): 140-147. [En línea]: Medigraphic, (<http://new.medigraphic.com/cgi-bin/resumen.cgi?IDARTICULO=32546>, artículo, 20 Mar. 2016).
- ORE, F., LAVADO, C., BENDEZU, S. 2015. Biosorción de Pb (II) de aguas residuales de mina usando el marlo de maíz (*Zea mays*). Rev. Soc. Quím. Perú, Lima. 81(2):122-134. [En línea]: Scielo Perú, (<http://www.scielo.org.pe/scielo.php>, artículo, 28 Mar. 2016).
- PINZÓN, M.; VERA, L. 2009. Modelamiento de la cinética de bioadsorción de Cr (III) usando cáscara de naranja. DYNA, Medellín, Colombia. 76(160):95-106. [En línea]: Redalyc, (www.redalyc.com/articulo.oa?id=49612068033SL, artículo, 8 Mar. 2017).

- REZAEI, H. 2016. Biosorption of chromium by using *Spirulina* sp. Arab. J. Chem., Iran. 9(97): 846-853. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S187853521300378X>, article, 28 Mar. 2016).
- SAMAL, K., DAS, C., MOHANTY, K. 2016. Development of hybrid membrane process for Pb bearing wastewater treatment. J. Water Process Eng., India. 10(4): 30-38. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221471441630023X>, article, 20 Mar. 2016).
- SCHIEWER, S., BALARIA, A. 2009. Biosorption of Pb^{2+} by original and protonated citrus peels: Equilibrium, kinetics, and mechanism. Chem. Eng. J., EE.UU. 146(33):211-219. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894708003264>, article, 08 Mar. 2017).
- SCHIEWER, S.; WONG, H. 1999. Metal binding Stoichiometry and Isotherm choice in biosorption. Environmental Science and Technology. s/d. 33(s/n):3821-3828.
- SCHIEWER, S. 1996. Multi-metal ion Exchange in biosorption. Ph.D. Thesis. Montreal, Canadá. McGill University. 197 p.
- SEKI, H.; SUZUKI, A. 2002. Kinetic study of metal biosorption to a Brown alga, *Kjellmaniella crassifolia*. Journal of Colloid and Interface. Science. s/d. 246(s/n):259-262.
- SICCHA, A. 2012. Eficacia de la biosorción de Plomo mediante cochayuyo pre-tratado (*Chondracanthus chamissoi*). s/d. Universidad Nacional del Callao. Facultad de Ciencias de la Salud Escuela Profesional de Enfermería.
- SILVATEAM, líder nacional en la producción de extractos vegetales. ¿Qué es la pectina?. [En línea]: (<http://es.silvateam.com/Productos-y-Servicios/FoodIngredients/Pectina>, Food ingredients, 08 Feb. 2017).

- SIMON, G. 1991. Ion Exchange Training Manual. New York, US, Editorial Nostrand Reinhold. 225 p. [En línea]: Google books, (<https://books.google.com.pe/books>, books, 29 Mar. 2016).
- SINGH, R., CHADETRIK, R., KUMAR, R., BISHNOI, K., BHATIA, D., KUMAR, A., BISHNOI, N., SINGH, N. 2010. Biosorption optimización of lead (II), cadmium (II) and copper (II) using response surface methodology and applicability in isotherms and thermodynamics. J. Hazard. Mater., Haryana, India. 174(87):623-634. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304389409015581>, article, 8 Mar. 2017).
- SIQUEIROS, A. 2004. Aplicación de la Metodología de Superficies de Respuesta para el Mejoramiento de la Calidad del Aceite de Soya. Tesis Lic. Matemática. Sonora, México. Universidad de Sonora. 108 p.
- SOTO, E. 2009. Estudio de la remoción de Cu (II) en medio acuoso utilizando el albedo de la cáscara de naranja. Tesis Lic. Química. Lima, Perú. Universidad Nacional de Ingeniería. 148 p.
- TENORIO, G. 2006. Caracterización de la biosorción de cromo con hueso de aceituna. Tesis Doctoral. Granada, España. Universidad de Granada. 292 p.
- TORAB, M.; ASADOLLAHZADEH M.; HEMMATI, A.; KHOSRAVI, A. 2013. Equilibrium, kinetic, and thermodynamic studies for biosorption of cadmium and nickel on grapefruit peel. J.Taiwan Ins. Chem. Eng., Taiwan. 44(47):295-303. [En línea]: (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S187610701200171X>, article, 17 May. 2016).
- VARALA, S., DHARANIJA, B., SATYAVATHI, B., BASABA, V., PARTHASARATHY, R. 2016. New Biosorbent based on deoiled karanja seed cake in biosorption studies of Zr(IV): Optimization using Box-Behnken method in Response Surface Methodology with Desirability Approach. Chem. Enge. J., India. 302(s/n): 786-800 Sciencedirect,

(<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894716307240?via%3Dihub>, article, 25 Feb. 2016).

VILLANUEVA, C. 2006. Biosorción de Cobre (II) por biomasa pretratada de cáscara de *Citrus sinensis* (naranja), *Citrus limonium* (limón) y *Opuntia ficus* (palmeta de nopal). Tesis Ing. Químico. Lima, Perú. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. 74 p.

VILLANUEVA, C., TAPIA, N. 2005. Bioadsorción de Cu (II) por biomasas que contienen pectina. Rev. Per. Quím. Ing. Quím., Lima. 8(1):11-15. [En línea]: sisbib.unmsm, (<http://sisbib.unmsm.edu.pe>, artículo, 26 Mar. 2016).

VILLANUEVA, S., BOTELLO, A. 1992. Metales pesados en la zona costera del Golfo de México y Caribe Mexicano: una revisión. Rev. Inter. Conta. Amb., México. 8(1):47-61. [En línea]: redalyc, (<http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=37080104>, artículo, 12 Jun. 2017).

VOLESKY, B. 1994. Advances in biosorption of metals: Selection of biomass types. FEMS Microbiology Reviews, Montreal, Canadá. 14(4): 291-302. [En línea]: Wiley Online Library, (<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/fmr.1994.14.issue-4/issuetoc>, journal, 30 Mar. 2016).

VOLESKY, B., HALAN Z. 1995. Biosorption of Heavy Metals. Biotechnol. Prog., Montreal, Canadá. 11:235-250. [En línea]: Biotechnology Progress, (<http://pubs.acs.org/doi>, article, 28 Mar. 2016).

WEPPEN, P., HORNBURG, A. 1995. Calorimetric studies on interactions of divalent cations and microorganisms or microbial envelopes. Thermochemica Acta, Germany. 269(s/d):393-404. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0040603195025154>, article, 09 Feb. 2017).

YUVARAJA, G., KRISHNAIAH, N., VENKATA, M., KRISHNAIAH, A. 2014. Biosorption of Pb (II) from aqueous solution by *Solanum melongena* leaf powder as a low-cost biosorbent prepared from agricultural waste. Colloids Surf. B. Biointerfaces, India. 114(10):75-81. [En línea]: ScienceDirect, (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927776513006073>, article, 08 Mar. 2017).

ANEXO



Figura 13. Extracción de albedo de toronja.



Figura 14. Adición de Etanol de 63° para eliminación de impurezas.



Figura 15. Lavado del albedo con alcohol de 96°.



Figura 16. Lavado del albedo con NaOH 0,2M a 4 °C.



Figura 17. Biosorbente listo para ser utilizado.



Figura 18. Pesado de Nitrato de plomo para solución de 400 ppm.



Figura 19. Soluciones de plomo(II) a 49.52, 219.80 y 381.80 ppm.



Figura 20. Frasco conteniendo 50 mL de solución de Pb (II).



Figura 21. Pesado del biosorbente para ser usado en el proceso.



Figura 22. Regulación del pH a los valores establecidos.



Figura 23. Corrida de los tratamientos con sus tres repeticiones.

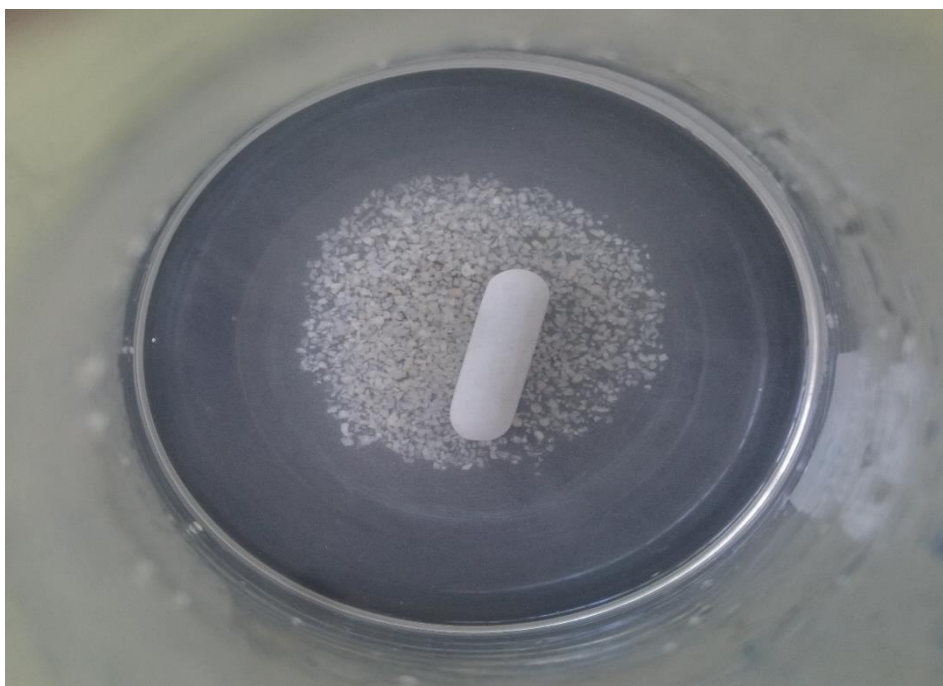


Figura 24. Vista de biosorbente y solución problema después del proceso.



Figura 25. Filtrado de las muestras después del proceso.



Figura 26. Biosorbente conteniendo Pb(II) en filtro.



Figura 27. Refrigeración de las muestras a 8 °C.



Figura 28. Dilución de las muestras en 1/10 y 1/100.



Figura 29. Espectrofotómetro de absorción atómica utilizado para la lectura de las muestras.

B. Datos y documentos complementarios.

Cuadro 10. Datos consolidados de porcentaje de remoción y biosorción de plomo por mesocarpio de toronja.

Trat.	Concentración de Pb (ppm)	pH	W de biosorbente (g)	Lectura final de Pb (ppm)			Remoción de Pb (%)			Biosorción de Plomo (mg/g)		
				R1	R2	R3	R1	R2	R3	R1	R2	R3
T1	381.8	4.10	0.25	21.100	19.720	13.550	94.474	94.835	96.451	72.140	72.416	73.650
T2	219.8	5.20	0.25	23.390	10.590	4.003	89.359	95.182	98.179	39.282	41.842	43.159
T3	49.24	4.10	0.05	8.710	5.930	5.630	82.311	87.957	88.566	40.530	43.310	43.610
T4	49.24	5.20	0.15	6.580	7.400	9.480	86.637	84.972	80.747	14.220	13.947	13.253
T5	49.24	3.00	0.15	0.872	0.623	1.320	98.229	98.735	97.319	16.123	16.206	15.973
T6	381.8	5.20	0.15	50.680	33.580	32.310	86.726	91.205	91.537	110.373	116.073	116.497
T7	219.8	3.00	0.05	16.750	12.830	24.160	92.379	94.163	89.008	203.050	206.970	195.640
T8	219.8	4.10	0.15	9.290	17.540	21.200	95.773	92.020	90.355	70.170	67.420	66.200
T9	381.8	4.10	0.05	207.300	192.600	320.200	45.705	49.555	16.134	174.500	189.200	61.600
T10	219.8	5.20	0.05	165.400	173.700	168.900	24.750	20.974	23.157	54.400	46.100	50.900
T11	219.8	4.10	0.15	143.300	67.450	58.570	34.804	69.313	73.353	25.500	50.783	53.743
T12	219.8	4.10	0.15	17.060	33.120	25.290	92.238	84.932	88.494	67.580	62.227	64.837
T13	381.8	3.00	0.15	52.790	65.970	52.720	86.173	82.721	86.192	109.670	105.277	109.693
T14	49.24	4.10	0.25	2.031	5.100	7.220	95.875	89.643	85.337	9.442	8.828	8.404
T15	219.8	3.00	0.25	15.090	22.250	17.840	93.135	89.877	91.884	40.942	39.510	40.392



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA

AV. UNIVERSITARIA S/N - TINGO MARIA - CELULAR 982047050 - 941531359

Facultad de Agronomía - Laboratorio de Análisis de Suelos

analisisdesuelosunas@hotmail.com



ANÁLISIS DE SUELOS

SOLICITANTE:	JIMMY MORALES	SECTOR:	UNAS
	ORTEGA	DISTRITO:	RUPA RUPA
		PROVINCIA:	LEONCIO PRADO
		DEPARTAMENTO:	HUANUCO

N°	COD. LAB.		lectura
			ppm Pb
1	1	agua	21.10
2	1	agua	23.39
3	1	agua	8.71
4	1	agua	6.58
5	1	agua	0.87
6	1	agua	50.68
7	1	agua	16.75
8	1	agua	9.29
9	1	agua	207.30
10	1	agua	165.40
11	1	agua	143.30
12	1	agua	17.06
13	1	agua	52.79
14	1	agua	2.93
15	1	agua	15.09
1	2	agua	19.72
2	2	agua	10.59
3	2	agua	5.93
4	2	agua	7.40
5	2	agua	0.62
6	2	agua	33.58
7	2	agua	12.83
8	2	agua	17.54
9	2	agua	192.60
10	2	agua	173.70
11	2	agua	67.45
12	2	agua	33.12
13	2	agua	65.97
14	2	agua	5.10
15	2	agua	22.25
1	3	agua	13.55
2	3	agua	4.00
3	3	agua	5.63
4	3	agua	9.48
5	3	agua	3.72
6	3	agua	32.71
7	3	agua	24.16
8	3	agua	21.20
9	3	agua	320.20
10	3	agua	168.90
11	3	agua	58.57
12	3	agua	25.29
13	3	agua	52.72
14	3	agua	7.22
15	3	agua	17.84
46	P1	agua	49.24
47	P2	agua	219.80
48	P3	agua	381.80



MUESTREADO POR EL SOLICITANTE

RECIBO N° 0479629

FECHA : 29/09/2016

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
LAB. ANALISIS DE SUELOS
M.Sc. Digo. Miguel Huayra Rojas
J E P E

Figura 30. Resultados de análisis de plomo en muestras (procedencia de material biológico, Ricaldo Palma - Km 51) tratadas.



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA

Tingo Maria

Facultad de Agronomía - Laboratorio de Análisis de Suelos

Av. Universitaria s/n Telef. (062) 562342 - Celular 941531359 Aptdo. 155

analisisdesuelosunas@hotmail.com



ANALISIS ESPECIAL

SOLICITANTE:			JIMMY MORALES ORTEGA				PROCEDENCIA:
DATOS DE LA MUESTRA			PORCENTAJE				CASERIO RICARDO PALMA - LUYANDO - LEONCIO PRADO - HUANUCO
			Cenizas en base seca (%)	Materia Orgánica en base Seca (%)	Materia Seca (%)	Humedad (%)	
Código	Ref.	Tipo					Plomo (base seca) (mg Pb / g mesocarpio)
M01272A	R1	mesocarpio de toronja	11.71	88.29	83.43	16.57	0.027
M01272B	R2	mesocarpio de toronja	11.82	88.18	83.22	16.78	0.032
M01273	R3	mesocarpio de toronja	12.06	87.94	83.92	16.08	0.029

TINGO MARIA 10 DE AGOSTO DEL 2017

MUESTREADO POR EL SOLICITANTE

RECIBO N° 0508047

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA DE LA SELVA
LAB. ANALISIS DE SUELOS
Ing° Luis G. Matos Mabaya
JEFE



Figura 31. Resultados del análisis de plomo en el mesocarpio de toronja y el método utilizado para su análisis.



MÉTODOS ANALÍTICOS

CARACTERÍSTICA	MÉTODO	CARACTERÍSTICA	MÉTODO
EXTRACTO	VIA SECA / DIGESTIÓN ACIDA – HCl	HUMEDAD	ESTUFA 105° C MEMERT ALEMANIA
DETERMINACIÓN DE MACROELEMENTOS: Ca, Mg, K, Na	EAA VARIAN ALEMANIA	CENIZAS	MUFLA 660° C THERM CONCEPT ALEMANIA
DETERMINACIÓN DE FÓSFORO	METAVANADATO ESPECTRO UV VISIBLE - THERMO SCIENTIFIC USA	DETERMINACIÓN DE MICROELEMENTOS: Fe, Mn, Zn, Cu	EAA VARIAN ALEMANIA
DETERMINACION DE AZUFRE	TURBIDIMETRIA DEL SULFATO DE BARIO ESPECTRO UV VISIBLE - THERMO SCIENTIFIC USA	DETERMINACION DE BORO	COLORIMETRIA CON AZOMETINA-H ESPECTRO UV VISIBLE - THERMO SCIENTIFIC USA
CADMIO TOTAL Y PLOMO TOTAL	EAA VARIAN ALEMANIA	N TOTAL	KJENDHAL BUCHI ALEMANIA
CARBONATOS	NEUTRALIZACION ACIDA HCl 0.5N NaOH 0.25N		



Tratamiento	x_1	x_2	x_3	Tratamiento	x_1	x_2	x_3
1	-1	-1	0	9	-1	0	-1
2	1	-1	0	10	1	0	-1
3	-1	1	0	11	-1	0	1
4	1	1	0	12	1	0	1
5	0	-1	-1	13	0	0	0
6	0	1	-1	14	0	0	0
7	0	-1	1	15	0	0	0
8	0	1	1				

Fuente: GUTIERREZ y DE LA VARA, 2008

Figura 32. Matriz del Diseño de Box-Behnken para tres factores.