

ADSORCIÓN DE FOSFORO EN RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE



DANIEL ALEJANDRO SALAMANCA SANTIAGO

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
POPAYÁN
2023**

ADSORCIÓN DE FOSFORO EN RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE

Proyecto de Trabajo de Grado en Modalidad de Investigación Requisito Para Optar el
Titulo de Químico

DANIEL ALEJANDRO SALAMANCA SANTIAGO

DIRECTOR

EDIER HUMBERTO PEREZ Ph. D.
DIRECTOR GRUPO DE INVESTIGACION EN AGROQUIMICA

ASESOR

JAIME ANDRÉS PARRA REYES M.Sc.
PROFESOR ASOCIADO UNIVERSIDAD DEL CAUCA

UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
POPAYÁN
2023

Nota de aceptación

Director: _____

EDIER HUMBERTO PÉREZ, Ph.D.

Jurado: _____

FERNANDO JOSÉ HERNÁNDEZ BLANCO Ph.D.

Jurado: _____

EMERSON ALONSO RENGIFO CARPINTERO Ph.D

Lugar y fecha de sustentación: Popayán, 09 de Junio de 2023

DEDICATORIA

Este trabajo de grado lo dedico a Dios que, sin su misericordia, su amor, y fortaleza, nada de esto hubiese sido posible. A mi familia, por su apoyo incondicional en esta aventura de la ciencia. A mi madre Rosalba Salamanca, a mi abuela María Dolores Santiago de Salamanca, a mis hermanos Nercy Sthephanie y Kevin Rodrigo por estar conmigo y apoyarme siempre.

Finalmente dedico este trabajo de grado a los millones de jóvenes que salieron a las calles a luchar para que los hijos de los campesinos, de los trabajadores de oficios varios como yo, puedan estudiar en una universidad pública, a todos ustedes gracias.

AGRADECIMIENTOS

A nuestro señor Jesucristo por darme la oportunidad de estudiar esta ciencia, por darme salud, sabiduría, entendimiento, para poder lograr esta meta.

A mi madre Rosalba Salamanca por su amor, su apoyo incondicional, por su sacrificio y por estar a mi lado cuando nadie más lo estuvo, gracias por creer en mí.

A mi abuela María Dolores Santiago de Salamanca por su infinito amor y por sus enseñanzas.

A mi tío Everth Salamanca por su amor, por su paciencia, por enseñarme buenos valores que al día de hoy me han servido mucho en este largo caminar. Dios te bendiga siempre.

A mi esposa Jennifer Villegas Pino, por su amor, motivación y apoyo durante estos años.

A los profesores de la carrera, especialmente a mi director por acogerme en su grupo de investigación y especialmente por sus grandes consejos.

A mis compañeros con los que pasé horas, días, semanas, meses y años estudiando, gracias por su apoyo.

Finalmente quiero agradecer a cada una de las personas que de una u otra manera fueron partícipes y me brindaron su colaboración desinteresadamente en la realización de este trabajo.

CONTENIDO

RESUMEN.....	11
1. INTRODUCCIÓN.....	12
2. PROBLEMA CIENTÍFICO.....	14
3. OBJETIVOS.....	15
3.1. Objetivo General.....	15
3.2. Objetivos Específicos.....	15
4. MARCO TEÓRICO.....	16
4.1. CLASIFICACIÓN DE LAS FIBRAS VEGETALES.....	16
4.2. FIQUE.....	17
4.3. EXTRACCIÓN Y MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE FIBRAS VEGETALES... ..	17
4.4. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS FIBRAS VEGETALES.....	18
4.4.1. CELULOSA.....	18
4.4.2. HEMICELULOSA.....	18
4.4.3. LIGNINA.....	18
4.5. APLICACIÓN DE LAS FIBRAS VEGETALES.....	19
4.6. FÓSFORO.....	19
4.6.1. FÓSFORO EN EL SUELO.....	19
4.6.2. FERTILIZANTES FOSFATADOS.....	20
4.6.3. DESVENTAJAS DEL USO DE FERTILIZANTES FOSFATADOS.....	20
4.6.4. FUENTES ALTERNATIVAS DE FÓSFORO.....	21
4.7. ADSORCIÓN.....	21
4.7.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	22
4.8. MÉTODOS ANALÍTICOS INSTRUMENTALES USADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO.....	23
4.9. DISEÑOS EXPERIMENTALES.....	24
4.9.1. DISEÑO PLACKETT-BURMANN.....	25
5. METODOLOGÍA.....	26
5.1. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS.....	26
5.2. OBTENCIÓN Y ADECUACIÓN DE LA MATERIA PRIMA.....	27
5.2.1. OBTENCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE.....	27
5.3. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE.....	28
5.3.1. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD Y CENIZAS.....	28
5.3.2. DETERMINACIÓN DE CARBONO ORGÁNICO, AZUFRE, NITRÓGENO.....	29
5.4. DETERMINACIÓN DE FÓSFORO INICIAL EN EL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE.....	29
5.5. ANÁLISIS INSTRUMENTAL.....	30
5.6. LAVADO DEL MATERIAL.....	30
5.7. ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN.....	31
5.8. DISEÑOS EXPERIMENTALES.....	32
5.8.1. DISEÑO PLACKETT- BURMAN.....	32
5.8.2. DISEÑO EXPERIMENTAL BOX-BEHNKEN.....	33
5.9. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL ASERRÍN DE FIQUE.....	33
5.10. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	34
5.11. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE CONTACTO.....	34

5.12.	EVALUACIÓN DE LA LIBERACIÓN DE FÓSFORO A PARTIR DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE	34
6	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	35
6.1.	CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE	35
6.2.	CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE MEDIANTE EL USO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES	36
6.3.	ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN PARA FOSFATOS	39
6.4.	DISEÑOS EXPERIMENTALES.....	47
6.5.	EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE PARA FÓSFORO EN FORMA DE FOSFATOS.	54
6.5.1.	EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN EN EL TIEMPO ÓPTIMO.	54
6.5.2.	EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE CONTACTO.....	56
6.6.	ISOTERMA DE ADSORCIÓN DEL FOSFATO EN ASERRÍN DE FIQUE.....	58
7	RECOMENDACIONES	63
8	CONCLUSIONES	64
9	BIBLIOGRAFÍA.....	65
	ANEXOS.....	72

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Tipo de fibras extraídas de origen natural.....	16
Tabla 2. Isotermas de adsorción más utilizadas para estudios de adsorción de fosfatos.....	22
Tabla 3. Clasificación general de los diseños experimentales.	24
Tabla 4. Reactivos y equipos de laboratorio.....	26
Tabla 5. Condiciones de trabajo de mufla para la determinación de cenizas.....	29
Tabla 6. Variables independientes del proceso y rango de parámetros a evaluar	32
Tabla 7. Factores experimentales	33
Tabla 8. Caracterización fisicoquímica del residuo agroindustrial de fique	35
Tabla 9. Absorbancia niveles de concentración vs días de calibración para análisis de linealidad instrumental.....	39
Tabla 10. Evaluación de la Normalidad de los datos en función de la absorbancia en los distintos niveles de concentración trabajados en días diferentes (de 1 a 6 días).....	40
Tabla 11. Evaluación de la distribución normal de los datos en función del tiempo. (Los niveles de concentración evaluados fueron desde 0,1 hasta 1 mg/L)	40
Tabla 12. Resultado de test de homogeneidad de varianzas	41
Tabla 13. ANOVA para absorbancia vs día	41
Tabla 14. ANOVA para absorbancias vs nivel de concentración.	42
Tabla 15. Prueba de Tukey	42
Tabla 16. Correlación de Pearson regresión lineal (linealidad instrumental).....	44
Tabla 17. Coeficientes de correlación. (Evaluación de la linealidad instrumental)	44
Tabla 18 Resultados obtenidos en la Evaluación Estadística de la Pendiente y el Intercepto.	45
Tabla 19. Datos para determinar la repetibilidad instrumental.....	46
Tabla 20. Curva de calibración para precisión intermedia	46
Tabla 21. Cálculo del Límite de Detección (LD) y el Límite de Cuantificación (LC) ..	47
Tabla 22. Diseño experimental Plackett-Burman y resultados del porcentaje (%) de adsorción de fósforo sobre residuo agroindustrial de fique (aserrín de fique)	48
Tabla 23. Análisis de varianza para el porcentaje de adsorción de fósforo sobre aserrín de fique.	48
Tabla 24. Análisis de varianza para el porcentaje de adsorción de fósforo sobre aserrín de fique.	50
Tabla 25. Combinación de Tamaño de partícula de relación, cantidad de adsorbente y tiempo para maximizar la adsorción de fosfato.....	53
Tabla 26. Porcentaje de rendimiento de adsorción con los puntos óptimos según el diseño experimental Box- Benkhen.	54
Tabla 27. Porcentaje de adsorción de fosfatos sobre residuo agroindustrial de fique.	54
Tabla 28. Porcentaje de adsorción de fosfato a distintos tiempos de contacto.....	56
Tabla 29. Datos de adsorción de fosfatos sobre residuo agroindustrial de fique.	59
Tabla 30. Resultados de los modelos de isotermas de adsorción	61

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Residuo agroindustrial de fique procedente de la empresa EMPAQUES DEL CAUCA S.A.....	27
Figura 2.	Proceso de obtención de tamaño de partícula:	28
Figura 3.	Espectro IR del residuo agroindustrial de fique	37
Figura 4.	Micrografía SEM del residuo agroindustrial de fique.....	38
Figura 5.	Linealidad de las curvas de calibración.....	43
Figura 6.	Diagrama de Pareto para la determinación de los factores de adsorción de fósforo en el aserrín de fique	49
Figura 7.	Diagrama de Pareto Box-Behnken.....	51
Figura 8.	Efectos principales para la adsorción en aserrín de fique.....	52
Figura 9.	Interacción de efectos principales para la adsorción.....	52
Figura 10.	Superficie de respuesta para la adsorción de fosfatos en aserrín de fique.	53
Figura 11.	Porcentaje de adsorción de fosfatos desde 10 minutos a 1h.....	56
Figura 12.	Porcentaje de adsorción de fosfato a distintos tiempos de contacto (1-6 h).	57
Figura 13.	Liberación de fosfatos a distintos tiempos de contacto sobre el adsorbente	58
Figura 14.	Isoterma de adsorción de fosfato en el residuo agroindustrial de fique. 59	
Figura 15.	Isoterma de adsorción: según los modelos de Langmuir, Freundlich, Redlich-Peterson y Sips, en residuo agroindustrial de fique.	60
Figura 16.	Porcentaje de adsorción de fosfato a diferentes concentraciones.	62

LISTA DE ACRONIMOS

ANOVA: Análisis de Varianza

%Ad: Porcentaje de adsorción

Ce: Concentración en el equilibrio

IR: Infrarrojo

SEM: Microscopía electrónica de barrido

CV: Coeficiente de variación

LC: Límite de cuantificación

LD: Límite de detección

q: cantidad de fósforo adsorbido

P: Fósforo

Hg: Mercurio

Cr: Cromo

gl: Grados de libertad

F: Prueba F de Fisher

Sig: Significación estadística

RESUMEN

El fósforo es un nutriente esencial para todos los seres vivos, y es fundamental en la fertilidad del suelo debido a que es considerado indispensable para el crecimiento de las plantas. Las principales fuentes de obtención de fosfatos en la industria de los fertilizantes son los depósitos marinos sedimentarios, los depósitos ígneos y meteorizados. Los nutrientes fosfatados presentan alta reactividad cuando son aplicados al suelo, lo que reduce su disponibilidad para las plantas debido a que éstos son fijados rápidamente a los materiales arcillosos y la materia orgánica, por diferentes mecanismos de adsorción o mediante la formación de complejos con los óxidos de hierro y aluminio presentes en el suelo, lo que conlleva a que los suelos presenten insuficiencia en la disponibilidad de este nutriente en los cultivos. Por lo anterior, surge la necesidad de buscar fuentes de retención de fósforo en materiales biodegradables para satisfacer la deficiencia de este nutriente en el suelo, siendo una de ellas el uso de abonos obtenidos de diferentes residuos orgánicos y agroindustriales, entre otros, para su elaboración. Es por esto que el presente estudio tiene como objetivo evaluar la adsorción de fósforo (en forma de fosfato) en el residuo agroindustrial “aserrín” de fique para su posible uso en enmiendas, favoreciendo de esta manera no sólo al suelo con el aporte de éste nutriente sino también al medio ambiente ya que se pretende dar una utilidad al aserrín que ha sido considerado residuo por parte de la empresa EMPAQUES DEL CAUCA S.A.; Es por ello que al aserrín de fique se le realizó la caracterización fisicoquímica y de grupos químicos funcionales, con el fin de ver la influencia de estos en los procesos de adsorción de fósforo en forma de fosfatos.

Posteriormente evaluaron mediante los diseños experimentales de Plackett-Burman y Box-Behnken distintos factores con 2 niveles y las condiciones más significativas para evaluar su influencia en la capacidad de adsorción de fosfatos con un nivel de confianza de 95% en el residuo agroindustrial del fique. En el diseño Plackett-Burman, se encontró que el tamaño de partícula, cantidad del adsorbente y el tiempo de contacto, son los factores que más influyen durante el proceso de adsorción. En el diseño Box-Behnken se optimizaron los valores de cada factor que maximizan la capacidad de adsorción del residuo encontrándose: un tamaño de partícula de 0,700 mm, cantidad de adsorbente 1,2300 g y tiempo de 1 hora. Obteniéndose una adsorción del 8,7 %, de fosfatos en el residuo. Igualmente se evidenció liberación de fósforo desde el residuo agroindustrial de fique a la solución lo que, condujo a la cuantificación de fósforo presente en aserrín de fique, registrando un valor de 11,4 mg de PO_4^{3-} /kg de fique.

Finalmente, se determinó que la isoterma de adsorción de fosfatos sobre el residuo agroindustrial de fique se ajusta al modelo de Freundlich.

1. INTRODUCCIÓN

El fósforo, constituye el 0,12% de la corteza terrestre, además, éste es un nutriente indispensable para las plantas, según la literatura aproximadamente el 82% de los suelos agrícolas del trópico americano presentan deficiencias de fósforo, como consecuencia de su gran estabilidad la cual resulta de una baja solubilidad en el suelo. Esta deficiencia es muy común a pesar de que en los suelos se produce una continua mineralización de compuestos orgánicos, lo que genera afectaciones en el crecimiento de las plantas, como consecuencia de su baja absorción dado que del 88-99% del fósforo inorgánico total se une al calcio [1].

El proceso de fijación de P afecta la fertilidad del suelo lo que conduce a una disminución en la rentabilidad de los cultivos, lo cual ha generado que la fertilidad del suelo dependa en gran medida de la aplicación continua de fertilizantes minerales no renovables, en los sistemas agrícolas convirtiéndose de esta manera en una de las principales fuentes de P exógeno [2]. Sin embargo, se ha reportado que la mayoría de los fertilizantes generan impactos negativos en la salud humana, en el agua y el suelo, ya que contienen algunos de los elementos tóxicos como flúor (F), plomo (Pb), cadmio (Cd), arsénico (As), mercurio (Hg), cromo (Cr) y radio (Ra) [2,] [3]. Así, mismo el uso a largo plazo de fertilizantes químicos trae como consecuencia un deterioro de las características y la fertilidad del suelo, como también, la calidad de las frutas y verduras, las convierte en blancos más susceptibles a los ataques de insectos y a enfermedades [4]. En la industria de los fertilizantes la roca fosfórica es la principal fuente de fosfato, al ser un recurso finito y teniendo en cuenta el ritmo de extracción, se estima que los yacimientos se agotarán en los próximos siglos. Es por esto que surge la necesidad de buscar fuentes alternativas de retención de fósforo para aumentar su disponibilidad, ya sea mediante la transformación o enriquecimiento de nutrientes en algunos residuos agroindustriales, convirtiendo de esta manera en recursos aprovechables para el suelo.

Actualmente la ciencia ha fijado un gran interés en el uso de las fibras vegetales gracias a las ventajas que estas presentan como son su bajo costo, mejores propiedades mecánicas, reciclabilidad, buena estabilidad térmica y no tóxico, en algunos países hay fácil disponibilidad y una buena capacidad de renovación [5], [6], [7]. Estas fibras vegetales están compuestas mayoritariamente por celulosa, hemicelulosa, y lignina, que son los tres componentes orgánicos principales de las paredes celulares de la planta [8]. Además, contienen pectina, cera y sustancias solubles en agua y aceite [5], [8] entre otras y su presencia en la fibra depende de la especie vegetal, las condiciones de crecimiento, el clima, los factores geográficos, edad de la planta y el método de extracción de la fibra [8], [9]. Esta composición química determina las propiedades de la fibra, por ejemplo, una fibra con un alto contenido de celulosa tendrá mejores propiedades de resistencia [8].

Las fibras vegetales tienen una aplicación extensa que va desde los procesos artesanales para la fabricación de alpargatas, sombreros, cordelería y aplicaciones en las diferentes industrias dentro de las que se destacan, la textil (28%), construcción (26%), así como la del transporte por ejemplo la aviación (21%), la automotriz (19%), y en trenes [10], [11], [12]. Para satisfacer esta demanda, aproximadamente se producen a nivel mundial 31 millones de toneladas de fibras vegetales, siendo la fibra de algodón la de mayor producción (25 millones de toneladas), seguida de Yute, Lino y Sisal con 2,5, 1,5 y 0,3 millones de toneladas respectivamente [9]. En Colombia el departamento del Cauca es uno de los mayores productores de fique con aproximadamente 7.338 toneladas al año [10].

El Fique es originario de la América tropical, en especial de la región andina de Colombia y Venezuela, de donde se expandió hacia el Brasil y las Antillas [10], pertenece a la familia *Agavaceae*, la cual comprende 18 géneros, siendo el más representativo el género *Furcraea sp* [13]. De la planta de Fique sólo es aprovechado el 4% de la hoja de donde se extrae la fibra conocida como Cabuya, mientras que el 96% de los subproductos agroindustriales (jugo y bagazo) son vertidos directamente al medio ambiente [14]. A nivel industrial en la fabricación de empaques se genera un residuo final generado durante el peinado, corte y trenzado de las fibras de fique llamado “Aserrín”.

En este estudio se evaluó la adsorción de fósforo sobre el residuo agroindustrial “aserrín” de fique, como una posible alternativa para recuperar y retener fosfatos y una vez se disponga en el suelo este tipo de material, durante su proceso de degradación mejore la disponibilidad de este macronutriente.

2. PROBLEMA CIENTÍFICO

El fósforo es un elemento esencial para las plantas, convirtiéndose de esta manera en materia prima indispensable para la agricultura. A pesar de la importancia de este elemento para los suelos, puede presentar deficiencias de disponibilidad para las plantas, una alternativa a este inconveniente ha sido la aplicación de cantidades sustanciales de fertilizantes fosfatados, generalmente del tipo NPK (10-30-10). Este proceso no siempre es efectivo debido a que los fosfatos aplicados al suelo son objeto de reacciones rápidas teniendo como resultado final una fijación en éste, siendo de esta manera no disponible para las plantas.

La disponibilidad de fósforo en el suelo se cubre con la meteorización de la roca fosfórica, la cual es un recurso finito y no renovable, convirtiéndose de esta manera en un tema importante para la búsqueda de nuevas fuentes alternativas de fósforo, así como también la manera de retenerlo en diferentes materiales biodegradables que al ser dispuesto en el suelo permitan una disposición lenta de este nutriente, por ejemplo, con la aplicación de enmiendas, los bioles y los abonos de origen orgánico, como lo son el estiércol, composta y residuos de cultivo, que tienen la particularidad de liberar los nutrimentos de forma gradual.

En vista de esto, se realizó la evaluación del residuo agroindustrial de fique como posible material adsorbente de fósforo convirtiéndolo en una posible solución alternativa a la deficiencia de este macronutriente en el suelo, siendo aprovechado a futuro como posible fertilizante de liberación lenta.

3. OBJETIVOS

3.1. Objetivo General

Evaluar la adsorción de fósforo en el residuo agroindustrial “aserrín” de fique para su posible uso en enmiendas como material biofertilizante.

3.2. Objetivos Específicos

3.2.1. Caracterizar físico-químicamente el residuo agroindustrial de fique “aserrín”, proveniente de la empresa local EMPAQUES DEL CAUCA S.A.

3.2.2. Evaluar los efectos de diferentes factores sobre la adsorción del fósforo en el residuo agroindustrial” aserrín” de fique.

3.2.3. Cuantificar los cambios de concentración de fósforo asociados a los tratamientos realizados en el residuo agroindustrial “aserrín” de fique mediante la técnica espectrofotométrica de UV

4. MARCO TEÓRICO

Las fibras naturales de fuentes vegetales han sido utilizadas por la humanidad desde hace miles de años [15] hasta nuestros días, debido a las distintas características tanto físicas como químicas que presentan, y a su elevada biodegradabilidad, bajo costo, renovable y ausencia de peligro para la salud [5], [6].

Una fibra vegetal muy usada en Colombia es el fique (*Furcraea sp*) para la fabricación de sacos o empaques, prendas de vestir, artesanías [10], que inicialmente fueron exportadas hacia Venezuela a finales del siglo XIX [16]. En la actualidad se busca el aprovechamiento de la planta de fique en su totalidad, es decir, no sólo de sus fibras, sino también de los subproductos que representan el 96 %, que han sido considerados residuos, dentro de éstos se encuentran; el jugo, bagazo, y finalmente la estopa “Aserrin”; este último posee propiedades fisicoquímicas similares a las de las fibras de fique, de la cual se han extraído nano fibras de celulosa, que son consideradas supermateriales gracias a sus excelentes propiedades mecánicas, químicas y estructurales [17], lo que conduce al desarrollo de nuevos materiales avanzados a partir de biomasa residual, para distintas aplicaciones industriales. Dando de esta manera un valor agregado a los distintos subproductos y residuos de la planta de Fique.

4.1. CLASIFICACIÓN DE LAS FIBRAS VEGETALES

Las fibras naturales son materiales filamentosos de origen biológico, cuyas características químicas, físicas y mecánicas, les confieren cualidades en su aspecto, textura, longitud, resistencia y flexibilidad, que las hacen susceptibles de uso [8].

En la tabla 1 se presentan 5 tipos de fibras naturales y ejemplos de fibras extraídas.

Tabla 1. Tipo de fibras extraídas de origen natural.

Origen	Fibras extraídas de	Referencia
Hoja	Plátano, Agave, Piña, Sisal, Albaca, Henequén.	[7],[8]
Tallo	Trigo, Maíz, Arroz	[7],[8]
Semilla	Coco, Ceiba, Algodón, Kapok de algodón.	[7],[8]
Líber	Yute, Cannabis, Kenaf, Lino, Ramio, Linaza, Cábamo.	[7],[8]
Caña, Césped,	Bambú, Bagazo	[7]

La fibra de fique se clasifica como una fibra dura, siendo de contextura dura y rígida, que se extienden a lo largo de los tejidos carnosos de las hojas largas, dentro de esta clasificación también se encuentran el sisal y el henequén.

Así mismo las fibras suaves son de contextura suave y flexible y atraviesan la corteza interior de los tallos o del tronco principal, como por ejemplo lino, yute, ramio y cadillo [10].

4.2. FIQUE

El Fique del género *Furcraea sp*, perteneciente a la familia *Agavaceae*, es una monocotiledónea fibrosa originaria de la América tropical, en especial de países andinos como Venezuela y Colombia [10], según la literatura, en este último existen alrededor de veinte mil (20.000) hectáreas cultivadas de esta planta [14], El departamento del Cauca en el año 2019 fue el segundo mayor productor de Fique con 8.067 toneladas [18]. De la planta de Fique sólo se extrae la fibra conocida como Cabuya, mientras que los subproductos de la planta como lo son el bagazo y la estopa son considerados residuos sin valor [15]. Siendo arrojados directamente al medio ambiente, convirtiéndose en un serio problema de contaminación [19].

4.3. EXTRACCIÓN Y MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE FIBRAS VEGETALES

Las fibras naturales se extraen de varias partes de la planta como raíces, hojas, tallos, frutas, pastos, cortezas, y semillas [5], [20]. Para su obtención se disuelven o retira de la planta la hemicelulosa, lignina, ceras, o elementos gomosos [21]. Para esto se cuenta con diversos métodos de extracción tales como proceso de enriado, extracción mecánica, extracción química, extracción química seguida de mecánica, extracción por ebullición [22].

En Colombia actualmente la extracción de fibras mediante el método mecánico ha disminuido considerablemente debido al impacto ambiental negativo que este método de extracción produce en los ríos ya que durante el proceso de lavado de las fibras extraídas se llevan a cabo en microcuencas produciendo la muerte de la fauna en éstas [6], [10].

Según la información suministrada por el director de producción de la empresa EMPAQUES DEL CAUCA S.A. la materia prima procesada en dicha empresa son obtenidas de los distintos cultivadores de los departamentos de Cauca y Nariño, que extraen las fibras mediante el uso de máquinas descortezadoras, cabe aclarar que no existe una diferencia en la composición química de las fibras de fique y el aserrín de fique, independientemente del método de extracción usado, ya que el

aserrín (trabajado en este estudio) es el residuo generado por las fibras de fique en los distintos procesos industriales a que son sometidas.

4.4. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS FIBRAS VEGETALES

Las fibras vegetales (incluidas las del fique) están constituidas comúnmente por celulosa, hemicelulosa, y lignina, que han sido catalogadas como los tres componentes orgánicos principales de las paredes celulares de las plantas, por otra parte, estas fibras también contienen componentes como ceras, cenizas, pectinas, el contenido de los distintos componentes en la fibra, dependerá de distintos factores como la edad de la planta, su origen, las condiciones ambientales y de crecimiento así como también dependen del método de extracción de las fibras [5], [8], [20]

4.4.1. CELULOSA

Es un polímero de glucano hidrofílico que consta de una cadena lineal de unidades con enlaces (1,4 β -anhidroglucosa), su contenido en las plantas depende de la especie y edad las fibras celulósicas tienen propiedades hidrófilas es decir poseen una alta capacidad de adsorción de humedad y poca estabilidad dimensional porque generalmente se hinchan con el agua. La resistencia como la rigidez de las fibras vegetales dependen del contenido de celulosa [6], [8].

4.4.2. HEMICELULOSA

Es uno de los componentes más importantes en la composición de la pared celular, ocupando la tercera posición en abundancia, ésta tiene estructuras ramificadas con bajo grado de polimerización, además, es responsable de la degradación y adsorción térmica, biológica y de humedad en las fibras naturales así mismo, la resistencia de las fibras tiene una estrecha relación con el contenido de la hemicelulosa ya que a mayor contenido de hemicelulosa, menor resistencia de la fibra [5],[8].

4.4.3. LIGNINA

Es un material bioquímico que mejora el soporte estructural de las plantas, es el segundo componente más importante después de la celulosa en la pared celular, tiene una estructura de molécula aromática y forma un enlace éster con la hemicelulosa. La molécula de lignina consta de 3 precursores como grupos funcionales activos, a saber, el alcohol coniferílico (G), alcohol p-cumarílico (H), alcohol sinapílico (S), el enlace dominante de la lignina es el enlace éter arilo (β -

O- 4) con alrededor del 50% [8], la lignina actúa como agente defensivo contra el ataque biológico y contribuye principalmente a la estructura de la fibra [6].

4.5. APLICACIÓN DE LAS FIBRAS VEGETALES

Las fibras vegetales han sido usadas desde la antigüedad debido a varias ventajas como; disponibilidad, calidad y biodegradabilidad, hoy en día existe muchas aplicaciones de éstas, dentro de las que se destaca la industria textil, la construcción, la aviación y la industria automotriz [11], [22], así mismo se han realizado varios estudios en fibras vegetales como el lino, yute, ramio, kenaf, plátano, agave, palma de doum, piña, etc. Con el fin de dar una aplicación industrial, por ejemplo, de refuerzo en materiales [23]. En Colombia se ha creado la cadena productiva del fique que va desde el cultivo hasta las aplicaciones reales y prometedoras que ésta planta presenta; en el departamento del Cauca, la empresa Empaques del Cauca S.A. utiliza las fibras largas del fique para la fabricación de empaques, cordelería, agromantos y telas [24]. Cuyos procesos generan residuos denominados aserrín de fique los cuales son desechados por la empresa, o incinerados ya que no cuentan con aplicación alguna por parte de la empresa.

4.6. FÓSFORO

El fósforo integra al grupo de los nueve macronutrientes esenciales para las plantas, este elemento, constituye 0,12% de la corteza terrestre [25]. Aunque el porcentaje de fósforo en el material de la planta es relativamente bajo, este elemento juega un papel de gran importancia en las plantas. [26], este elemento se presenta casi exclusivamente como ortofosfato, y todos los compuestos son derivados del ácido fosfórico (H_3PO_4). Los fosfatos en el suelo se pueden dividir en dos grandes grupos: inorgánicos y orgánicos [25]. El fósforo inorgánico es casi siempre predominante, excepto en los suelos donde la materia orgánica se halla en una gran proporción, y son muy numerosos los compuestos inorgánicos que se hallan en los suelos [27]. La forma orgánica se encuentra en el humus y la materia orgánica, y su porcentaje en el suelo pueden variar de cero a 0,2% [28]

4.6.1. FÓSFORO EN EL SUELO

El fósforo (P) es esencial para el desarrollo de las plantas [29], que absorben este elemento en las formas de orto fosfatos mayoritariamente en forma de $H_2PO_4^-$ y en menor proporción como HPO_4^{2-} [27], a través de sus raíces o

indirectamente al liberar fósforo ligado a los minerales [2]. En los suelos una fuente importante de fósforo exógeno es la aplicación de fertilizantes, una de las características de este nutriente es que presenta una alta reactividad lo cual reduce su disponibilidad para las plantas debido a que los minerales arcillosos y la materia orgánica lo fijan rápidamente en el suelo por diversos mecanismos de adsorción o mediante la formación de complejos en los suelos ácidos con los óxidos de hierro y aluminio [2].

La pérdida de fósforo en los suelos agrícolas se da principalmente por retención en comparación con otros parámetros como lo son el tipo de insumo fertilizante, la labranza, sistemas de cultivo y parámetros hidrológicos [29].

4.6.2. FERTILIZANTES FOSFATADOS

En la actualidad existe un incremento en la producción de alimentos a nivel mundial, lo cual crea la necesidad de abastecimiento de los macro y micronutrientes al suelo para los distintos cultivos, según la IFA (Asociación Internacional de la Industria de Fertilizantes) se estima que la mitad de los alimentos que consumimos se producen gracias a los fertilizantes minerales [30], una de las principales fuentes para la industria de los fertilizantes es la roca fosfórica, convirtiendo de esta manera como materia prima a los diversos minerales de fosfato primario dentro de los que se incluyen fluoroapatita ($Ca_{10}(PO_4)_6F_2$); hidroxiapatita ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) y carbonato hidroxiapatita ($Ca_{10}(PO_4,CO_3)(6OH)$)[31].

4.6.3. DESVENTAJAS DEL USO DE FERTILIZANTES FOSFATADOS

A pesar de ser una de las principales fuentes de fósforo para los suelos, los fertilizantes fosfatados presentan diversas desventajas, se ha detectado la presencia de algunos elementos tóxicos como flúor (F), cadmio (Cd), arsénico (As), mercurio (Hg), cromo (Cr), junto con nucleótidos como ^{238}U , ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{206}Po , ^{210}Pb los cuales pueden filtrarse de los fertilizantes entrando en la cadena alimentaria a través de las plantas[3], [31], además, también se ha evidenciado que el uso de estos fertilizantes a largo plazo deteriora las características y la fertilidad del suelo por disminución del contenido de proteínas en el rendimiento de las plantas y degrada la calidad de los carbohidratos [4]. Por otra parte, el uso excesivo de estos fertilizantes fosfatados puede conducir a una acumulación de fósforo en los suelos, lo cual genera mayor susceptibilidad de ataque por parte de los insectos y enfermedades a las frutas y verduras que crecen en estos.

4.6.4. FUENTES ALTERNATIVAS DE FÓSFORO

La deficiencia de fósforo en el suelo y el posible agotamiento de la roca fosfórica en unas décadas debido a las altas tasas de extracción, ha motivado a la búsqueda de procesos alternativos de obtención de fósforo, una de ellas ha sido a partir de la industria del tratamiento de aguas, en dónde se ha usado distintos métodos de eliminación de este macronutriente, sobresaliendo el uso de sales metálicas, las cuales forman un precipitado con el fósforo, a pesar de que este método se considera efectivo tiene como desventajas la precipitación de otros productos de desecho muchos de los cuales son tóxicos, además, el fósforo precipitado de esta forma no es considerado reciclable ya que el precipitado es difícil de recuperar para su posible procesamiento industrial como fertilizante [32]. En la literatura se reporta diferentes tipos de materiales de desecho o subproductos industriales usados como adsorbentes de fosfatos en sistemas acuosos dentro de los que se encuentran los nanocompuestos, óxidos de hierro, lodos granulares y cenizas volantes, escoria de alto horno, hidrato de silicato [33], [34], [35]. Como también se han realizado estudios para el aprovechamiento de residuos vegetales con el mismo fin como el uso de bagazo de caña [36], también se reporta el uso de las fibras de *Posidonia Oceanica* (L), como un excelente material adsorbente de ortofosfatos ($Q_{máx}: 7,45 \text{ mg g}^{-1}$) [37],.

Por esto se ha explorado el uso de distintos materiales residuos agroindustriales biodegradables como el aserrín de fique basados en su capacidad de sorción de nutrientes como una alternativa para nutrir suelos agrícolas, que al ser sometidos a procesos de compostaje liberen y dejen disponible los nutrientes. Aprovechando de esta forma el uso de fibras vegetales residuales para la adsorción del macronutriente fosforo, con la ventaja de que una vez saturadas las fibras, éstas puedan ser reutilizadas como posible fertilizante en suelos agrícolas.

4.7. ADSORCIÓN

La adsorción es un proceso mediante el cual, se separan especies de una fase y se concentran sobre la superficie de otra. Dicha concentración puede considerarse como el resultado de una competición entre el adsorbato y el disolvente en el cual se encuentra ésta, por los sitios de unión de la superficie adsorbente. Este proceso se ve influenciado por distintas variables como el área

superficial, la funcionalidad, la porosidad, el tamaño de partícula [38]. Por otra parte, la adsorción ha sido ampliamente utilizada debido a sus atractivas ventajas como lo son alta eficiencia, flexibilidad, simplicidad de diseño, insensibilidad a sustancias tóxicas, facilidad de regeneración, bajo costo y su gran capacidad de separar una amplia gama de compuestos [39], [38].

4.7.1. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

En el proceso de adsorción es preciso cuantificar la relación entre la concentración de un analito en la superficie y en la disolución, en consecuencia, se recurre a las isotermas de adsorción. El equilibrio de adsorción define la distribución de solutos entre las fases líquida y sólida después de que la reacción de adsorción alcanza el equilibrio. La relación entre la cantidad de soluto adsorbido y la cantidad de soluto en solución en el equilibrio se denomina isoterma de adsorción [40]. La mayoría de las técnicas de biosorción se ajustan bien a dos modelos de isotermas Langmuir y Freundlich [41]. Las cuales se describen en la siguiente tabla.

Tabla 2. Isotermas de adsorción más utilizadas para estudios de adsorción de fosfatos

Isoterma	Ecuación
Langmuir	$q_e = \frac{q_{m\acute{a}x}C_e}{k + C_e} \quad \acute{o} \quad q_e = \frac{q_{m\acute{a}x}K_L C_e}{1 + K_L C_e}$ <p>(Ecuación 1)</p> <p>q_e: Cantidad de soluto adsorbido por unidad de peso de adsorbente en equilibrio (mg/g) k: Constante de Langmuir. $q_{m\acute{a}x}$: Capacidad máxima de adsorción (mg/L) C_e: Concentración en equilibrio del soluto en la solución (mg/L) K_L: Constante relacionada con la energía libre de adsorción (L/mg)</p>
Freundlich	$q = K_e C_e^{1/n}$ <p>(ecuación 2)</p> <p>K_e: Es la constante de Freundlich, relacionada con la capacidad de adsorción, y $1/n$ indica la intensidad de adsorción. Esta expresión puede ser transformada en la ecuación de una línea recta tomando logaritmos (ecuación 3).</p> $\log q = \log K_e + \frac{1}{n} \log C_e$

(ecuación 3)

La pendiente de la recta obtenida al representar **log q** frente a los **C_e** equivaldría a **1/n** y el corte con el eje de ordenadas a **log K_e**

Rendlich-Peterson

(Involucra tres parámetros, tomando elementos de las ecuaciones de Langmuir y Freundlich)

$$q_e = \frac{K_R C_e}{1 + \alpha_R C_e^\beta}$$

(Ecuación 4)

Donde **K_R** es la constante de la isoterma de Rendlich-Peterson (L/g), **α_R** también es una constante que tiene una unidad de mg⁻¹ y **β** es un exponente que se encuentra entre 0 y 1, y puede caracterizar la isoterma de adsorción, y si **β= 1**, se reduce al modelo de isotermas de Langmuir, y si **β= 0**, se reduce al modelo de isotermas lineales

Sips

$$q_e = \frac{q_m k_s C_e^{1/n}}{1 + k_s C_e^{1/n}}$$

(ecuación 5)

Donde **q_m** es la capacidad máxima de adsorción de Sips (mg/g), **k_s** la constante de equilibrio de Sips (L/mg) y **1/n** es la exponente del modelo de Sips

4.8. MÉTODOS ANALÍTICOS INSTRUMENTALES USADOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FÓSFORO

Existe una gran variedad de métodos instrumentales para la determinación de fósforo en distintas matrices, un ejemplo de ello es el uso de la espectrometría de adsorción atómica con horno de grafito para determinar la concentración de dicho elemento en forma de fósforo orgánico (OP) y en apatita de fósforo (AP; fósforo

ligado a calcio) [42], otras técnicas usadas para la determinación de fósforo total y/o fosfatos en materiales líquidos aplicados en los procesos de recuperación fósforo en lodos de depuradora se encuentran: la cromatografía iónica (CI), espectroscopia de resonancia magnética nuclear de fósforo (P-NMR), sin embargo estas técnicas para un solo análisis requieren mucho tiempo, dinero y trabajo [43]. Por otra parte, la espectrofotometría Uv-Visible con patrón de molibdeno es el método instrumental más utilizado para la determinación de fósforo y se cuantifica en función de la concentración de ortofosfatos [44], esta metodología ha sido extensamente utilizada por diversos autores para la investigación de adsorción de fosfatos en distintos materiales adsorbentes que van desde residuos sólidos industriales [44], [45], cenizas volantes [46], y finalmente fibras vegetales como las de bagazo de caña [36]. Por lo anterior, en el presente estudio se utilizará la espectrofotometría Uv-Visible para la cuantificación de fósforo.

4.9. DISEÑOS EXPERIMENTALES

Los diseños experimentales son modelos estadísticos clásicos cuyo objetivo es determinar si unos determinados factores influyen en una variable de interés y, si existe influencia de algún factor, cuantificar dicha influencia. La principal ventaja del uso del diseño experimental es la reducción del número de ensayos experimentales necesarios para evaluar múltiples parámetros y sus interacciones [47].

Los diseños experimentales se pueden clasificar de acuerdo al alcance y el objetivo que se busque, en la tabla 3 se resume la clasificación de los diseños experimentales de acuerdo con su objetivo.

Tabla 3. Clasificación general de los diseños experimentales. [48]

Diseños para comparar dos o más tratamientos	Diseños completamente al azar Diseños bloques completos al azar Diseños de cuadrados latinos y grecolatinos
Diseños para estudiar el efecto de varios factores sobre una o más variables de respuesta	Diseños factoriales 2^k Diseños factoriales 3^k Diseños factoriales fraccionados 2^{K-P}
Diseños para la optimización del proceso	Diseños para el modelo del primer orden Diseño factorial 2^k y 2^{k-P} Diseño Plackett-Burmann Diseño simplex

	Diseños para el modelo de segundo orden	Diseño de composición central Diseño Box-Behnken Diseños factoriales 3^k y 3^{k-P}
Diseños robustos	Arreglos ortogonales (diseños factoriales)	
Diseño de mezclas	Diseño con arreglo interno y externo Diseños simplex reticular Diseños simplex con centroide Diseño con restricciones Diseño axial	

Como se observa en la tabla anterior dentro del diseño para la optimización de un proceso se encuentra un diseño para el modelo de primer orden y un diseño para modelo de segundo orden. Un ejemplo de estos modelos son los diseños de Plackett-Burmann (primer orden) y Box-Behnken (segundo orden), los cuales se describen a continuación.

4.9.1. DISEÑO PLACKETT-BURMANN

El diseño experimental Plackett- Burmann es un método muy eficiente de cribado, usado para procesos en los cuales se requiere determinar el factor o los factores más significativos dentro de un gran número de factores a evaluar mediante la ejecución de pocos experimentos; además, nos permite optimizar el proceso [49]. Una de las desventajas de este diseño es que, si existen interacciones entre factores, los efectos de dichas interacciones pueden ser confundidas por el analista como los efectos principales, por ende, se recomienda tener precaución al utilizarlo [49]. .

4.9.2. DISEÑO DE BOX-BEHNKEN

Este diseño se aplica cuando se tiene tres o más factores, y suelen ser eficientes en cuanto al número de corridas. Este diseño se distingue porque no incluye como tratamientos a los vértices de la región experimental. En cualquier tratamiento del diseño Box-Behnken al menos uno de los factores se fija en la mitad de su rango de prueba. [48]

5. METODOLOGÍA

5.1. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

En la tabla 4 se resume los reactivos y equipos de laboratorio utilizados.

Tabla 4. Reactivos y equipos de laboratorio

Reactivos	Especificaciones
Agua desionizada	Tipo I
Ácido sulfúrico	Pureza: 98% Fisher Scientific
L- ácido ascórbico	Pureza: 99.6 % Fisher Scientific
Tartrato de antimonio y potasio	Pureza: 99% Merck
Molibdato de amonio 4-hidratado	J.T. Barker Inc.
Potasio dihidrogenofosfato	Pureza: 99% Merck
Ácido nítrico	Pureza: 70% HoneyWell
Ácido perclórico	Pureza: 70% Mallinckrodt Chemicals
Equipo	Marca
Espectrofotómetro	Genesys
Balanza analítica	Adventurer™ OHAUS
pH-metro	Fisher Scientific
Micropipeta de 10 a 100 µL	Brand
Micropipeta de 100 a 1000 µL	FisherBrand
Espectrofotómetro FT-IR	Thermo® IR-NICOLET iS10
Estufa	Binder
Cámara de control de temperatura	BIOTRONETTE MARK III
Microscopio electrónico de barrido	SEM Carl Zeiss EVO 15 HD
Mufla	THERMOLYNE 1400
Agitador mecánico	YANKEE VARIABLE SPEED ROTATOR CLAY-ADAMS
Papel filtro Quantitative Q2	Fisherbrand
Tamiz	ASTM-E 11. N°18, N°30, N°70

El desarrollo de la investigación se llevó a cabo en las instalaciones del laboratorio de Agroquímica y la Unidad de Análisis Industrial del Departamento de Química de la Universidad del Cauca

5.2. OBTENCIÓN Y ADECUACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

5.2.1. OBTENCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE

Se utilizaron 5 kg del residuo sólido agroindustrial del fique o cabuya llamado "Aserrín" (ver figura 1), procedentes de la empresa local Empaques del Cauca S.A. El muestreo se lleva a cabo recolectando el residuo de cada una de las máquinas de procesamiento, se forma una pila se mezcla y por método del cuarteo se toma una muestra compuesta.

Una vez obtenida la muestra es transportada al laboratorio de Agroquímica de la Universidad del Cauca en donde se le realiza la adecuación previa consistente en los siguientes procedimientos: selección y limpieza, lavado secado, reducción y finalmente homogenización de tamaño, como se describe a continuación.

Selección y limpieza: el residuo sólido fue sometido a un proceso de limpieza manual donde se retiró impurezas, para la obtención de un material en condiciones óptimas.

Lavado: se realizó un lavado del material con agua desionizada a 60°C durante 2 horas, con agitación manual cada 10 minutos, una vez lavado el material, se realiza un proceso de escurrido por gravedad.

Secado: una vez escurrido el material, se procedió a secarlo a 40 °C en el horno marca WTC binder durante 24 horas, posteriormente se deja el residuo de fique a temperatura ambiente durante 1 semana para la hidratación natural del material para su posterior uso



Figura 1. Residuo agroindustrial de fique procedente de la empresa EMPAQUES DEL CAUCA S.A

Tamaño de partícula.

Para la obtención de los distintos tamaños de partícula del residuo de fique se usó el molino de corte Retsch, una vez molida la muestra la clasificación se llevó a cabo pasando a través de tamices ASTM- 11 N°18, N°30, N°70 para un tamaño de partícula de 1,00; 0,600 y 0,200 mm, respectivamente. El proceso se presenta en la figura 2.

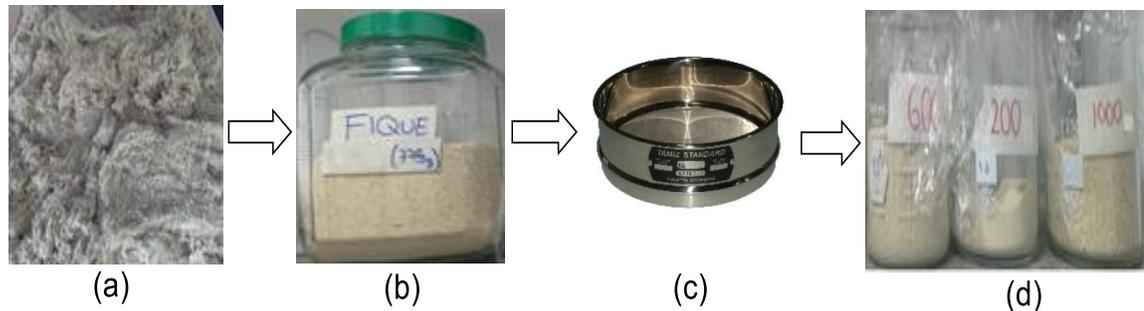


Figura 2. Proceso de obtención de tamaño de partícula: (a) Material de partida; (b) Material molido; (c) Tamizado; (d) Material tamizado a los distintos tamaños de partícula

5.3. CARACTERIZACIÓN FÍSICO-QUÍMICA DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE.

5.3.1. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD Y CENIZAS.

Para la determinación del contenido de humedad del residuo agroindustrial de fique se utilizó la técnica de deshidratación completa por evaporación con aire caliente, según el protocolo interno del grupo de investigación, se pesaron 5,0002 g del material en una caja de Petri, la cual fue llevada con muestra a la estufa regulada a 105°C durante un periodo de 24 h, una vez terminado este tiempo, las muestras se colocaron en un desecador hasta que alcanzaron la temperatura ambiente. Luego se pesó.

Para determinar la humedad se empleó la ecuación (6)

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(P_1 - P_2)}{(m)} \times 100 \quad (\text{Ecuación 6})$$

Donde:

P_1 : peso de cápsula más muestra

P_2 : peso de cápsula más muestra seca

m: peso de muestra

Cenizas

La determinación del contenido de cenizas (%) se llevó a cabo por método gravimétrico, el cual consiste en llevar 1,0000 g de aserrín de fique a un crisol y posteriormente a la mufla, la cual estaba programada como se ve en la tabla 5.

Tabla 5. Condiciones de trabajo de mufla para la determinación de cenizas.

Rampa	Temperatura(°C)	Tiempo de subida (minutos)	Tiempo en la cual se mantiene (min)
1	100	30	30
2	250	30	30
3	400	60	60
4	650	90	150

El porcentaje se calculó según la ecuación (7)

$$\% \text{ Cenizas en base seca: } \frac{W_{cc} - W_c}{W_{cm} - W_c} \times 100 \quad (\text{Ecuación 7})$$

Donde:

W_c : peso del crisol

W_{cm} : peso del crisol más la muestra

W_{cc} : peso del crisol más cenizas

5.3.2. DETERMINACIÓN DE CARBONO ORGÁNICO, AZUFRE, NITRÓGENO

Para la determinación de carbono orgánico (%C), azufre (%S) y nitrógeno (%N) se realizó según los protocolos establecidos por el grupo de investigación de agroquímica de la Universidad del Cauca y basados en normas internacionales (AOAC, 1990).

5.4. DETERMINACIÓN DE FÓSFORO INICIAL EN EL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE

El análisis de fósforo se realizó por medida espectrofotométrica a 880 nm siguiendo el método del ácido ascórbico [50], usando el espectrofotómetro UV Genesys; las soluciones diluidas de fósforo reaccionan con molibdato de amonio y tartrato de antimonio de potasio en medio ácido formando un heteropoliácido-fosfomolibdico ácido que se reduce al azul de molibdeno intensamente coloreado

por el ácido ascórbico [51]. Se utilizó el método para la medición de P total en muestras de plantas por digestión húmeda [52], para esto se tomaron 0,5 g de muestra en un matraz de 50 mL y se agregaron 10 mL de ácido nítrico (HNO_3) concentrado y se dejaron reaccionar por 24 h. Después, se adicionaron 4 mL de ácido perclórico (HClO_4). La digestión se llevó a cabo en un baño de arena caliente y luego se filtró a través de papel filtro Fisher Brand Q2, de la solución filtrada se tomaron 10 mL, las cuales fueron llevadas a un volumen de 100 mL con agua desionizada tipo 1, posteriormente se cuantificó el P mediante el método del ácido ascórbico descrito en el Standard methods [50].

5.5. ANÁLISIS INSTRUMENTAL

La caracterización del residuo agroindustrial de fique se llevó a cabo mediante dos técnicas instrumentales la espectroscopia infrarroja (IR), y la microscopía electrónica de barrido (SEM)

5.5.1. ESPECTROSCOPIA INFRAROJA (IR)

Los espectros IR para el residuo agroindustrial del fique se tomaron en un espectrofotómetro marca Thermo[®] IR-NICOLET iS10 con accesorio Smart iTR con punta de diamante (ATR), lectura en escala de Transmitancia. El espectro infrarrojo obtenido fue analizado antes y después de la adsorción.

5.5.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Las imágenes SEM del residuo agroindustrial de fique fueron tomadas en un microscopio electrónico de barrido SEM Carl Zeiss EVO 15 HD en la Universidad del Cauca.

5.6. LAVADO DEL MATERIAL

Es importante garantizar que todo el material a utilizar está completamente limpio y libre de fosfatos, es por esta razón que el material de vidrio se lava en una solución de jabón neutro o detergente no iónico, donde se deja durante 6 horas aproximadamente, luego se enjuaga con abundante agua de la llave y en seguida con abundante agua desionizada. Posteriormente se lava con jabón libre de fósforo, se enjuaga con abundante agua desionizada, finalmente, se deja en ácido clorhídrico (HCl) al 10% durante 4 horas aproximadamente, luego se enjuaga con abundante agua desionizada, de tal forma que el pH del agua del lavado final sea igual al pH del agua desionizada.

5.7. ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN

Se realizó la estandarización del método para la cuantificación de fósforo, con base a la metodología SM 4500-P. E. Utilizando el espectrofotómetro UV-Vis-Génesis. Las curvas de calibración se prepararon a partir de un patrón de 50 mg P – PO₄³⁻/L, se preparó soluciones de trabajo con el propósito de obtener curvas de calibración en un rango lineal para la determinación de fósforo en forma de fosfato, el rango de concentración para las curvas fue: 0.10, 0.15, 0.24, 0.38, 0.61, 0.84, y 1.0 mg/L; se estableció el límite superior de trabajo en 1.0 mg P – PO₄³⁻/L debido a la pérdida de linealidad experimental a mayores concentraciones.

- **Linealidad instrumental.** Para analizar la linealidad instrumental se evaluaron 7 niveles de concentración durante 6 días diferentes. Se prepararon 6 curvas de calibración durante los 6 días, una curva de calibración por día, las cuales fueron sometidas al método descrito en la metodología. Los resultados obtenidos en las pruebas estadísticas para la evaluación de linealidad, permitieron establecer la linealidad instrumental en el rango utilizado.
- **Precisión Instrumental:** Se evaluó por medio de dos tratamientos los cuales fueron, repetibilidad y precisión intermedia, para el primer caso, se prepararon 3 curvas de calibración con los 7 niveles de concentración y se analizaron el mismo día, bajo las mismas condiciones mientras que para la precisión intermedia se realizaron 5 curvas de calibración durante 5 días diferentes (una curva por día). Se calculó el coeficiente de variación en términos de porcentaje (%CV) por nivel de concentración bajo condiciones de repetibilidad y precisión intermedia.
- **Límites Críticos:** Se prepararon 3 curvas de calibración las cuales se analizaron el mismo día, bajo las mismas condiciones. Seguidamente, se calculó mediante el método de mínimos cuadrados las ecuaciones de las líneas de tendencia en cada curva, obteniendo de esta forma el intercepto y la pendiente para cada una de las tres curvas de calibración, con estos datos se determinó el promedio de las pendientes (m) y la desviación estándar de los interceptos (S_a). Finalmente se aplicaron las ecuaciones necesarias para establecer teóricamente los valores para el límite de detección (LD) y el límite de cuantificación (LC)

5.8. DISEÑOS EXPERIMENTALES

5.8.1. DISEÑO PLACKETT- BURMAN

En esta investigación se aplicó un diseño Plackett-Burman de 6 factores con 12 experimentos por duplicado, para evaluar la importancia de cinco variables del proceso de adsorción de fósforo en forma de fosfato sobre el residuo agroindustrial de fique, en la tabla 6 se presentan las variables independientes usadas para este diseño, junto con los distintos niveles evaluados.

Tabla 6. Variables independientes del proceso y rango de parámetros a evaluar

Variables	Unidades	Nivel alto	Nivel bajo
pH	-	10	5
Tamaño de partícula	Mm	1,00	0.200
Temperatura	°C	25	15
Cantidad de Adsorbente	G	1,300	0,300
Tiempo	H	6	1

Como variable dependiente en este estudio se definió el porcentaje de adsorción del fósforo sobre el residuo agroindustrial de fique.

A cada uno de los experimentos se adicionan 25 mL de una solución de fósforo de concentración de 10 mg P – PO₄³⁻/L, una vez terminado el tiempo de reacción se realiza una filtración de la cual se toman 10 mL de la solución filtrada y se afora a 100 mL con agua deionizada, esto con el fin de estimar la concentración de fósforo adsorbido, por la diferencia entre la concentración suministrada y la cantidad que permanece en la solución, de acuerdo a la ecuación 8, esta cuantificación se realiza espectrofotométricamente a 880 nm.

$$\% \text{ Adsorción} = \frac{C_i - C}{C_i} \times 100 \quad (\text{Ecuación 8})$$

Donde:

C_i (mg/L) y **C** son las concentraciones del fósforo (en forma de fosfato) en la solución de prueba, antes y después de la adsorción.

Los experimentos llevados a cabo son presentados en el anexo 1 que consta de doce experimentos utilizando un diseño de cribado de Plackett-Burman con el

cual se pretende estimar los factores de mayor a menor influencia por comparación simultánea entre dos niveles de diferentes factores, mediante la aplicación de un número mínimo de experimentos

5.8.2. DISEÑO EXPERIMENTAL BOX-BEHNKEN

Una vez determinados los factores que más influyen en la adsorción de fosfatos sobre el material, mediante el diseño Plackett-Burmann, se procede a establecer las condiciones óptimas de adsorción, para lograr esto, se llevó a cabo el diseño experimental de superficie de respuesta Box-Behnken, con tres factores y dos niveles (bajo y alto), con puntos centrales. En este diseño, se mantuvo la variable de respuesta como el porcentaje de adsorción de fosfato sobre el residuo aserrín de fique como se presenta en la tabla 7.

Tabla 7. Factores experimentales

Nombre	Unidades	Bajo	Alto	Puntos Centrales	Punto Central	Diseño
A: Tamaño de partícula	mm	0,200	1,00	Por Bloque	Colocación	Aleatorizado
B: Cantidad de adsorbente	g	0,300	1,30	3	Aleatorio	Sí
C: Tiempo	h	1,0	6,0			

Para el diseño de los puntos experimentales se hizo uso del software Statgraphics Centurion XVI.I para diseñar y para llevar a cabo las pruebas estadísticas requeridas para este trabajo se utilizó el paquete estadístico SPSS versión 23 y el programa Excel. Los experimentos llevados a cabo se presentan en el anexo 2

5.9. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL ASERRÍN DE FIQUE

Se evaluó la capacidad de adsorción del material adsorbente con las condiciones óptimas arrojadas por el diseño Box-Behnken, para esto se tomaron 25 mL de solución fosfato de concentración $10 \text{ mg P} - \text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ a un pH 5.02, que se adicionaron a 1.2301 g del material adsorbente, la mezcla se agitó mecánicamente en un agitador marca YANKEE VARIABLE SPEED ROTATOR

CLAY-ADAMS durante 1 h, manteniendo la temperatura a 25°C. Cada diez minutos se retiró un experimento del sistema, el cual se procede a filtrar, para estimar la concentración del fósforo adsorbido por la diferencia entre la concentración suministrada y la cantidad que permanece en la solución, esta cuantificación se realiza por dilución es decir se toman 10 mL de la solución filtrada y se aforan a 100 mL, seguidamente se cuantifican espectrofotométricamente a 880 nm de acuerdo a la metodología descrita del ácido ascórbico.

5.10. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Para el ensayo de las isoterma de adsorción se preparó una solución madre de 500 mg/L de fosfatos y de ésta se prepararon las distintas soluciones que variaron entre 10-100 mg/L de fosfatos a un pH 5.08, que se adicionaron a 1.2301 g del material adsorbente, la mezcla se agitó mecánicamente en un agitador marca YANKEE VARIABLE SPEED ROTATOR CLAY-ADAMS durante 1 h, manteniendo la temperatura a 25°C. Las muestras se filtraron y luego se cuantificó espectrofotométricamente a 880 nm.

5.11. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE CONTACTO

Se evaluó la capacidad de adsorción del material adsorbente a diferentes tiempos de contacto con la solución de fosfato, se pesaron 1.2301 g de adsorbente y se adicionó 25 mL de solución de 10 mg/L de fosfato a pH 5.2, y se agitó la mezcla durante 6 h, las muestras se retiraron en intervalos de 1 h, las cuales se filtraron y se realizó la respectiva dilución para poder ser cuantificadas espectrofotométricamente a 880 nm, tal y como se mencionó en los ítems anteriores.

5.12. EVALUACIÓN DE LA LIBERACIÓN DE FÓSFORO A PARTIR DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE

Se determinó la liberación de fosfatos desde el material adsorbente de la siguiente manera: se pesaron 1.2301 g de adsorbente y se pusieron en contacto con agua desionizada a pH 5 durante un periodo de 1 a 6 h. Las muestras se filtraron y luego se cuantificó espectrofotométricamente a 880 nm.

6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1. CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE

Los resultados experimentales obtenidos de la caracterización fisicoquímica del residuo agroindustrial de fique que va ser utilizado como adsorbente, se presentan en la tabla 8.

Tabla 8. Caracterización fisicoquímica del residuo agroindustrial de fique

Parámetro/Análisis	Resultado porcentual (%)
Humedad	11,73
Cenizas	7,37
Carbono	48,95
Azufre	3,12
Nitrógeno	0,72

Esta caracterización es importante debido a que la composición química de las fibras está estrechamente relacionada con las propiedades ya sean mecánicas o de biodegradabilidad [5], como se puede observar en la tabla anterior, el carbono es el elemento mayoritario en el residuo agroindustrial de fique ya que este elemento forma parte de azúcares, hemicelulosa, sustancias fenólicas, aminoácidos, péptidos y otras sustancias fácilmente biodegradables, en cuanto al valor del porcentaje de humedad obtenido, no posee una gran diferencia en comparación de otras fibras vegetales, en donde el porcentaje de humedad del sisal tiene valores que comprenden del 10 al 22 % , la fibra de yute con un valor del 11% [6], [12], [53]. Por otra parte, el porcentaje de cenizas es más alto en comparación con los reportados para otras fibras como sisal y yute cuyo porcentaje se encuentra entre el 0.6-1 %, y entre 2-4% [8], respectivamente, pero cercano al encontrado en la fibra de *Furcraea foetida* cuyo porcentaje de ceniza fue del 6.53% [5], la literatura reporta que estos porcentajes varían dependiendo de la composición química de las fibras, como se mencionó anteriormente dichas fibras están constituidas principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina, las cuales influyen enormemente en las propiedades como por ejemplo, la humedad de las fibras y su relación con el contenido de celulosa, la literatura reporta que la alta adsorción de agua por parte de las fibras se debe principalmente a la celulosa que gracias a sus grupos hidroxilo le dan propiedades hidrófilas a las fibras [6]

6.2. CARACTERIZACIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE MEDIANTE EL USO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES

- **ESPECTROSCOPIA INFRARROJO (IR)**

Para determinar los grupos funcionales presentes en la superficie del residuo agroindustrial de fique, se utilizó la espectroscopia infrarroja (IR); cuyo resultado se presenta en la figura 3, en la cual se puede observar bandas de absorción características de los diferentes grupos funcionales, correspondientes a los principales componentes de las fibras vegetales como lo son Celulosa, hemicelulosa y lignina. El espectro IR exhibe una señal en 3331 cm^{-1} el cual se atribuye a las vibraciones de estiramiento O-H, correspondiente a la celulosa cuyas señales características incluyen la banda ancha entre 3650 y 3000 cm^{-1} [17], la señal en 2920 cm^{-1} se puede atribuir a las vibraciones de estiramiento C-H [54], [5], la señal a 2851 cm^{-1} se debe al resultado del estiramiento del CH_2 de la hemicelulosa, además, se puede evidenciar dos bandas características de la celulosa, a 896 cm^{-1} y 1023 cm^{-1} , debido a los enlaces glucosídicos β y debido a las vibraciones de estiramiento del esqueleto del anillo de piranosa C-O-C [17], [55]. Las señales a 1731 cm^{-1} y 1241 cm^{-1} , son generalmente atribuidas al estiramiento C=O de los grupos acetilo de las hemicelulosas y vibraciones C-O-C de enlaces éter aromático en lignina respectivamente [55]. Finalmente, los enlaces C=O de las hemicelulosas están representados por la banda a 1614 cm^{-1} [54].

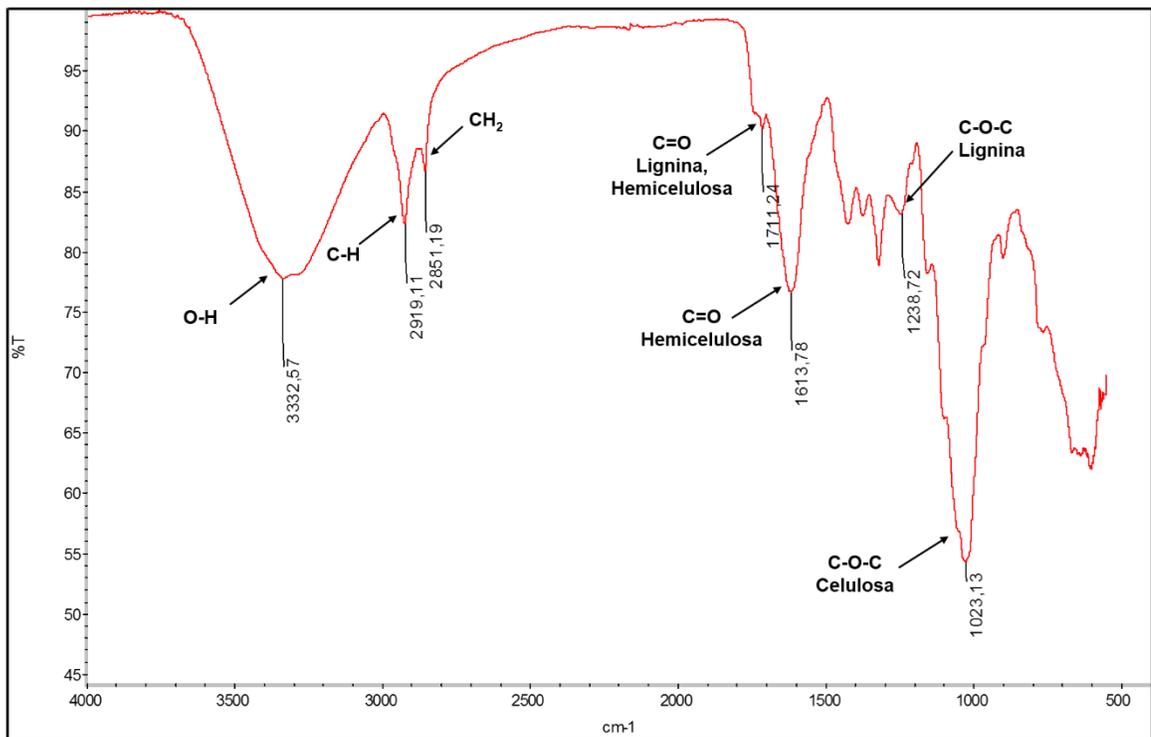


Figura 3. Espectro IR del residuo agroindustrial de fique

- **MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)**

Con el fin de determinar la morfología del residuo agroindustrial de fique, se empleó la microscopía electrónica de barrido (SEM). En la figura 4 a), se presenta la micrografía del residuo agroindustrial de fique, cuya principal característica es la heterogeneidad del material; en la figura b) se observa la presencia de fibra lisa y compacta, sin fibrilación (ruptura del haz de fibra en fibras elementales), como resultado de la presencia de grasas y aceites en la superficie de la fibra, las cuales actúan como capa protectora [56]; en la figura c) se observa una fibra, constituida por fibras elementales (fibrillas), conectadas por pectinas y otros compuestos no celulósicos; estas fibras contienen paredes que rodean canales internos denominados lumen, donde los nutrientes y el agua fluyen a lo largo de la fibra [7]. Dichas paredes consisten en estructuras compuestas por microfibrillas helicoidales de celulosa orientada en espiral, reforzadas por lignina y hemicelulosa [11]. Además, la composición de la superficie externa de la pared celular es una capa de material leñoso y sustancias cerosas que unen la célula a sus vecinas adyacentes [6].

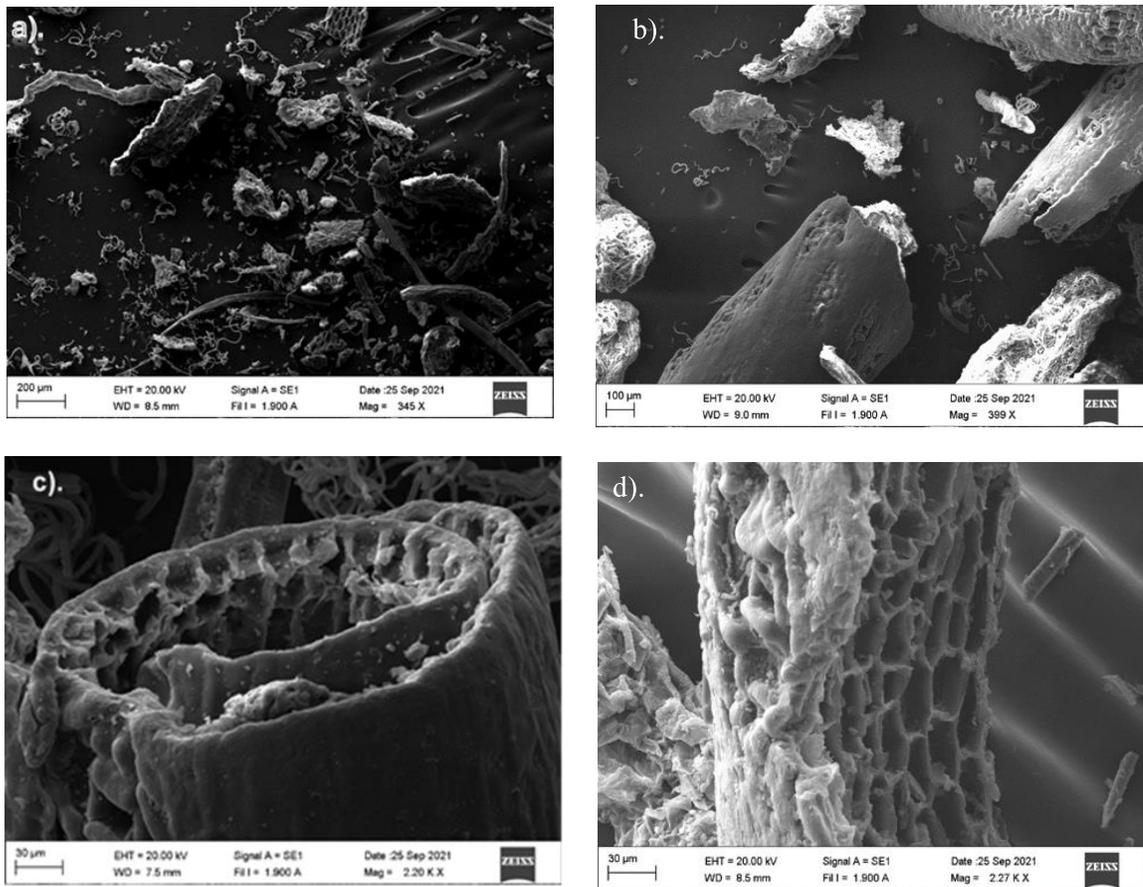


Figura 4. Micrografía SEM del residuo agroindustrial de fique. a). Micrografía general del adsorbente. b) y c). Micrografía de fibra de fique. d). Micrografía de fibra después de los experimentos realizados.

Por otra parte, en la figura 4d se puede observar el cambio en la morfología de la fibra después de los experimentos realizados, observándose mayor rugosidad de la superficie, esto es causado por el tratamiento y el pH al que fue sometido el aserrín de fique (pH:5), este aumento en la rugosidad es beneficioso dado que a mayor área de exposición mayor adsorción y mayor posibilidad de liberación cuando se aplique al suelo. En la literatura se reporta diversos estudios en los cuales se han modificado químicamente la superficie de las fibras mediante tratamientos químicos con el objetivo de mejorar las propiedades de las mismas [57], debido a que no sólo mejora la rugosidad de las fibras sino también los componentes no celulósicos como la lignina, la hemicelulosa, la pectina se eliminan con el lavado [21], un ejemplo de este tratamiento es el realizado en el bagazo de caña de azúcar en donde las fibras se carboximetilan en la superficie y luego se dopan con Fe^{2+} , al comparar los resultados de estas fibras de bagazo de caña de azúcar modificada y dopada con hierro reveló una adsorción de fosfato del 99 y 97% respectivamente [36].

6.3. ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN PARA FOSFATOS

- **LINEALIDAD INSTRUMENTAL**

Se evaluaron 7 niveles de concentración durante 6 días. Se preparó una curva de calibración por día, siguiendo la metodología descrita en el apartado 5.7 de este documento, los resultados obtenidos se registran en la tabla 9.

Tabla 9. Absorbancia niveles de concentración vs días de calibración para análisis de linealidad instrumental

Nivel de concentración PO_4^{3-} (mg/L)	Absorbancia					
	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4	Día 5	Día 6
0,1	0,06	0,062	0,064	0,061	0,052	0,061
0,1	0,062	0,061	0,063	0,062	0,054	0,06
0,1	0,06	0,06	0,064	0,061	0,053	0,059
0,150	0,094	0,091	0,089	0,094	0,087	0,088
0,150	0,091	0,089	0,089	0,096	0,086	0,088
0,150	0,094	0,09	0,09	0,094	0,087	0,088
0,240	0,146	0,142	0,149	0,146	0,144	0,150
0,240	0,149	0,148	0,15	0,146	0,144	0,151
0,240	0,149	0,145	0,149	0,147	0,146	0,151
0,380	0,236	0,232	0,238	0,235	0,236	0,236
0,380	0,237	0,23	0,238	0,234	0,235	0,237
0,380	0,236	0,234	0,236	0,235	0,234	0,237
0,610	0,38	0,377	0,368	0,375	0,365	0,385
0,610	0,38	0,37	0,369	0,375	0,366	0,383
0,610	0,37	0,379	0,369	0,376	0,367	0,384
0,840	0,522	0,497	0,505	0,52	0,504	0,524
0,840	0,53	0,53	0,505	0,52	0,503	0,524
0,840	0,52	0,503	0,504	0,521	0,501	0,524
1,00	0,62	0,608	0,605	0,592	0,61	0,62
1,00	0,626	0,615	0,603	0,592	0,61	0,619
1,00	0,625	0,607	0,605	0,591	0,61	0,618

Antes de iniciar cualquier tipo de análisis a los datos presentados en la tabla anterior, el primer paso es evaluar la normalidad de los mismos ya que si estos datos no se distribuyen normalmente, es inviable realizar interpretaciones válidas a través de métodos paramétricos y sacar conclusiones confiables. Por esta

razón se procede a evaluar la normalidad de los datos mediante la prueba de kolmogorov- Smirnov la cual permite utilizar tamaños de muestra máximo a 50. En la tabla 10 se presenta el resultado de la evaluación de normalidad de la concentración en función de la absorbancia, esto con el fin de verificar, si el comportamiento de las diferentes absorbancias de los distintos niveles de concentración (0,1 mg/L hasta 1 mg/L) durante los 6 días diferentes cumple o no con una distribución normal.

Tabla 10. Evaluación de la Normalidad de los datos en función de la absorbancia en los distintos niveles de concentración trabajados en días diferentes (de 1 a 6 días).

Concentración (mg/L)			
	Estadístico	gl	Sig
0,1	0,284	18	0,000
0,150	0,173	18	0,163
0,240	0,183	18	0,115
0,380	0,184	18	0,108
0,610	0,191	18	0,081
0,840	0,253	18	0,004
1,00	0,117	18	0,200

Como se puede observar los datos de la tabla 10, a excepción del primer nivel de concentración los demás niveles de concentración del intervalo de trabajo se ajustan a una distribución normal con un ($p > 0,05$), lo cual demuestra estadísticamente que las distintas absorbancias en los diferentes niveles de concentración evaluados durante los 6 días, se aproximaron a una distribución normal. Es decir, los datos obtenidos provienen de una población normal.

Tabla 11. Evaluación de la distribución normal de los datos en función del tiempo. (Los niveles de concentración evaluados fueron desde 0,1 hasta 1 mg/L)

Día			
	Estadístico	gl	Sig
1	0,187	21	0,056
2	0,185	21	0,059
3	0,184	21	0,060
4	0,188	21	0,055
5	0,182	21	0,066
6	0,184	21	0,062

Así mismo se observa que los resultados en la tabla 11 se ajustan a una

distribución normal con un ($p > 0,05$), por tanto, como inferencia estadística, se acepta la hipótesis nula (H_0) que confirma la suposición de normalidad en la distribución poblacional de los datos. Por tanto, se pudo aplicar pruebas paramétricas de homogeneidad de varianzas (prueba de Levene) y análisis de varianzas ANOVA.

Para evaluar la presunción de igualdad de varianzas (homocedasticidad) se realizó el test de Levene, estableciendo como hipótesis nula (H_0) que la varianza de los grupos de población son iguales. Como hipótesis alterna (H_1) se tiene que al menos dos varianzas difieren significativamente.

Tabla 12. Resultado de test de homogeneidad de varianzas

	Estadístico de Levene	gl 1	gl 2	sig
Se basa en la media	0,032	5	120	0,999
Se basa en la mediana	0,014	5	120	1,000

De la tabla 12 se puede observar que las varianzas del grupo poblacional son iguales ($p > 0,05$), lo que indica que se debe aceptar la hipótesis nula (H_0), que afirma que las varianzas de los grupos no son diferentes

Al confirmar que los datos trabajados poseen normalidad, y homogeneidad de varianzas (test de Levene), es posible realizar el análisis de varianza ANOVA con el fin de verificar la hipótesis nula de que todas las muestras se extraen de una población con media μ y varianza σ_0^2 , esto es: $H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$ y como hipótesis alterna H_1 : Al menos dos medias de los grupos poblacionales son significativamente diferentes $H_1: \mu_i \neq \mu_j$ para alguna $i \neq j$.

Con el fin de aceptar o no, la hipótesis nula se realizó el estudio de la variación dentro de los grupos y entre grupos, es decir la variabilidad debida al error experimental y la debida a las diferencias entre tratamientos respectivamente. Las cuantificaciones para dichas variabilidades se realizan mediante el llamado cuadrado medio dentro de grupos y entre grupos.

Tabla 13. ANOVA para absorbancia vs día

Fuente de variación	GI	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	F_c	Sig
Entre grupos	5	0,001	0,000	0,007	1,000
Dentro de grupos	120	4,969	0,041		
Total	125	4,970			

Como se puede observar en la tabla 13, el test ANOVA presenta un valor de significancia ($p > 0,05$) lo cual indica que las varianzas son iguales por tanto se

acepta la hipótesis nula, en otras palabras, las varianzas del día 1 hasta el día 6 provienen de una misma población, es decir, no existen diferencias significativas al hacer la curva en el día 1 o en el día 6.

De manera similar se realiza la prueba ANOVA para estimar si existen diferencias significativas entre los valores de absorbancia obtenidos en función de los distintos niveles de concentración. Los resultados obtenidos se presentan a continuación, en la tabla 14.

Tabla 14. ANOVA para absorbancias vs nivel de concentración.

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig
Entre grupos	4,965	6	0,827	18470,287	0,000
Dentro de grupos	0,005	119	0,000		
Total	4,970	125			

La tabla 14 muestra un valor de significancia ($p < 0,05$), por lo cual no se acepta la hipótesis nula, es decir que existe diferencias significativas en las varianzas entre concentraciones o por lo menos un par de ellas.

Para determinar entre cuáles niveles de concentración hay diferencias significativas, se utiliza la prueba de Tukey (o prueba de grupos), una vez no aceptada la hipótesis nula de igualdad de medias de ANOVA (tabla 14), con intervalo de confianza del 95%, los resultados son presentados en la tabla 15.

Tabla 15. Prueba de Tukey

Nivel de concentración (mg/L)	N	Subconjunto para alfa = 0,05						
		1	2	3	4	5	6	7
0,100	18	0,0599						
0,150	18		0,0903					
0,240	18			0,147				
0,380	18				0,235			
0,610	18					0,374		
0,840	18						0,514	
1,00	18							0,609
Sig.			1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

En los resultados de la prueba de Tukey para el método analítico, nos indica que cada nivel de concentración está asociada a una señal diferente. Por otra parte,

esta prueba también nos permite mantener aquel nivel de concentración que no se ajustó a la prueba de normalidad.

Por todo esto, los datos de la tabla 9 se evaluaron mediante un gráfico en el cual se relacionó la absorbancia con respecto a los distintos niveles de concentración.

La gráfica obtenida se muestra en la figura 5, donde se observa la tendencia lineal de los resultados, siendo posible de esta manera aplicar el método de mínimos cuadrados para la estimación de la ecuación lineal de las curvas de calibración.

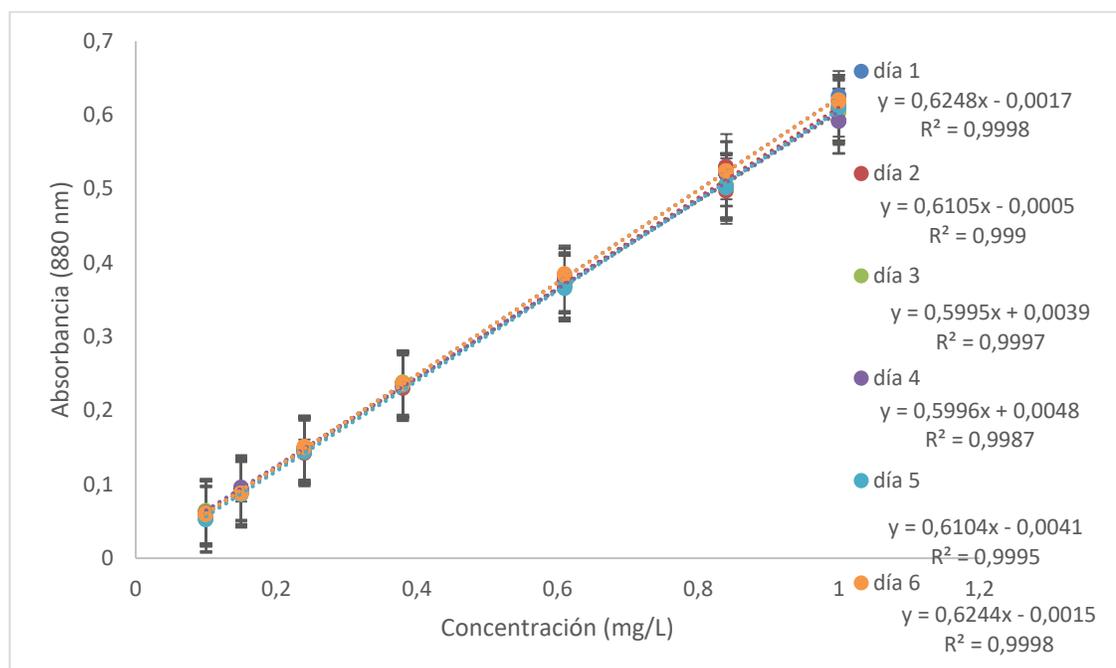


Figura 5. Linealidad de las curvas de calibración

Posteriormente para analizar la relación lineal entre las variables se utilizó la medida estadística del coeficiente de correlación de Pearson, para lo cual se tuvo en cuenta como hipótesis nula H_0 : La correlación de Pearson no es diferente de cero, mientras que la hipótesis alterna H_1 : la correlación de Pearson es diferente de cero. Al obtener un valor p menor que el nivel de significancia de 0,01, se concluye que el coeficiente es diferente de cero y no se acepta la hipótesis nula, por tanto, existe correlación altamente significativa entre la respuesta del equipo (absorbancia (800 nm) y la concentración (mg/L).

Tabla 16. Correlación de Pearson regresión lineal (linealidad instrumental).

Correlaciones	Absorbancia (880nm)	Nivel de concentración (mg/L)
Absorbancia (880nm)	Correlación de Pearson	1
	Sig. (bilateral)	0,980
	N	126
Nivel de concentración (mg/L)	Correlación de Pearson	0,999
	Sig. (bilateral)	1
	N	126

** La correlación es significativa en el nivel 0,01 (bilateral)

Así mismo como se observa en la tabla 17 el coeficiente de correlación r indica que existe una alta relación entre las variables absorbancia y concentración, de igual manera R^2 indica que el 99% de la variación de la absorbancia es explicada por la variación de la concentración.

Tabla 17. Coeficientes de correlación. (Evaluación de la linealidad instrumental)

Parámetro	Símbolo	Valor
Coeficiente de correlación	r	0,999
Coeficiente de correlación R^2	R^2	0,999

Adicionalmente se realizó prueba t de dos colas (que permite comprobar las diferencias en ambas direcciones) para evaluar si la pendiente y el intercepto son significativamente diferentes de cero y adecuados para las curvas de calibración estudiadas en este parámetro. Por lo que se plantea la H_0 (la pendiente y el intercepto no son significativamente diferentes de cero) y la H_1 (la pendiente y el intercepto son significativamente diferentes de cero), así mismo se determinaron los límites de confianza (L.C.) de cada uno de estos parámetros, los resultados son presentados en la tabla 18.

Tabla 18 Resultados obtenidos en la Evaluación Estadística de la Pendiente y el Intercepto.

Parámetro	Símbolo	Valor	Valor t experimental	T teórico	Límite de confianza (95%)	
					Inferior	Superior
Pendiente	m	0,6115	280,1476	2,57	0,60589	0,61712
Intercepto	b	0,00015	0,1218		-0,00307	0,00337
Desviación Estándar para la pendiente	S_m	0,002182				
Desviación Estándar para el intercepto	S_b	0,00125				

Teniendo en cuenta que para la pendiente el valor del t experimental es mayor al teórico ($t_{Exp} > t_{Teo}$) y que para el intercepto ($t_{Exp} < t_{Teo}$), no se acepta la hipótesis nula en ambos casos y se determina que la pendiente y el intercepto son significativamente diferentes de cero, por lo que estos parámetros son adecuados para las curvas de calibración.

Mediante análisis de varianza (ANOVA) se evaluó estadísticamente la regresión en las curvas de calibración de la tabla 9, los resultados de ANOVA se presentan en la tabla 19.

- **PRECISIÓN INSTRUMENTAL**

Se evaluaron por medio de dos tratamientos los cuales fueron, repetibilidad y precisión intermedia, según lo descrito en la metodología, los resultados obtenidos para la repetibilidad son presentados en el anexo 3 y cuyo promedio se encuentra en la tabla 19, en donde también se puede observar que el coeficiente de variación (CV) para cada nivel de concentración de la curva de calibración (inferior al 2%) lo cual demuestra que la precisión y la reproducibilidad del método implementado en términos de repetibilidad.

Tabla 19. Datos para determinar la repetibilidad instrumental

Concentración (mg/L)	Abs.	S	%CV
0,1	0,061	0,001	1,65
0,15	0,094	0,001	0,71
0,240	0,154	0,001	0,82
0,380	0,238	0,002	0,93
0,610	0,381	0,002	0,40
0,840	0,525	0,004	0,68
1	0,621	0,002	0,27
r^2	0,9999		
m	0,6215		
b	0,0014		
$S_{y/x}$	0,0023		
S_m	0,0026		
S_b	0,0015		

Para la evaluación de la precisión intermedia las curvas se prepararon durante días diferentes, una curva de calibración por día, los resultados obtenidos se resumen en el anexo 4. La tabla 20, resume los datos y cálculos obtenidos para la evaluación de la precisión intermedia.

Tabla 20. Curva de calibración para precisión intermedia

concentración PO_4^{3-} (mg/ L)	Abs.	S	CV
0,1	0,059	0,003	4,32
0,150	0,089	0,006	6,57
0,240	0,142	0,010	7,03
0,380	0,225	0,014	6,22
0,610	0,360	0,023	6,43
0,840	0,497	0,029	5,81
1,000	0,607	0,014	2,37
r^2	0,9995		
m	0,6021		
b	-0,0028		
$S_{y/x}$	0,005		
S_m	0,0058		
S_b	0,0034		

Como se observa en la tabla anterior los coeficientes de variación obtenidos disminuye a medida que el nivel de concentración aumenta esta variabilidad se da tanto para repetibilidad como para precisión intermedia, obteniéndose un coeficiente de variación menor al 8% demostrando así la reproducibilidad y precisión del método implementado al preparar curvas en diferentes días.

- **DETERMINACIÓN DE LÍMITES CRÍTICOS**

Se realizó la determinación teórica de los límites de detección y cuantificación, para esto se prepararon 3 curvas de calibración cuyos niveles de concentración comprendieron desde 0,1 a 1,0 mg / L siendo analizadas el mismo día, bajo las mismas condiciones (anexo 3), utilizando el método de mínimos cuadrados se obtiene la pendiente y el intercepto para cada una de las tres curvas de calibración, con los respectivos datos de cada curva, se determinó el promedio de las pendientes (\bar{m}) y la desviación estándar de los interceptos (S_a). Finalmente se aplicaron las ecuaciones necesarias para establecer teóricamente los valores para el límite de detección (LD) y el límite de cuantificación (LC), los resultados se muestran en la tabla 21

Tabla 21. Cálculo del Límite de Detección (LD) y el Límite de Cuantificación (LC)

Parámetro	Curva 1	Curva 2	Curva 3	S_a	(\bar{m})	LD (mg/L PO_4^{3-})	LQ (mg/L PO_4^{3-})
Pendiente	0,6250	0,6190	0,6206	0,0013	0,6215	0,01	0,02
Intercepto	-0,0001	0,0020	0,0022				

la tabla anterior presenta el límite de cuantificación de 0,02 mg/L, pero se decidió no empezar la curva ahí debido a que las concentraciones que se iba a realizar para los diseños experimentales era mucho más alta.

6.4. DISEÑOS EXPERIMENTALES

- **PLACKETT-BURMAN**

El primer paso para evaluar la adsorción de fósforo en el residuo agroindustrial de fique es determinar el factor o los factores que más influyen sobre dicha adsorción dentro de un gran número de factores a evaluar, para esto se realiza un diseño Plackett-Burmann el cual es un método muy eficiente de cribado que nos permite optimizar el proceso logrando de esta manera una mayor adsorción de fósforo posible sobre el aserrín de fique. En este estudio se evaluó el efecto de diversos factores (ver tabla 6) para estimar cuál o cuáles influyen en este proceso de adsorción. En la tabla 22 se presentan los porcentajes de adsorción de fósforo

sobre el aserrín de fique obtenidos de forma experimental, ejecutados mediante el diseño experimental Plackett- Burman (ver metodología).

Tabla 22. Diseño experimental Plackett-Burman y resultados del porcentaje (%) de adsorción de fósforo sobre residuo agroindustrial de fique (aserrín de fique)

Orden Corrida	%Ad	Orden Corrida	% Ad	Orden Corrida	% Ad	Orden corrida	% Ad
1	16,7	7	1,42	13	9,9	19	0,2
2	11,8	8	0,4	14	0	20	1,0
3	14,9	9	23,5	15	35,2	21	8,5
4	34,3	10	17,9	16	22,9	22	15,3
5	5,5	11	14,9	17	24,6	23	10,8
6	30,8	12	20,0	18	14,7	24	0

Al realiza la prueba de normalidad de los datos (ver anexo 1.1), se obtuvo un valor $p > 0,05$, lo cual indica que los datos obtenidos durante el diseño Plackett - Burmann provienen de una población normal. Por otra parte, a los datos obtenidos se le realiza un análisis de varianza ANOVA, con el objetivo de indicar que la elección de todos los factores escogidos para el modelo es significativa. Para establecer la significancia estadística de los efectos se utilizó un nivel de confianza del 95%. En la tabla 23 se presenta el ANOVA para el porcentaje de adsorción de fósforo sobre el aserrín de fique, en la cual se observa que el valor-p para el modelo es menor a 0,05 lo cual indica que los términos del modelo son significativos. De igual manera se compara el valor p de los distintos factores escogidos con un nivel de significancia $\alpha=0,05$, los resultados obtenidos (ver la tabla 23) indican que tres factores, tamaño de partícula, tiempo y cantidad de adsorbente, afectan significativamente la adsorción de fósforo en el aserrín de fique,

Tabla 23. Análisis de varianza para el porcentaje de adsorción de fósforo sobre aserrín de fique.

Fuente	gl	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	5	1884,78	376,956	5,55	0,003
Lineal	5	1884,78	376,956	5,55	0,003
pH	1	173,57	173,566	2,56	0,127
Tamaño de Partícula (mm)	1	720,05	720,048	10,61	0,004
Temperatura (°C)	1	66,20	66,200	0,98	0,337
Cantidad de Adsorbente (g)	1	540,02	540,021	7,95	0,011
Tiempo (h)	1	384,94	384,943	5,67	0,029

Error	18	1222,12	67,896		
Falta de ajuste	6	1124,33	187,389	23,00	0,000
Error puro	12	97,79	8,149		
Total	23	3106,90			

Por otra parte, los factores: pH, Temperatura, obtuvieron un valor ($p > 0.05$), con lo cual se acepta la hipótesis nula (H_0 : el factor no influye), con estos resultados es posible concluir que estos factores no tienen efecto sobre la adsorción de fósforo en el aserrín de fique

Con el fin de realizar una alternativa gráfica para completar al análisis de varianza se utilizó el diagrama de Pareto, el cual describe los efectos e interacciones significativos. En el diagrama cada barra representa el efecto estandarizado de cada factor, los efectos así estandarizados se ordenan de mayor a menor y se comparan con el valor t (la línea vertical punteada en la gráfica). La longitud de cada barra es proporcional al grado de significancia del factor relacionado. Los valores que superan la línea de referencia son considerados valores significativos y los que no lo hacen se consideran insignificantes (Figura 6) [58].

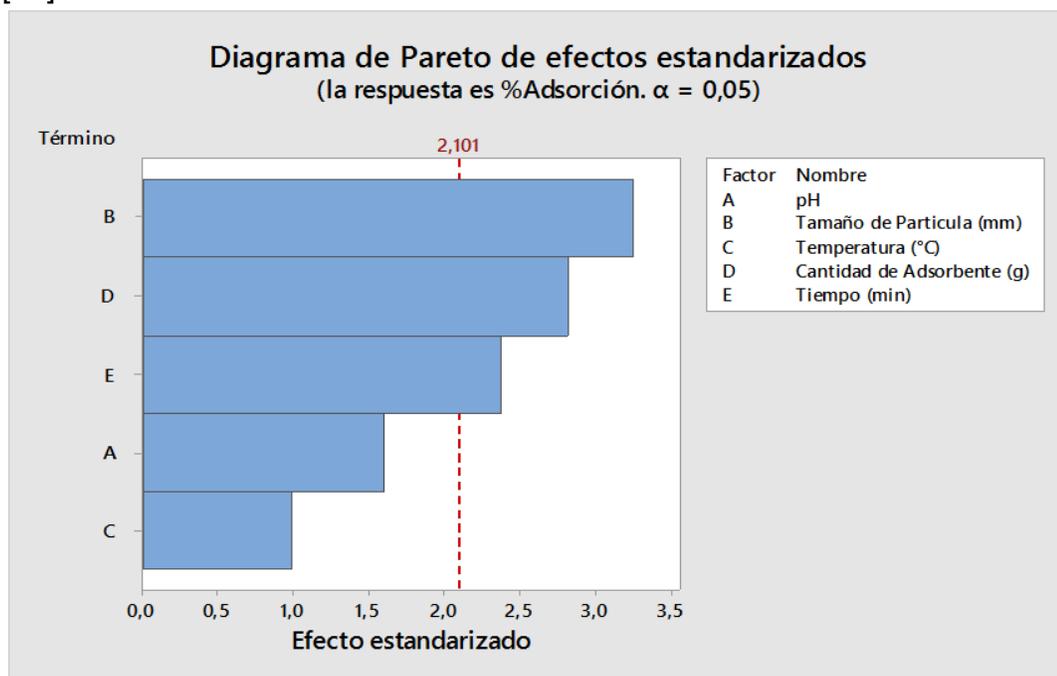


Figura 6. Diagrama de Pareto para la determinación de los factores de adsorción de fósforo en el aserrín de fique

En la figura 6, se muestran tres factores que sobrepasan la línea de referencia, en consecuencia, son efectos significativos que influyen en la adsorción de

fósforo (en forma de fosfato), siendo el de mayor influencia el efecto producido por el factor Tamaño de partícula (B), mientras que el efecto que tiene un menor impacto es la temperatura (C), por lo tanto, tamaño de partícula (B), Tiempo (E), y cantidad de adsorbente (D), fueron seleccionados como los factores significativos para una mayor optimización

- **DISEÑO BOX-BEHNKEN**

Una vez obtenidos los porcentajes de adsorción de fosfato sobre el residuo agroindustrial de fique, ejecutando los experimentos estipulados mediante el diseño experimental de superficie de respuesta Box-Behnken, con tres factores y dos niveles (bajo y alto), se realizó el análisis de varianza (ANOVA) mostrando en la tabla 24. En la cual se puede apreciar que al comparar el valor-P de los respectivos experimentos con un valor de significancia $\alpha = 0,05$, los factores B (cantidad de adsorbente), BB y BC, no aceptan la hipótesis nula debido a que presenta un valor menor a 0,05; lo que indica que son significativamente diferente de cero con un nivel de confianza del 95%, es decir que los efectos B, BB y BC si presentan influencia en el proceso de adsorción de fósforo (en forma de fosfato). Caso contrario con lo que ocurre con el factor C (tiempo) el cual, presenta un valor-p $> 0,05$ por lo cual, se acepta la hipótesis nula y se concluye que este factor no influye en el proceso de adsorción de fósforo. Por otra parte, se puede evidenciar que las interacciones AA, AB, AC, y CC presentan un valor-p $> 0,05$, lo cual nos conduce a aceptar la hipótesis nula, es decir, que no se presenta interacciones entre estos factores.

Tabla 24. Análisis de varianza para el porcentaje de adsorción de fósforo sobre aserrín de fique.

Fuente	Suma de Cuadrados	gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Tamaño de partícula	9,76563	1	9,76563	0,53	0,4748
B: Cantidad de adsorbente	333,063	1	333,063	18,13	0,0004
C: Tiempo	10,0806	1	10,0806	0,55	0,4679
AA	48,8063	1	48,8063	2,66	0,1195
AB	9,90125	1	9,90125	0,54	0,4718
AC	1,62	1	1,62	0,09	0,7697
BB	181,551	1	181,551	9,88	0,0053

BC	108,781	1	108,781	5,92	0,0250
CC	4,10782	1	4,10782	0,22	0,6417
Bloques	5,89633	1	5,89633	0,32	0,5776
Error total	348,978	19	18,3673		
Total (corr.)	1045,57	29			

Así mismo, se analizó el diagrama de Pareto (figura 7), en este tipo de diagrama es posible estimar si los efectos de los factores o interacciones de los mismos son positivos o negativos según corresponda el signo; como se observa el factor que sobrepasa la línea de significancia es B, lo cual nos indica que este efecto es significativo es decir este factor influye en el proceso de adsorción, resultado que es comparable con el ANOVA (ver tabla 24); así mismo, el diagrama indica que un aumento en la cantidad de adsorbente, aumentará el porcentaje de adsorción, por otra parte, las interacciones BB y BC también, son significativas para este proceso pero sus efectos son negativos es decir que las interacciones entre los factores B y C, conducen a una disminución o afectación significativa en el porcentaje de adsorción durante el proceso

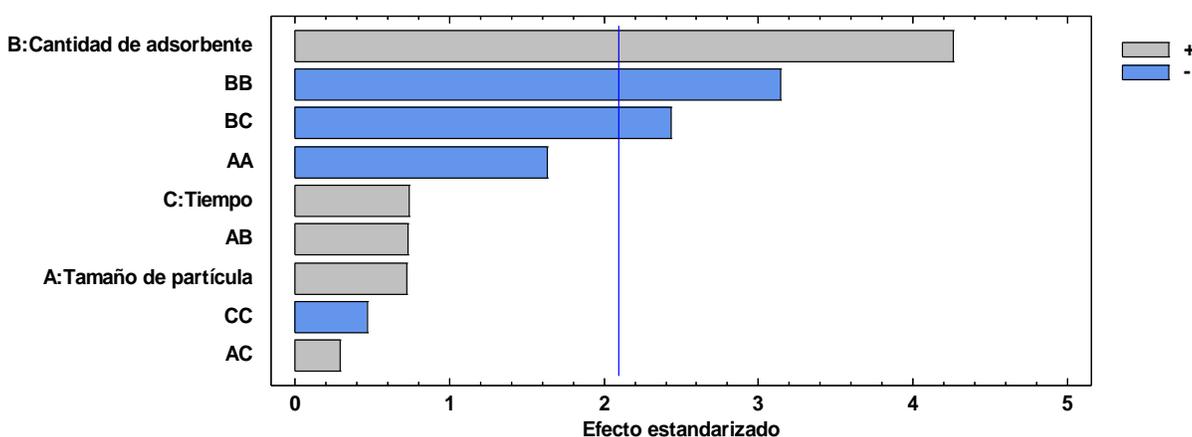


Figura 7. Diagrama de Pareto Box-Behnken

Con el fin de, establecer los puntos óptimos para la adsorción de fósforo sobre el material adsorbente, se analizó los efectos principales presentados en la figura 8, en la cual, se observa que el factor correspondiente a la cantidad de adsorbente muestra un crecimiento en la adsorción, mientras que el tamaño de partícula presenta un crecimiento en la adsorción, pero hasta cierto punto, y seguidamente una disminución en la adsorción de fósforo, finalmente, el tiempo presenta un pequeño efecto sobre la adsorción ya que ésta tiende a estabilizarse, es decir no se ve cambios significativos en el proceso de adsorción

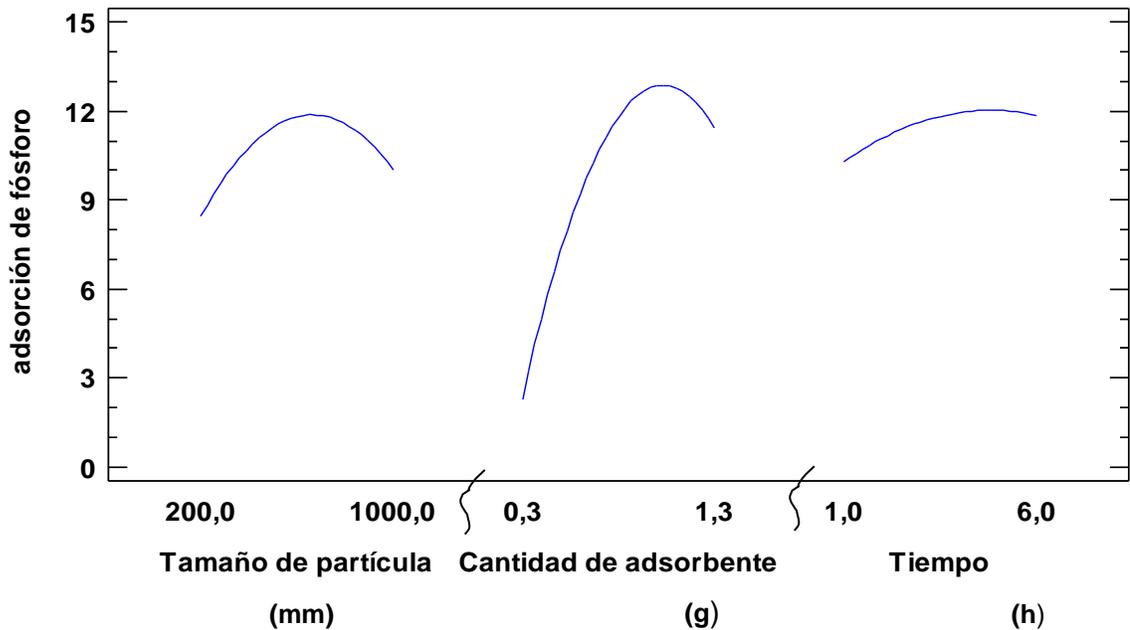


Figura 8. Efectos principales para la adsorción en aserrín de fique.

Con respecto a las interacciones de efectos principales, presentadas en la figura 9 se puede observar que, si existe interacción entre dos factores, factor B (cantidad de adsorbente) y el factor C (tiempo), estos resultados se pueden corroborar en la tabla 24, en dónde el valor de p para las interacciones entre los factores BC es menor a 0,05.

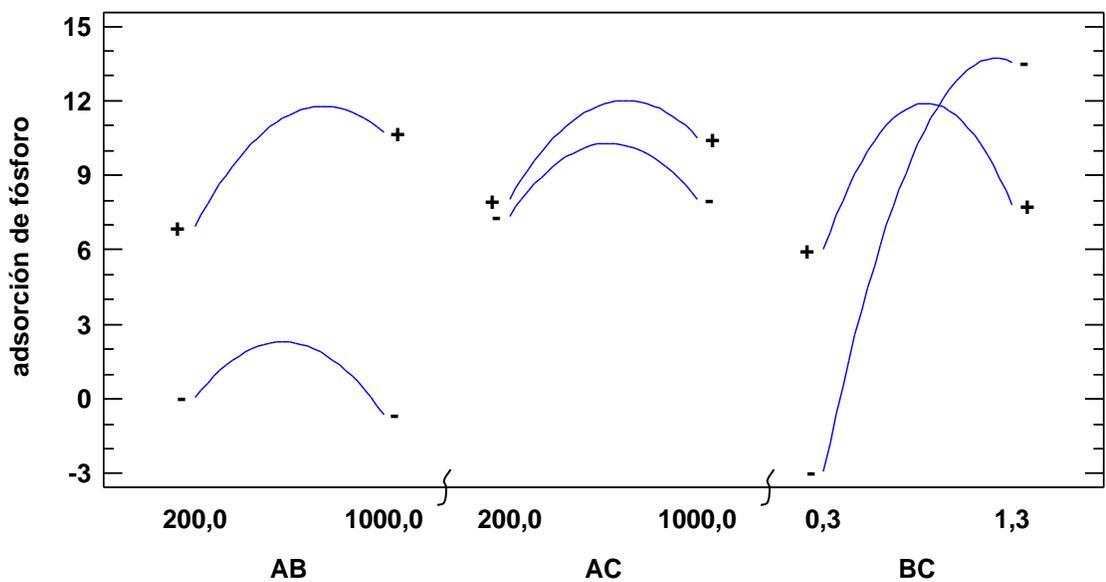


Figura 9. Interacción de efectos principales para la adsorción

La ecuación del modelo ajustado se registra en la ecuación (9).

$$\text{Adsorción de fósforo} = -22,351 + 0,0152094A + 47,8458B + 3,24283C - 0,0000160677A^2 + 0,0055625AB + 0,00045BC - 19,8333B^2 - 2,95BC - 0,119333C^2 \quad (\text{ecuación 9})$$

la función conlleva a un gráfico de superficie de respuesta, como se observa en la figura 10, que, con un tiempo de contacto de 1 hora, una cantidad de adsorbente de 1,23007 g y un tamaño de partícula de 0,700 mm se puede obtener un porcentaje de adsorción del 13,86% de fosfatos sobre el material adsorbente. Estos datos se expresan en la tabla 25 que corresponde a los valores óptimos para maximizar la adsorción de fósforo

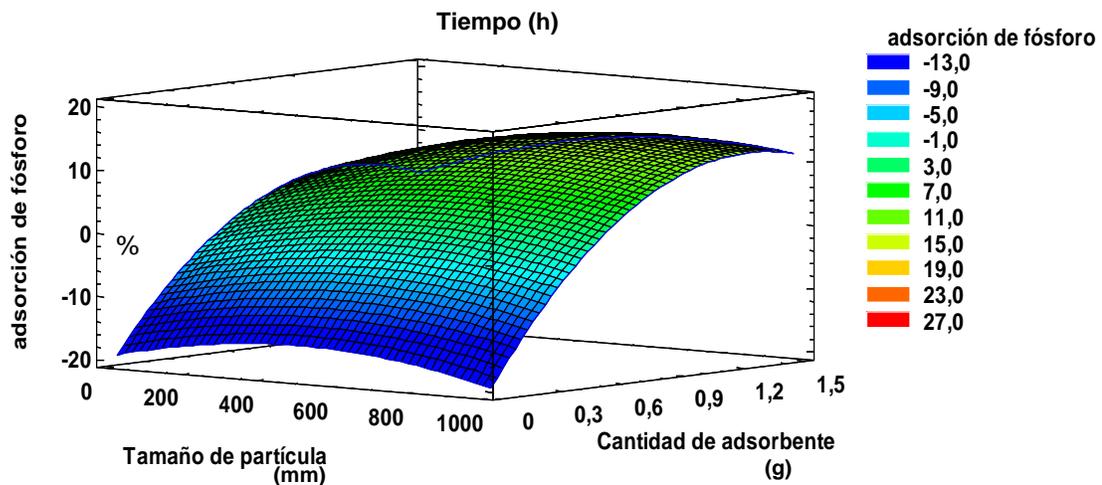


Figura 10. Superficie de respuesta para la adsorción de fosfatos en aserrín de fique.

Tabla 25. Combinación de Tamaño de partícula de relación, cantidad de adsorbente y tiempo para maximizar la adsorción de fosfato

Factor	Unidades	bajo	Alto	Óptimo
Tamaño de partículas	mm	0,200	0,1000	0,700
Cantidad de adsorbente	g	0,3	1,3	1,23
Tiempo	h	1,0	6,0	1,0

Al finalizar el diseño experimental y teniendo los valores para la optimización de la adsorción de fósforo, se realizaron ensayos por triplicados empleando los valores de las condiciones óptimas, los resultados obtenidos se pueden apreciar en la tabla 26.

Tabla 26. Porcentaje de rendimiento de adsorción con los puntos óptimos según el diseño experimental Box- Benkhen.

Muestra	% adsorción
Fosfato adsorbido sobre la superficie del residuo agroindustrial de fique	8.7

6.5. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL RESIDUO AGROINDUSTRIAL DE FIQUE PARA FÓSFORO EN FORMA DE FOSFATOS.

6.5.1. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN EN EL TIEMPO ÓPTIMO.

En la tabla 27, se presentan los resultados obtenidos del porcentaje de adsorción con respecto al tiempo de contacto, para la determinación del porcentaje de adsorción, del sistema de reacción se tomaban muestras cada 10 minutos, las cuales se les realizó el procedimiento descrito en el ítem 5.9. Para este experimento se realizó dos evaluaciones de adsorción que consiste en una evaluación inicial de la muestra en las condiciones óptimas y la otra una réplica de la muestra, las cuales aparecen como 1 y 2 respectivamente.

Tabla 27. Porcentaje de adsorción de fosfatos sobre residuo agroindustrial de fique.

Evaluación de la muestra	Tiempo (min)	Concentración real	Concentración adsorbida	% de adsorción
1	10	8,70	0,73	73,0
	20	9,09	0,35	34.6
	30	9,02	0,41	40.9
	40	8,82	0,62	61.6
	50	8,53	0,90	89.9
	60	8,50	0,93	93.1
2	10	8,85	0,58	58.49
	20	9,07	0,36	36.48
	30	9,00	0,43	43.39
	40	8,82	0,61	61.00
	50	8,65	0,78	77.98
	60	8,53	0,90	89.93

Solución madre: $9,43 \pm 0,05$ mg/L

Como se puede observar, en la figura 11, el porcentaje de adsorción del fosfato durante los primeros 10 minutos fue mayor respecto al porcentaje de adsorción

en los 20 y 30 minutos siguientes, este comportamiento puede ser debido a la disponibilidad de los sitios de unión del aserrín de fique, es decir, que durante los primeros 10 minutos el fosfato presentó una alta afinidad hacia los sitios de unión, ya que hasta este tiempo existe un número máximo de sitios de unión vacantes, debido a que la unión de ortofosfatos debe ocurrir en los sitios activos en la superficie [37], por otra parte, la disminución en el porcentaje de adsorción durante los 20 y 30 minutos siguientes puede ser debido a que en este tiempo la cobertura de la superficie (número de sitios activos ocupados/ número de sitios activos disponibles) del aserrín de fique es mayor, además a este tiempo el fosfato presenta una inaccesibilidad de los sitios de unión restantes, que sumado a la repulsión de los iones fosfatos adsorbidos en la superficie del aserrín de fique conduce a una disminución en el porcentaje de adsorción.

La figura 11 también muestra un aumento en el porcentaje de adsorción después de los 40 minutos, este aumento en la capacidad de adsorción en el aserrín de fique puede deberse a un aumento en la temperatura del sistema debido a la agitación, aumentando de esta manera la frecuencia de colisión entre el adsorbente y el adsorbato, lo cual conduce a una adsorción mejorada sobre la superficie del adsorbente, así mismo, la eliminación de fosfato en la solución podría estar relacionada con la precipitación de algunos elementos como Magnesio, azufre, silicio, calcio, desde el aserrín de fique, en donde los iones Ca^{2+} liberados desde la fibra precipitan el fosfato. Además, se ha encontrado que la adsorción de ortofosfatos puede involucrar no sólo procesos de sorción físicos sino también químicos, el primero mediante la transferencia de ortofosfatos desde la solución acuosa a los sitios del adsorbente, lo cual puede explicar la etapa inicial del experimento y el segundo mediante complejación química/ intercambio de iones en los sitios y precipitación en la superficie del adsorbente, así, de esta manera la eliminación del fosfato en el aserrín de fique también puede ser explicado mediante el intercambio de ligandos ya sea mediante cloruros de acilo o alquilo, a través de los grupos SO_4^{2-} de la hemicelulosa, como también por la presencia de los grupos funcionales Al-OH, Fe-OH [37]; además el pH al cual se realizó el estudio es ácido (pH:5), y la literatura reporta que los aniones tienden a adsorberse mejor a pH ácidos, ya que los grupos funcionales de la superficie del adsorbente toman una forma de carga neta positiva para que los aniones puedan adsorberse [41].

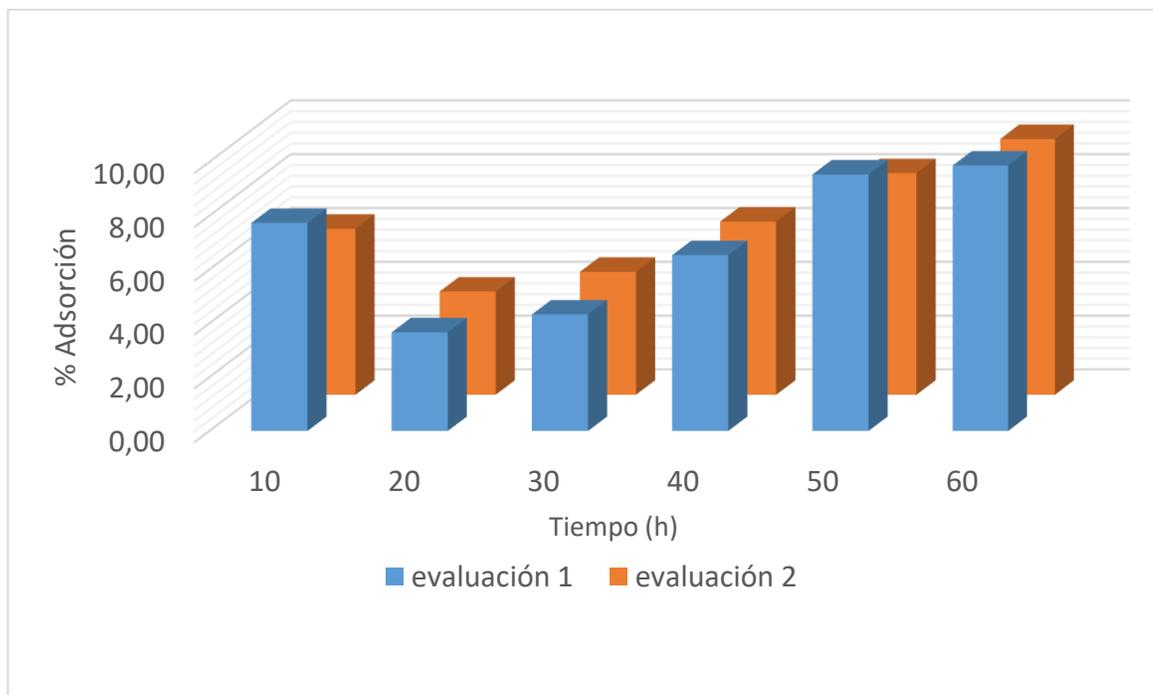


Figura 11. Porcentaje de adsorción de fosfatos desde 10 minutos a 1h.

6.5.2. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE CONTACTO.

Esta evaluación se llevó a cabo desde 1 a 6 h de contacto, los resultados obtenidos del porcentaje de adsorción de fosfato se presentan en la tabla 28.

Tabla 28. Porcentaje de adsorción de fosfato a distintos tiempos de contacto

Tiempo (h)	Concentración real (mg/L)	Concentración adsorbida (mg/L)	% de adsorción
1	8,34	1,53	15,33
2	8,93	0,92	9,34
3	9,34	0,51	5,18
4	9,87	-0,02	-0,20
5	9,81	0,05	0,51
6	9,89	-0,04	-0,41

Solución madre: $9,85 \pm 0,15$ mg/L

La figura 12 muestra que, el porcentaje de adsorción de fosfatos no se ve favorecida con tiempos de contacto prolongados en el residuo agroindustrial de fique, caso contrario a lo que ocurre en algunos biosorbentes los cuales

requieren un tiempo de reacción amplio y flexible para una adsorción favorable [37]. Se ve claramente que en el caso del aserrín de fique después de determinado tiempo termina la adsorción del fosfato y empieza la liberación del mismo, esto puede ser explicado por el hecho de que en el aserrín de fique el fosfato no se presenta una adsorción lo suficientemente fuerte (quimisorción).

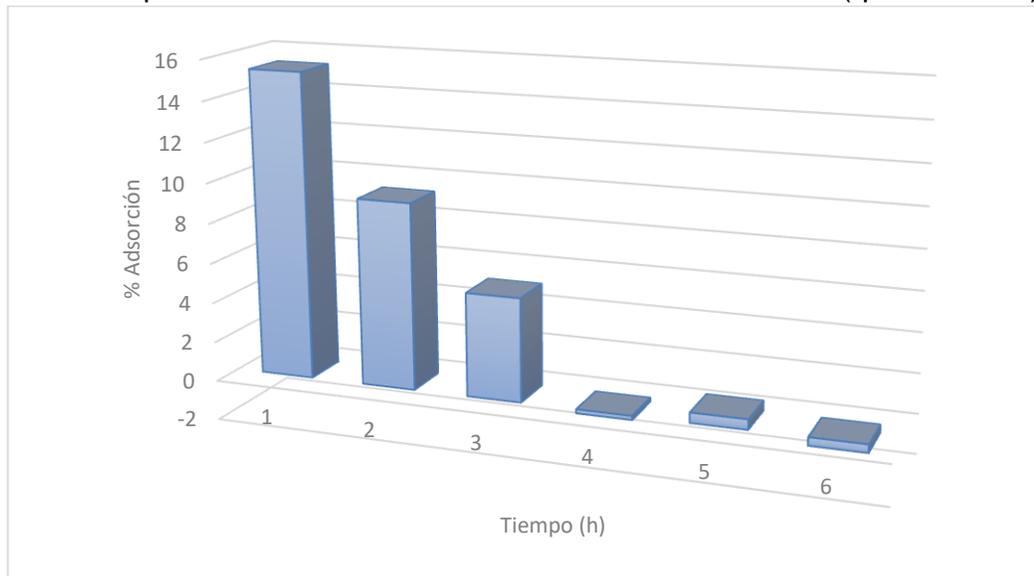


Figura 12. Porcentaje de adsorción de fosfato a distintos tiempos de contacto (1-6 h).

En vista de la obtención de porcentajes de adsorción negativos se deciden hacer ensayos de liberación de fosfatos desde la matriz natural, replicando el tiempo de contacto entre 1 y 6 horas, obteniéndose los resultados presentados en la figura 13.

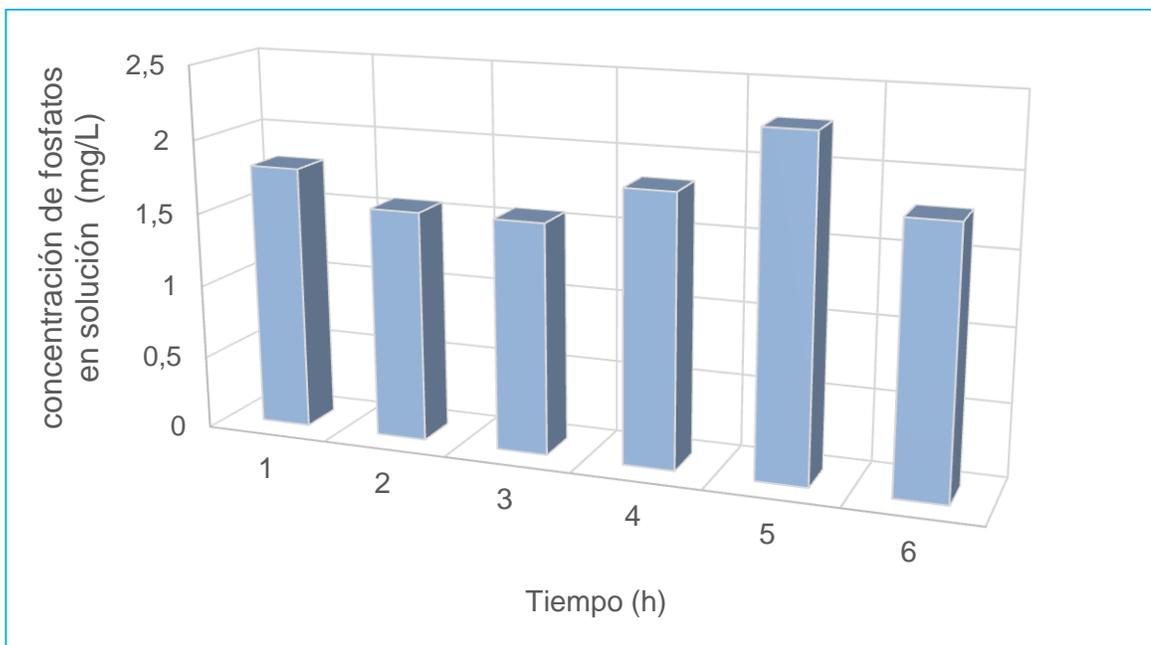


Figura 13. Liberación de fosfatos a distintos tiempos de contacto sobre el adsorbente

Donde se puede apreciar un aumento de la concentración del fosfato en la solución a medida que aumenta el tiempo de contacto, indicando la presencia de fosfato en el adsorbente; de esta manera se procedió a determinar la concentración de fosfatos en el residuo agroindustrial de fique mediante digestión con ácido nítrico concentrado, obteniéndose un valor de 11,4 mg de PO_4^{3-} /kg de fique. Esta observación puede resultar beneficiosa, ya que confirma la presencia de fósforo en el aserrín de fique y que este se puede liberar de forma continua y no inmediatamente, lo que podría tener aplicaciones futuras en el diseño de un fertilizante biodegradable de disposición controlada de nutriente para las plantas.

6.6. ISOTERMA DE ADSORCIÓN DEL FOSFATO EN ASERRÍN DE FIQUE

Para el estudio de la isoterma de adsorción del fosfato sobre el aserrín de fique, se realizó mediante la variación de la concentración del fosfato inicial de la solución, las concentraciones estudiadas y los resultados obtenidos, se presentan en la tabla 29.

Tabla 29. Datos de adsorción de fosfatos sobre residuo agroindustrial de fique.

Concentración teórica (mg/L)	Concentración real (mg/L)	Concentración equilibrio (mg/L)	Concentración adsorbida (mg/L)	Porcentaje de adsorción
10	9,60	8,96	0,64	6,67
15	15,37	12,4	2,97	19,32
25	24,21	18,41	5,8	23,96
50	49,21	33,71	15,5	31,50
75	73,44	50,52	22,92	31,21
100	97,6	66,47	31,13	31,90

La figura 14 muestra la isoterma de adsorción del fosfato sobre el residuo de fique, se observa un aumento en la cantidad de fosfato adsorbido sobre el residuo de fique a medida que aumenta la concentración de fosfato en la solución

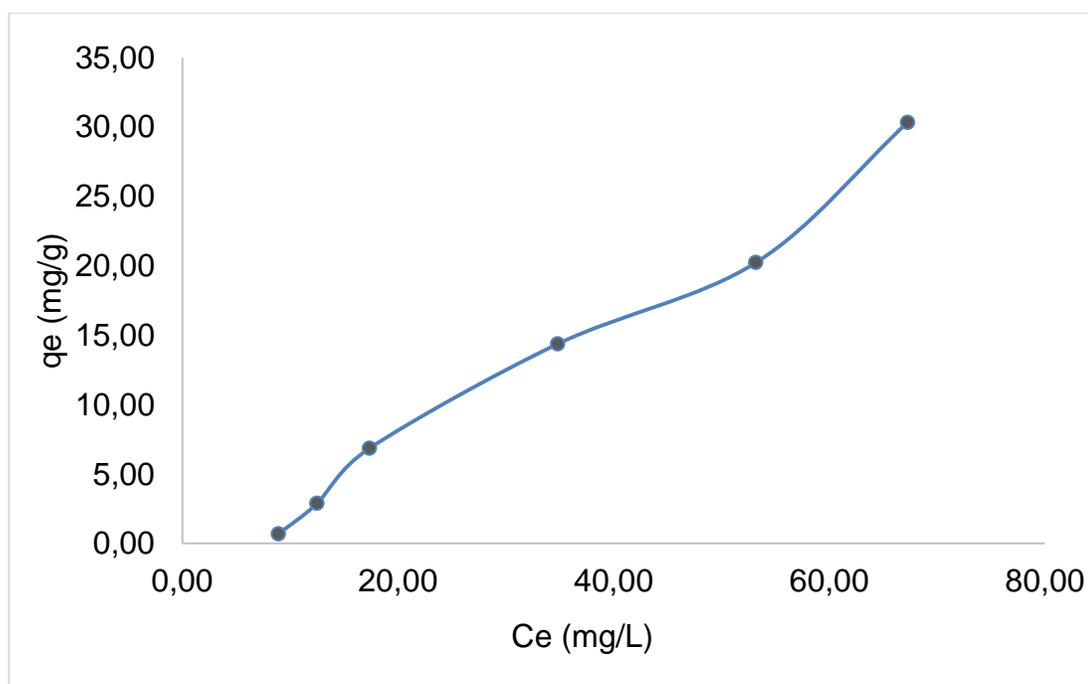


Figura 14. Isooterma de adsorción de fosfato en el residuo agroindustrial de fique. C_e = concentración en equilibrio, q_e = cantidad de fosfato adsorbido/g de adsorbente.

Así mismo, se determinaron los parámetros de los modelos de Langmuir, Freundlich, Redlich-Peterson y Sips, mediante el uso de los resultados

experimentales de equilibrio, teniendo en cuenta las ecuaciones respectivas para cada modelo de isoterma. La figura 15 muestra las isotermas de adsorción obtenidos para el fosfato según el modelo de Langmuir, Freundlich, Redlich-Peterson y Sips

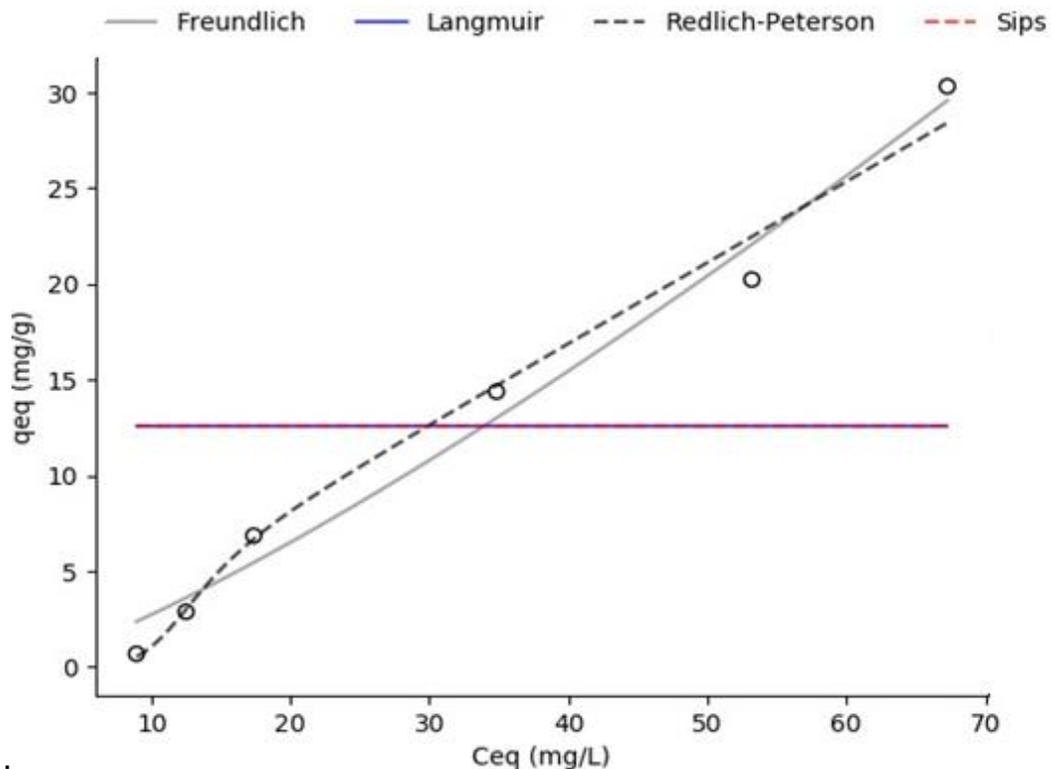


Figura 15. Isotherma de adsorción: según los modelos de Langmuir, Freundlich, Redlich-Peterson y Sips, en residuo agroindustrial de fique.

En la tabla 30 se presenta los valores de los coeficientes de correlación (R^2) obtenidos, según los modelos de Langmuir, Freundlich, Redlich-Peterson y Sips. El (R^2) nos brinda información importante acerca de la favorabilidad de la superficie del residuo agroindustrial de fique. Como también, a qué modelo se ajustan los datos.

Para elegir el modelo de adsorción que mejor representa los datos obtenidos, se traza una línea de tendencia recta y se halla el coeficiente de correlación lineal; una vez obtenido dicho valor, el modelo elegido será aquel cuyo valor R^2 esté más cercano a uno.

Tabla 30. Resultados de los modelos de isotermas de adsorción

Isoterma de Langmuir			
R²	q_L (mg/g)	k_L (L/mg)	
0,444	12,56	-3,47E+06	
Isoterma de Freundlich			
R²	K_F [(mg/g) (L/mg)^{1/n}]	N	
0,983	0,15	0,80	
Isoterma de Redlich-Peterson			
R²	K_{RP} (L/g)	α_{RP} (L/mg)	B
0,976	0,42	4,62	1
Isoterma de Sips			
R²	q_{máx} (mg/g)	K_S (mg/L)	B
0,117	12,56	430,17	6,33

De acuerdo a los resultados de equilibrio en la adsorción de fosfato de la tabla anterior se puede observar que el modelo de Freundlich se ajusta satisfactoriamente a los datos experimentales cuyo valor del coeficiente de correlación (R^2) fue de 0,983 siendo el más alto. En el caso del modelo de Freundlich se puede observar un valor de n inferior a la unidad, indicando de esta manera, que la adsorción del fosfato por parte del adsorbente es poco favorable. El modelo de Redlich-Peterson combina características de los modelos de Langmuir y Freundlich, permitiendo así, su aplicación tanto en sistemas homogéneos, cómo heterogéneos, esto también explicaría el comportamiento en la figura 11 ya que en este sistema se estaría presentando inicialmente una adsorción tipo Langmuir seguida de una adsorción multicapa en superficies heterogéneas característica de la isoterma de Freundlich, de esta manera al poseer un R^2 de 0,976 se deduce que tanto el efecto de superficie en monocapas como el efecto en multicapas están presentes en el proceso de adsorción de fosfatos en el residuo agroindustrial de fique. Así mismo, se puede inferir que el efecto de monocapa juega un papel importante, esto se puede afirmar gracias al valor del parámetro β posee un valor de 1, lo que caracteriza el

comportamiento igual a la isoterma de Langmuir [59].

Por otra parte, con los modelos de isoterma de Langmuir y Sips, se obtuvieron valores del coeficiente de correlación inferiores al del modelo de Freundlich con R^2 de 0,444 y 0,117 respectivamente, en el caso de la isoterma de Sips era de esperarse, dado que este modelo se desarrolló para adsorbentes a base de celulosa [41]. Por lo anterior se puede afirmar que el proceso de adsorción de fosfato en el residuo agroindustrial de fique se describe mejor por el modelo de Freundlich o por el modelo de Rendlich-Peterson en el rango de concentración estudiado.

Lo anterior indica que, con estos modelos, la adsorción del fosfato sobre el residuo agroindustrial de fique implica una adsorción mono y multicapa, además la saturación superficial del adsorbente no se observa experimentalmente, debido, a que la cantidad de fosfato que se adsorbe, aumenta con la concentración de la solución (figura 16) en donde la adsorción del fosfato sobre el residuo agroindustrial de fique aumenta a medida que la concentración inicial del fosfato en la solución es mayor.

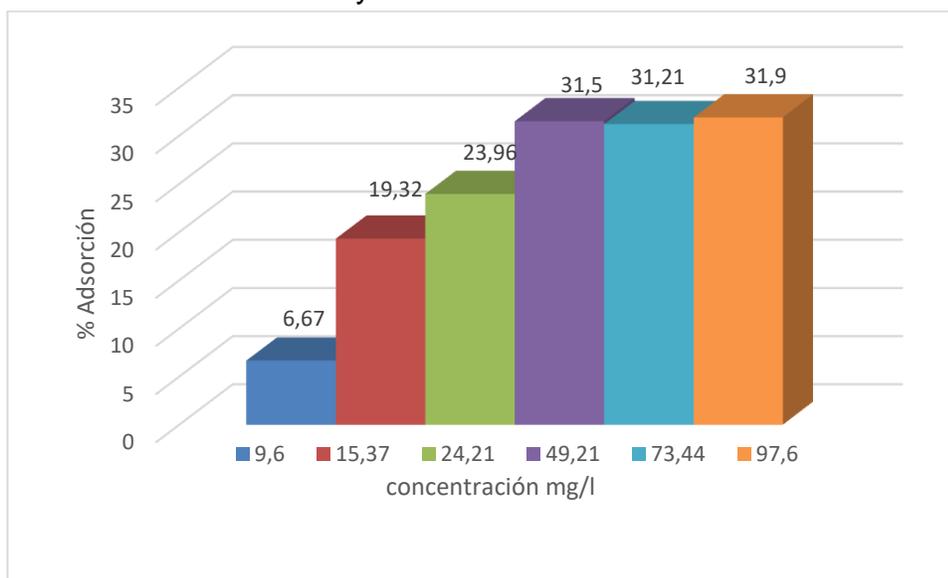


Figura 16. Porcentaje de adsorción de fosfato a diferentes concentraciones.

7 RECOMENDACIONES

Gracias a los resultados obtenidos anteriormente se pudo evidenciar que el residuo agroindustrial de fique es un material prometedor para la adsorción de fósforo siendo de esta manera utilizado como filtro en los sistemas de tratamiento de aguas y luego ser usados como como posible fertilizante, sin embargo, se recomienda una modificación química con NaOH para mejorar las características físicas, químicas de las fibras, ya que este tratamiento aumenta su rugosidad, además, de eliminar material no deseado en la estructura como lo son sustancias gomosas, los componentes no celulósicos como la hemicelulosa, pectina, lignina; por otra parte, con la modificación química de las fibras se ha encontrado un aumento en la adsorción de fosfato ya sea mediante el uso de iones metálicos para dicha modificación superficial del adsorbente aprovechando las cargas negativas de los distintos grupos funcionales como lo son (OH y COOH) en la estructura de las fibras [36], además el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio disminuye en los adsorbentes modificados, es decir, la modificación de las fibras hace que la adsorción sea más rápida [41]. Finalmente se recomienda realizar más estudios para determinar otros elementos como calcio, magnesio, cloro, los cuales juegan un papel importante en el intercambio de iones, así mismo se recomienda realizar un estudio cinético con el fin de encontrar el mecanismo de adsorción que mejor se ajusta.

8 CONCLUSIONES

- se caracterizó físico-químicamente el residuo agroindustrial de fique, proveniente de la empresa local Empaques del Cauca S.A., así mismo se hizo uso de técnicas instrumentales tales como IR y SEM con el fin de determinar los grupos funcionales y para fortalecer el conocimiento de la morfología de este residuo agroindustrial, para el desarrollo de futuras aplicaciones de este residuo.
- Se determinó mediante el uso del diseño experimental Plackett – Burmann, que los factores que más influyen en la adsorción de fósforo sobre el adsorbente en estudio fueron tamaño de partícula, cantidad de adsorbente y el tiempo, además, mediante el uso del diseño experimental Box-Behnken fue posible establecer las condiciones óptimas para lograr una mayor adsorción de fósforo (en forma de fosfatos) posible sobre el material, cuyo porcentaje máximo de adsorción fue de 8,7 %.
- Mediante el uso de las isotermas de adsorción fue posible determinar la capacidad de adsorción del adsorbente, estableciéndose que el proceso se ajusta al modelo de Freundlich el cual asume la existencia de distintos sitios reactivos actuando simultáneamente y la disponibilidad de sitios activos que no pueden alcanzar la saturación, además, gracias a este modelo se pudo evidenciar que la adsorción de fósforo (en forma de fosfato) sobre el aserrín de fique es poco favorable ($q_{\text{máx}}$: 0,15 mg/L), es por esto que se recomienda una modificación química del aserrín de fique para así mejorar la adsorción.
- Se realizó la evaluación de la adsorción de fósforo (en forma de fosfato) sobre el residuo agroindustrial de fique, a distintos tiempos de contacto, dando como resultado su máxima adsorción a 1 hora de haber iniciado el proceso, además, se pudo evidenciar una disminución de la adsorción a medida que aumenta el tiempo de contacto y la existencia de liberación de fosfatos desde el material en estudio, teniendo su máxima liberación a las 5 horas del proceso.

9 BIBLIOGRAFÍA

- [1]. Waani, S. P. T., Irum, S., Gul, I., Yaqoob, K., Khalid, M. U., Ali, M. A., Manzoor, U., Noor, T., Ali, S., Rizwan, M., & Arshad, M. (2021). TiO₂ nanoparticles dose, application method and phosphorous levels influence genotoxicity in Rice (*Oryza sativa* L.), soil enzymatic activities and plant growth. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 213, 111977. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2021.111977>
- [2] Tao, L., Wen, X., Li, H., Huang, C., Jiang, Y., Liu, D., & Sun, B. (2021). Influence of manure fertilization on soil phosphorous retention and clay mineral transformation: Evidence from a 16-year long-term fertilization experiment. *Applied Clay Science*, 204(January), 106021. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2021.106021>
- [3]. Emami, S., Alikhani, H. A., Pourbabaee, A. A., Etesami, H., Motasharezadeh, B., & Sarmadian, F. (2020). Consortium of endophyte and rhizosphere phosphate solubilizing bacteria improves phosphorous use efficiency in wheat cultivars in phosphorus deficient soils. *Rhizosphere*, 14(January), 100196. <https://doi.org/10.1016/j.rhisph.2020.100196>
- [4]. Majee, S., Halder, G., & Mandal, T. (2019). Formulating nitrogen-phosphorous-potassium enriched organic manure from solid waste: A novel approach of waste valorization. *Process Safety and Environmental Protection*, 132, 160–168. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2019.10.013>
- [5]. Manimaran, P., Sentharamaikannan, P., Sanjay, M. R., Marichelvam, M. K., & Jawaid, M. (2018). Study on characterization of *Furcraea foetida* new natural fiber as composite reinforcement for lightweight applications. *Carbohydrate Polymers*, 181, 650–658. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.099>
- [6]. Li, Y., Mai, Y., & Ye, L. (2000). Sisal fibre and its composites : a review of recent developments IM PA US AS DO ME US EX ON AS. *Composites Science and Technology*, 60(2000), 2037–2055.
- [7]. Sanjay, M. R., Madhu, P., Jawaid, M., Sentharamaikannan, P., Senthil, S., & Pradeep, S. (2018). Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review. In *Journal of Cleaner Production* (Vol. 172). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.101>
- [8]. Karimah, A., Rasyidur, M., Sofyan, S., & Sudarwoko, D. (2021). A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: characteristics , and

utilizations. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 2442–2458.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.06.014>

[9]. Santana, H. A., Amorim, N. S., Ribeiro, D. V, Cilla, M. S., & Dias, C. M. R. (2021). Vegetable fibers behavior in geopolymers and alkali-activated cement based matrices: A review. *Journal of Building Engineering*, 44(September), 103291. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.103291>

[10]. Libro en línea. Echeverri, E, R.B., Franco, M. L.M., Gonzáles, V, M.R., FIQUE EN COLOMBIA. <https://books.google.com.co/books?id=Kdk-DwAAQBAJ&pg=PA81&dq=Fique+en+Colombia+art%C3%ADculos&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwimqs-Oq-f5AhXyRzABHQG-COIQ6AF6BAgLEAI#v=onepage&q=Fique%20en%20Colombia%20art%C3%AADculos&f=false>

[11]. Laverde, V., Marin, A., Benjumea, J. M., & Rincón Ortiz, M. (2022). Use of vegetable fibers as reinforcements in cement-matrix composite materials: A review. *Construction and Building Materials*, 340(July 2021). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127729>

[12]. Khalid, M. Y., Al Rashid, A., Arif, Z. U., Ahmed, W., Arshad, H., & Zaidi, A. A. (2021). Natural fiber reinforced composites: Sustainable materials for emerging applications. *Results in Engineering*, 11(July), 100263. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2021.100263>.

[13]. Lozano-Rivas, W. A. (2012). Uso del extracto de fique (*Furcraea* sp.) como coadyuvante de coagulación en tratamiento de lixiviados. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 28(3), 219–227.

[14]. Quintero, M., Castro, L., Ortiz, C., Guzmán, C., & Escalante, H. (2012). Enhancement of starting up anaerobic digestion of lignocellulosic substrate: Fique's bagasse as an example. *Bioresource Technology*, 108, 8–13. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.12.052>

[15]. Kicińska-Jakubowska, A., Bogacz, E., & Zimniewska, M. (2012). Review of Natural Fibers . Part I — Vegetable Fibers Review of Natural Fibers . Part I Vegetable. February 2013, 37–41. <https://doi.org/10.1080/15440478.2012.703370>

[16]. Libro en línea. Sierra, F, P., A., EL FIQUE EN COLOMBIA. https://repositorio.sena.edu.co/bitstream/11404/5010/1/fique_colombia.PDF
citado: 29/11/2022

[17]. Ovalle-serrano, S. A., Gómez, F. N., Blanco-tirado, C., & Combariza, M. Y. (2018). Isolation and characterization of cellulose nano fi brils from Colombian

Fique decortication by-products. Carbohydrate Polymers, 189(January), 169–177. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.031>

[18]. Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural (MADR)-Colombia; Cadena Agroindustrial Del Fique., Dirección de Cadenas Agrícolas y Forestales., (2019). [En línea] <https://sioc.minagricultura.gov.co/Fique/Documentos/2019-06-30%20Cifras%20Sectoriales.pdf> Citado:01/12/2022

[19]. Finagro, 2011. Fique. Producción y zonas de producción. (Áreas de producción de Fique) [En línea] <<http://www.finagro.com.co>> Citado:01/12/2022

[20]. Vigneshwaran, S., Sundarakannan, R., John, K. M., Joel Johnson, R. D., Prasath, K. A., Ajith, S., Arumugaprabu, V., & Uthayakumar, M. (2020). Recent advancement in the natural fiber polymer composites: A comprehensive review. Journal of Cleaner Production, 277, 124109. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124109>

[21]. Aravinth, K., Ramakrishnan, T., Tamilarasan, V. D., & Veeramanikandan, K. (2022). A brief review on plant fibres composites: Extraction, chemical treatment and fibre orientation. Materials Today: Proceedings, 62, 2005–2009. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.291>

[22]. Jaiswal, D., Devnani, G. L., Rajeshkumar, G., Sanjay, M. R., & Siengchin, S. (2022). Review on extraction, characterization, surface treatment and thermal degradation analysis of new cellulosic fibers as sustainable reinforcement in polymer composites. Current Research in Green and Sustainable Chemistry, 5 (November 2021), 100271. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2022.100271>

[23]. Liu, T., Butaud, P., Placet, V., & Ouisse, M. (2021). Damping behavior of plant fiber composites: A review. Composite Structures, 275(July), 114392. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.114392>

[24]. Morales R, M,E., Peláez, N, S,. El estudio de la cadena productiva del fique. [en línea]. <file:///C:/Users/Mayerly/Desktop/alejandro-PC/agroqu%20ADmica%20tesis/fique/introducci%C3%B3n%20de%20tesis%20art%C3%ADculos/introducci%C3%B3n%20a.rt%C3%ADculos/fique%20ehn%20colombia.pdf> citado: 10/09/2022

[25]. Hans W. Fassbender. Química de suelos con énfasis en suelos de América Latina, Instituto Interamericano de ciencias agrícolas de la OEA, 1ra Edición, Turrialba costa rica, pp: 255-283.

[26]. Manahan S E. Introducción a la química ambiental. Editorial Reverté, S.A. México, DF, 2007, pág 325

- [27]. Navarro G G, Navarro G. Química Agrícola. Ediciones Mundi-Prensa, Madrid, 2003, pp 305-325
- [28]. Linares C F, Rojas Avelizapa N G, Roldán Carrillo T G, et al. Manual de técnicas de análisis de suelos aplicadas a la remediación de sitios contaminados., Instituto Mexicano del Petróleo, México, D.F.2006, pp 30-35
- [29]. Hesterberg, D. (2010). Macroscale chemical properties and X-ray absorption spectroscopy of soil phosphorus. *Developments in Soil Science*, 34, 313–356. [https://doi.org/10.1016/s0166-2481\(10\)34011-6](https://doi.org/10.1016/s0166-2481(10)34011-6)
- [30]. Asociación Internacional de la Industria de Fertilizantes (IFA), Seguridad alimentaria y nutricional. [en línea] https://www.fertilizer.org/Public/About_fertilizers/Food_and_Nutrition_Security/Public/About_Fertilizers/Food_and_Nutrition_Security.aspx citado: 12/09/2022
- [31]. Hegedűs, M., Tóth-Bodrogi, E., Németh, S., Somlai, J., & Kovács, T. (2017). Radiological investigation of phosphate fertilizers: Leaching studies. *Journal of Environmental Radioactivity*, 173, 34–43. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2016.10.006>
- [32]. Soto, M. L., Moure, A., Domínguez, H., & Parajó, J. C. (2011). Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption: A review. *Journal of Food Engineering*, 105(1), 1–27. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.010>
- [33]. Antelo, J., Fiol, S., & Macías-garcía, F. (2019). Phosphate adsorption on an industrial residue and subsequent use as an amendment for phosphorus deficient soils. 230, 844–853. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.092>
- [34]. Lu, S. G., Bai, S. Q., Zhu, L., & Shan, H. D. (2009). Removal mechanism of phosphate from aqueous solution by fly ash. 161, 95–101. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.02.123>
- [35]. Luz, E., & Bashan, Y. (2004). Recent advances in removing phosphorus from wastewater and its future use as fertilizer (1997 – 2003). 38, 4222–4246. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.07.014>
- [36]. Santana, W., Ferreira, D., Rosa, F., Gustavo, L., Ruggiero, R., & Mathias, E. (2011). Phosphate adsorption on chemically modified sugarcane bagasse fibres. 5, 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.06.014>
- [37]. Wahab, M. A., Hassine, R. Ben, & Jellali, S. (2011). *Posidonia oceanica* (L.) fibers as a potential low-cost adsorbent for the removal and recovery of

orthophosphate. *Journal of Hazardous Materials*, 191(1–3), 333–341. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.04.085>

[38]. Soto, M. L., Moure, A., Domínguez, H., & Parajó, J. C. (2011). Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption: A review. *Journal of Food Engineering*, 105(1), 1–27. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.010>

[39]. Cherifi, H., Fatiha, B., & Salah, H. (2013). Kinetic studies on the adsorption of methylene blue onto vegetal fiber activated carbons. *Applied Surface Science*, 282, 52–59. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.05.031>

[40]. Wahab, M. A., Hassine, R. Ben, & Jellali, S. (2011). *Posidonia oceanica* (L.) fibers as a potential low-cost adsorbent for the removal and recovery of orthophosphate. *Journal of Hazardous Materials*, 191(1–3), 333–341. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.04.085>

[41]. Manna, A., Naskar, N., Sen, K., & Banerjee, K. (2022). A review on adsorption mediated phosphate removal and recovery by biomatrices. *Journal of the Indian Chemical Society*, 99(10), 100682. <https://doi.org/10.1016/j.jics.2022.100682>

[40]. G. Webster, E.A., Murphy, A.J., Chudek, J.A., & Gadd, “Metabolism-independent binding of toxic metals by *Uva lactuca*: cadmium binds to oxygen-containing groups, as determined by NMR”, *BioMetals*, vol. 10, pp. 105-117,1997.

[42]. Waterlot, C. (2018). Alternative approach to the standard, measurements and testing programme used to establish phosphorus fractionation in soils. *Analytica Chimica Acta*, 1003, 26–33. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2017.11.059>

[43]. Ciešlik, B., & Konieczka, P. (2017). A review of phosphorus recovery methods at various steps of wastewater treatment and sewage sludge management. The concept of “no solid waste generation” and analytical methods. *Journal of Cleaner Production*, 142, 1728–1740. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.11.116>

[44]. López, R., Antelo, J., Fiol, S., & Macías-García, F. (2019). Phosphate adsorption on an industrial residue and subsequent use as an amendment for phosphorous deficient soils. *Journal of Cleaner Production*, 230, 844–853. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.05.092>

[45]. Qiu, B., & Duan, F. (2019). Synthesis of industrial solid wastes / biochar composites and their use for adsorption of phosphate : From surface properties to sorption mechanism. *Colloids and Surfaces A*, 571(September 2018), 86–93. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.03.041>

- [46]- Lu, S. G., Bai, S. Q., Zhu, L., & Shan, H. D. (2009). *Removal mechanism of phosphate from aqueous solution by fly ash*. 161, 95–101. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.02.123>
- [47]. Ammar, A. H., Zagrouba, F., & Romdhane, M. (2010). Optimization of operating conditions of Tunisian myrtle (*Myrtus communis* L.) essential oil extraction by a hydrodistillation process using a 24 complete factorial design. *Flavour and Fragrance Journal*, 25(6), 503–507. <https://doi.org/10.1002/ffj.2011>
- [48] Gutiérrez Pulido, H., & De la Vara Salazar, R. (2008)(P.E.Roig Vázquez (ed);S.egunda).McGraw-Hill.Kuehl,R.O.(2001).(P. de la Garza Rosales (ed);Segunda).Thompson Learning.
- [49]. Callao, M. P. (2014). Multivariate experimental design in environmental analysis. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 62, 86–92. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.07.009>
- [50]. Standard methods for the examination of water and wastewater 23th. Ed (2017). In Standard methods for the examination of water and wastewater. American Public Health Association
- [51]. Wahab, M. A., Hassine, R. Ben, & Jellali, S. (2011). Removal of phosphorus from aqueous solution by *Posidonia oceanica* fibers using continuous stirring tank reactor. *Journal of Hazardous Materials*, 189(1–2), 577–585. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.02.079>
- [52]. Mian, I. A., Ahmad, B., Khan, S., Khan, B., Dawar, K., Tariq, M., Mussarat, M., Muhammad, M. W., Ali, S., Bibi, H., Muhammad, F., & Khan, K. (2021). Improving wheat productivity and soil quality through integrated phosphorous management with residual effect of biochar. *Journal of Saudi Chemical Society*, 25(1), 101175. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2020.11.008>
- [53]. Khalid, M. Y., Al Rashid, A., Arif, Z. U., Ahmed, W., Arshad, H., & Zaidi, A. A. (2021). Natural fiber reinforced composites: Sustainable materials for emerging applications. *Results in Engineering*, 11(July), 100263. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2021.100263>
- [54].Sreenivasan, V. S., Somasundaram, S., Ravindran, D., Manikandan, V., & Narayanasamy, R. (2011). Microstructural, physico-chemical and mechanical characterisation of *Sansevieria cylindrica* fibres – An exploratory investigation. *Materials and Design*, 32(1), 453–461. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.06.004>.
- [55].Ovalle Serrano, S. A. (2018). DESARROLLO DE MATERIALES AVANZADOS A PARTIR DE NANOCELULOSA DE FIQUE [Tesis de doctorado].

Universidad Industrial De Santander.

[56]. Shahril, S. M., Ridzuan, M. J. M., Majid, M. S. A., Bariah, A. M. N., Rahman, M. T. A., & Narayanasamy, P. (2022). Alkali treatment influence on cellulosic fiber from *Furcraea foetida* leaves as potential reinforcement of polymeric composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 19, 2567–2583. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.002>

[57]. Aravinth, K., Ramakrishnan, T., Tamilarasan, V. D., & Veeramanikandan, K. (2022). A brief review on plant fibres composites: Extraction, chemical treatment and fibre orientation. *Materials Today: Proceedings*, 62, 2005–2009. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.02.291>

[58]. Ait Baih, M., Saffaj, H., Aziz, K., Bakka, A., El Baraka, N., Zidouh, H., Mamouni, R., & Saffaj, N. (2021). Statistical optimization of the elaboration of ceramic membrane support using Plackett-Burman and response surface methodology. *Materials Today: Proceedings*, 52, 128–136. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.269>

[59]. Coutinho de Araújo, J. D., de Oliveira, G. V. B., Lourenço, M. C. de M., da Silva, D. C., Castro Dantas, T. N. de, Rodrigues, M. A. F., & Wanderley Neto, A. de O. (2022). Adsorption study of non-ionic ethoxylated nonylphenol surfactant for sandstone reservoirs: Batch and continuous flow systems. *Journal of Molecular Liquids*, 366, 120313. <https://doi.org/10.1016/J.MOLLIQ.2022.120313>

ANEXOS

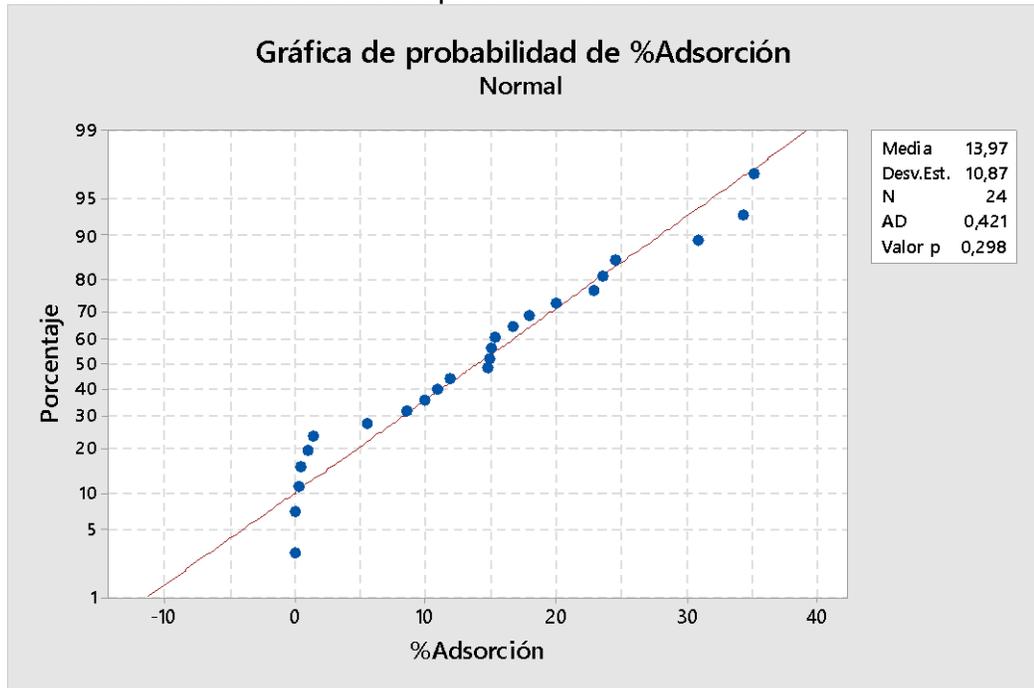
Anexo 1. Diseño experimental Plackett-Burman para la adsorción de fósforo en aserrín de fique

Orden Est	Orden Corrida	TipoPt	Bloques	pH	Tamaño de Partícula(mm)	Temperatura (°C)	Cantidad de Adsorbente(g)	Tiempo (h)
13	1	1	1	10	0,2	25	0,3	1
21	2	1	1	5	0,2	5	1,3	6
23	3	1	1	5	1	5	0,3	1
10	4	1	1	10	0,2	5	0,3	6
5	5	1	1	10	1	5	1,3	6
15	6	1	1	5	1	25	0,3	6
19	7	1	1	5	1	25	1,3	1
18	8	1	1	10	1	25	0,3	6
8	9	1	1	5	0,2	25	1,3	6
12	10	1	1	5	0,2	5	0,3	1
16	11	1	1	10	0,2	25	1,3	1
1	12	1	1	10	0,2	25	0,3	1
17	13	1	1	10	1	5	1,3	6
14	14	1	1	10	1	5	1,3	1
3	15	1	1	5	1	25	0,3	6
20	16	1	1	5	0,2	25	1,3	6
22	17	1	1	10	0,2	5	0,3	6
4	18	1	1	10	0,2	25	1,3	1
6	19	1	1	10	1	25	0,3	6
7	20	1	1	5	1	25	1,3	1
11	21	1	1	5	1	5	0,3	1
24	22	1	1	5	0,2	5	0,3	1
9	23	1	1	5	0,2	5	1,3	6
2	24	1	1	10	1	5	1,3	1

A continuación, se presenta la normalidad de los datos del diseño experimental Plackett-Burmann, donde se puede observar que el valor p obtenido en este diseño es mayor a 0,05, lo cual nos confirma que los datos provienen de una distribución normal.

Anexo 1.1.

Normalidad de los datos en diseño plackett-Burmann.



Anexo 1.2.

Análisis de homogeneidad de varianzas para la adsorción de fósforo en el residuo agroindustrial de fique, (%Adsorción vs pH...Tiempo (min) en el diseño Plackett-Burmann.

Método	Estadística de prueba	Valor p
Comparaciones múltiples	—	0,012
Levene	*	*

Anexo 2. Diseño experimental Box- Behnken para la adsorción de fósforo en aserrín de fique

Orden	Bloque	Tamaño de partícula (mm)	Cantidad de adsorbente (g)	Tiempo (h)
1	1	1000	1,3	3,5
2	1	600	0,8	3,5
3	1	600	0,8	3,5
4	1	600	0,8	3,5
5	1	600	0,3	6
6	1	1000	0,3	3,5
7	1	200	0,3	3,5
8	1	200	0,8	6
9	1	200	0,8	1
10	1	600	1,3	1
11	1	600	1,3	6
12	1	200	1,3	3,5
13	1	1000	0,8	6
14	1	1000	0,8	1
15	1	600	0,3	1
16	2	1000	1,3	3,5
17	2	600	0,8	3,5
18	2	600	0,8	3,5
19	2	600	0,8	3,5
20	2	600	0,3	6
21	2	1000	0,3	3,5
22	2	200	0,3	3,5
23	2	200	0,8	6
24	2	200	0,8	1
25	2	600	1,3	1
26	2	600	1,3	6
27	2	200	1,3	3,5
28	2	1000	0,8	6
29	2	1000	0,8	1
30	2	600	0,3	1

Anexo 3. Absorbancias registradas en los distintos niveles de concentración para análisis de repetibilidad instrumental.

Datos para elaborar curva de repetibilidad instrumental (mismo día)

concentración PO_4^{3-} (mg / L)	Absorbancia (880nm)		
	Curva 1	Curva 2	Curva 3
0,100	0,062	0,06	0,062
0,100	0,061	0,059	0,06
0,100	0,061	0,061	0,06
0,15	0,094	0,094	0,093
0,15	0,095	0,093	0,094
0,15	0,094	0,094	0,093
0,240	0,153	0,154	0,155
0,240	0,152	0,155	0,155
0,240	0,152	0,154	0,155
0,380	0,236	0,239	0,24
0,380	0,235	0,24	0,24
0,380	0,235	0,238	0,24
0,610	0,379	0,381	0,382
0,610	0,379	0,381	0,382
0,610	0,379	0,382	0,383
0,840	0,529	0,522	0,524
0,840	0,53	0,52	0,524
0,840	0,528	0,521	0,524
1	0,623	0,619	0,621
1	0,624	0,62	0,62
1	0,622	0,62	0,62
r^2	0,9999	0,9998	0,9998
m	0,6250	0,6190	0,6206
b	-0,0001	0,0020	0,0022

Absorbancias obtenidas en los distintos niveles de concentración para análisis de precisión intermedia.

Anexo 4. Datos para elaborar curva de calibración para precisión intermedia (mismo día)

concentración PO_4^{3-} (mg / L)	Absorbancia (880nm)				
	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4	Día 5
0,100	0,061667	0,062	0,059	0,059	0,054
0,100	0,062667	0,061	0,059	0,059	0,055
0,100	0,062667	0,062	0,059	0,059	0,056
0,15	0,092667	0,096	0,082	0,082	0,090
0,15	0,091667	0,095	0,082	0,082	0,091
0,15	0,092667	0,096	0,082	0,082	0,091
0,240	0,149667	0,155	0,131	0,131	0,142
0,240	0,149667	0,156	0,131	0,131	0,143
0,240	0,149667	0,155	0,132	0,132	0,142
0,380	0,234667	0,24	0,209	0,209	0,232
0,380	0,234667	0,242	0,209	0,209	0,232
0,380	0,235667	0,241	0,209	0,209	0,230
0,610	0,380667	0,385	0,333	0,333	0,365
0,610	0,382667	0,384	0,334	0,333	0,365
0,610	0,381667	0,384	0,334	0,334	0,365
0,840	0,523667	0,525	0,463	0,463	0,509
0,840	0,524667	0,524	0,464	0,464	0,507
0,840	0,524667	0,524	0,463	0,463	0,508
1	0,625667	0,62	0,592	0,592	0,604
1	0,626667	0,619	0,592	0,592	0,606
1	0,625667	0,619	0,592	0,592	0,606
r^2	0,99997	0,99981	0,99637	0,99634	0,99986
m	0,62659	0,61864	0,57866	0,57860	0,60795
b	-0,00128	0,00397	-0,00726	-0,00728	-0,00252

Anexo 5. Datos usados para elaboración de Curvas de cuantificación de las muestras.

Concentración	Curva 1	Curva 2	Diferencia
0,10	0,063	0,065	0,002
0,10	0,062	0,064	0,002
0,10	0,061	0,064	0,003
0,15	0,096	0,096	0,000
0,15	0,096	0,098	0,002
0,15	0,096	0,099	0,003
0,24	0,150	0,155	0,005
0,24	0,151	0,157	0,006
0,24	0,151	0,157	0,006
0,38	0,242	0,241	-0,001
0,38	0,243	0,244	0,001
0,38	0,241	0,243	0,002
0,61	0,379	0,388	0,009
0,61	0,381	0,388	0,007
0,61	0,384	0,39	0,006
0,84	0,533	0,527	-0,006
0,84	0,533	0,528	-0,005
0,84	0,534	0,532	-0,002
1,00	0,620	0,635	0,015
1,00	0,618	0,636	0,018
1,00	0,622	0,636	0,014
		Promedio de la diferencia	0,004
		Desviación estándar	0,006

Con el fin de cuantificar las muestras, se realizó 2 curvas de calibración las cuales se les realizó la prueba t emparejada con el fin de contrastar si los resultados emparejados (de la tabla anterior) se extraen de la misma población, es decir, $H_0: \mu_d = 0$, para esto se calcula el estadístico t:

$$t = \bar{d}\sqrt{n}/s_d$$

Donde \bar{d} y s_d son la media y la desviación estándar, respectivamente, de d , la diferencia entre los valores que forman cada par.

Reemplazando $t = 0,004\sqrt{21}/0,006 = 0,237$

El valor crítico es $t_{\alpha} = 2,09$ ($P = 0,05$). Puesto que el Valor calculado de t es menor que éste, se acepta la hipótesis nula las dos curvas de cuantificación no proporcionan resultados significativamente diferentes, por tanto es posible elegir cualquiera de las dos curvas para realizar la cuantificación de las muestras.

Por tanto, la ecuación de la curva usada para la cuantificación es:
 $y = 0,6306 X + 0,003$ con un $r^2 = 0,9999$



Gestión Administrativa y Financiera
Gestión de Admisiones, Registro y Control Académico
Acta para Sustentación Pública de Trabajo de Grado

Código: PA-GA-4.2-FOR-13

Versión: 2

Fecha de Actualización: 22-01-2019

Trabajo de Investigación	<input checked="" type="checkbox"/>	Pasantía	<input type="checkbox"/>	Seminario	<input type="checkbox"/>
Práctica Social	<input type="checkbox"/>	Monografía	<input type="checkbox"/>	Preparatorios	<input type="checkbox"/>

Fecha: Junio 9 de 2023 Facultad: Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación

Lugar: Auditorio Atenea - FACNED

Hora: 10:00 am

Programa:	Química		
1. Alumno: Daniel Alejandro Salamanca Santiago	C.C: 1061758305	Código: 21101118	
2. Alumno:	C.C:	Código:	
3. Alumno:	C.C:	Código:	
4. Alumno:	C.C:	Código:	
5. Alumno:	C.C:	Código:	
6. Alumno:	C.C:	Código:	
7. Alumno:	C.C:	Código:	
8. Alumno:	C.C:	Código:	

Nombre del Director: Dr. Edier H. Pérez

Nombre del Trabajo: Adsorción De Fósforo En Residuo Agroindustrial De Figue

INFORME SOBRE LA SUSTENTACIÓN

Cumplimiento de Objetivos:

los objetivos fueron cumplidos en su totalidad.

Desarrollo Metodológico:

La metodología fue clara y consecuente con los objetivos planteados.

Logros del Trabajo o Aportes:

Se logró un resultado interesante donde se mostro la capacidad de absorción y desorción de un residuo agroindustrial.



Universidad
del Cauca

Gestión Administrativa y Financiera
Gestión de Admisiones, Registro y Control Académico
Acta para Sustentación Pública de Trabajo de Grado

Código: PA-GA-4 2-FOR-13

Versión: 2

Fecha de Actualización: 22-01-2019

Se considera el Trabajo de Grado de alto valor académico para que se le confiera:

MENCION HONORÍFICA SI NO

CALIFICACIÓN DE LAUREADO SI NO

Otorgadas respectivamente por los Consejos de Facultad y Académico.

Sustentar brevemente: (Si es del caso ampliar el concepto por escrito, con V° B° del Depto. Anexo que debe hacer llegar al Consejo de Facultad):

CALIFICACIÓN FINAL		OSERVACIONES ADICIONALES
APROBADO	<input checked="" type="checkbox"/>	
APROBADO CON CONDICIONES	<input type="checkbox"/>	
APLAZADO	<input type="checkbox"/>	
NO APROBADO	<input type="checkbox"/>	

JURADOS

NOMBRE: <i>Emerson Rengifo</i>	NOMBRE: <i>FERNANDO AERNAUD</i>
FIRMA: 	FIRMA:
C.C. N°: <i>94503655</i>	C.C. N°: <i>91155430</i>

NOMBRE: Andrea C. Cabanzo Coordinadora del Programa de Química	NOMBRE:
FIRMA: 	FIRMA:
C.C. N°: <i>37749861</i>	C.C. N°: