



## UNIDAD IZTAPALAPA DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD POSGRADO EN BIOTECNOLOGÍA

## TESIS "ESTUDIO DE PROCESOS DE ADSORCIÓN DE AMPICILINA EN AGUA CON UNA MATRIZ DE POLÍMEROS BIODEGRADABLES"

## PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRA EN BIOTECNOLOGÍA

PRESENTA: I.B.I. ANDREA BERENICE HERNÁNDEZ MÁRQUEZ Matrícula: 2223801958 andi39172@gmail.com

## DIRECTORA: DRA. CONCEPCIÓN KEIKO SHIRAI MATSUMOTO

## JURADO PRESIDENTE: DR. ALBERTO CASTILLO MORALES SECRETARIA: DRA. ARIADNA ALICIA MORALES PÉREZ VOCAL: DR. MANUEL EDUARDO MARTÍNEZ LÓPEZ VOCAL: DR. ALBERTO LÓPEZ LUNA

IZTAPALAPA, CIUDAD DE MÉXICO A 06 DICIEMBRE DE 2024

"La maestría en Biotecnología de la Universidad Autónoma Metropolitana está incluida en el Sistema Nacional de Posgrados (SNP) del CONAHCyT, con la referencia ".

Esta tesis se realizó en el Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Bioprocesamiento de Subproductos Agroindustriales y Alimentarios (Planta piloto 10) del Departamento de Biotecnología de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud, Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, bajo la dirección de la Dra. Concepción Keiko Shirai Matsumoto

## El jurado designado por la

División de Ciencias Biológicas y de la Salud de la Unidad Iztapalapa aprobó la tesis

# Estudio de procesos de adsorción de ampicilina en agua con una matriz de polímeros biodegradables

que presentó

I.B.I Andrea Berenice Hernández Márquez

Comité tutores:

Directora:

Dra. Concepción Keiko Shirai Matsumoto

Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, Departamento de Biotecnología, Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Procesamiento de Desperdicios Orgánicos.

Asesores:

Dr. Alberto López Luna

Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, Departamento de Biotecnología, Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Procesamiento de Desperdicios Orgánicos.

Dr. Eduardo Manuel Martínez López

Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa, Departamento de Biotecnología, Laboratorio de Biopolímeros y Planta Piloto de Procesamiento de Desperdicios Orgánicos

Jurado: Presidente: Dr. Alberto Castillo Morales Secretario: Dra. Ariadna Alicia Morales Pérez Vocal: Dr. Manuel Eduardo Martínez López

Vocal: Dr. Alberto López Luna

#### AGRADECIMIENTOS:

En primer lugar, agradezco enormemente a la Dra. Keiko Shirai por aceptarme en su grupo de trabajo, regalarme su tiempo, apoyarme en todo momento, transmitirme sus conocimientos, proporcionarme todas las herramientas necesarias para seguir superándome día con día, pero sobre todo agradezco la confianza puesta en mi trabajo y los ánimos cuando la situación tornaba difícil. Fue un gran honor trabajar con una doctora que es una motivación para todos sus alumnos. De igual forma al Dr. Alberto López Luna por sus consejos, sugerencias, asesorías y ayuda durante la maestría, así como al Dr. Manuel Martínez por su orientación en la parte experimental.

Hago reconocimiento al Laboratorio Central de Microscopía Electrónica UAM-I a cargo de la Ing. Patricia Castillo Ocampo por el análisis de las muestras de SEM, así como a la Dra. María Cristina Acosta García titular del Laboratorio Divisional de Microscopía Electrónica por la preparación de las mismas. De igual modo, al Laboratorio Divisional de Espectrometría de Masas UAM-I siendo responsable la Biol. Mónica Alejandra Rincón Guevara y finalmente, a la planta de producción de composta, laboratorio y vivero del Instituto Politécnico Nacional a cargo de la M. en C. Judith López Jardinez.

A mis amistades forjadas en esta etapa, Jessica, Cristopher, Jennyfer y Ricardo que me brindaron su apoyo, consejos y conocimientos, de igual forma a mis compañeros de la planta piloto 10 por formar un buen equipo y colaborar conjuntamente. De la misma manera a todos mis amigos dentro y fuera del ámbito académico.

A mis abuelos Enrique Márquez y Estela Castro que han cuidado de mí desde pequeña, me apoyaron y acompañaron en todo este proceso. A mis padres, Concepción Márquez, Andrés Hernández y Rodrigo Reza que han seguido mis pasos brindando los instrumentos necesarios para que cumpliera mis metas y me desarrollara profesionalmente. A mi hermano Eduardo Hernández por motivarme y ayudarme durante el proceso de aprendizaje, de igual forma al resto de mi familia que confiaron en mí y nunca dudaron de la capacidad que poseía. Finalmente, a mi pareja Edgar Ramírez que creyó en mí permanentemente, me animo, acompaño y motivo para no abandonar mis sueños.

## DEDICATORIA

Quiero dedicar mi tesis especialmente a mis abuelos, padres y hermano, quienes han estado presentes en cada etapa de mi vida, que con su amor incondicional me han alentado, abrazado, aconsejado y apoyado para cumplir mis sueños y metas.

El presente trabajo tiene detrás un gran esfuerzo y es un homenaje para ustedes, ya que para mí es una forma de demostrarles que todos los esfuerzos y sacrificios que cada uno aporto han valido la pena.

Adicionalmente, se lo dedico a todas las personas que realmente me apoyaron, creyeron en mi potencial, se dieron la oportunidad de conocerme y ofrecerme su amistad, conocimiento y tiempo.

# ÍNDICE

Resumen	10
Abstract	11
1. Introducción	12
1.2. Contaminantes emergentes	12
1.2. Adsorción	14
1.3. Quitosano y policaprolactona	17
1.4. Normatividad	18
1.4.1. Nacional	18
1.4.2. Internacional	19
2. Antecedentes	20
2.1. Tratamientos de adsorción para la adsorción de fármacos	20
2.2 Quitosano utilizado en el tratamiento de aguas residuales	21
3. Justificación	23
4. Hipótesis	24
5. Objetivos	24
5.1. Objetivo general	24
5.2. Objetivos particulares	24
6. Metodología	25
6.1. Identificación y cuantificación de CE	25
6.2. Proceso de adsorción	25
6.2.1. Determinación de pH	25
6.2.2. Determinación tiempo de equilibrio	25
6.2.3. Determinación de dosis de adsorbente	25
6.2.4. Determinación de dosis de adsorbato	25
6.2.5. Cinéticas e Isotermas de adsorción	26
6.2.6. Identificación de AMP y derivados mediante espectrometría de masas durante el proceso de adsorción	28
6.3. Proceso de desorción	28
6.4. Ciclos de adsorción-desorción	28
6.5. Pruebas de compostabilidad	28

6.5.1. Determinación de pH
6.5.2. Determinación de peso
6.5.3. Determinación de cenizas
6.5.5. Microscopía electrónica de barrido (SEM)
6.5.6. Colorimetría
7. Resultados y discusión
7.2. Identificación y cuantificación de CE
7.2. Proceso de adsorción en lote
7.2.1. Determinación del efecto de pH en la adsorción de AMP
7.2.2. Determinación tiempo de equilibrio y cinéticas de adsorción
7.2.3. Determinación de concentración de dosis de adsorbente (AQP) 40
7.2.4. Determinación de concentración de dosis de adsorbato (AMP) e isotermas 41
7.3. Proceso de desorción
7.4. Ciclos de adsorción-desorción
7.5. Compostabilidad
7.5.1. Determinación de peso, cenizas y pH 50
7.5.2. Colorimetría
7.5.3. Análisis espectroscópico por infrarrojos transformados de Fourier (FTIR) 55
7.5.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM) 59
7.6. Espectrometría de masas
8. Conclusión
9. Perspectiva
10. Bibliografía
Anexos

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Condiciones cromatográficas empleadas en la metodología	32
Tabla 2. Parámetros de los modelos cinéticos	39
Tabla 3. Parámetros de isotermas	43
Tabla 4. Proceso desorción con diferentes solventes durante 24 h.	44
Tabla 5. Ciclos de adsorción-desorción	45
Tabla 6. Comparación de estudios sobre adsorción de ampicilina con diferentes adsorben	tes49
Tabla 7. Condiciones durante las etapas de compostaje	51
Tabla 8. Bandas en espectros de FTIR de PCL	55
Tabla 9. Bandas en espectros de FTIR de Ch	56
Tabla 10. Bandas en espectros de FTIR de AMP	56
Tabla 11. Molécula de AMP	60
Tabla 12. Productos de transformación de AMP (Zhang et. al, 2014)	60
Tabla 13. Molécula de AMP y productos de transformación en cada pico con error<15 p	pm
(Zhang et al., 2014)	64

## ÍNDICE DE FIGURA

Figura 1. Mecanismo de adsorción (wang et al., 2020)1	16
Figura 2. Estructura química entre quitina y quitosano (Campo, 2018)1	17
Figura 3. Cromatograma con método 1 (a), método 2 (b), método 3 (c) blanco (A) y AMP	
32.52 mg/L (B)	31
Figura 4. Cromatograma 3D de AMP con DAD	31
Figura 5. Capacidad (A) y eficiencia de adsorción (B) a diferente pH iniciales con una	
concentración 200 mg AMP/L, con una relación 228.57 g AQP/L solución a 4 h 25°C3	33
Figura 6. Carga superficial AQP (Martínez et al., 2022)	34
Figura 7. Efecto del pH en AMP (Lach, 2024)	35
Figura 8. Estructuras del complejo AMP-AQP en un proceso de adsorción	35
Figura 9. Capacidad de adsorción, ajuste de modelos cinéticos (A) y eficiencia de adsorción	
(B) a través del tiempo a un pH 6 con una concentración 200 mg AMP/L, con una	
relación 228.57 g AQP/L 25°C	37
Figura 10. Capacidad (A) y eficiencia de adsorción (B) con diferente dosis de adsorbente	
(AQP) a un pH 6 con una concentración 200 mg AMP/ L a 25°C por 15 hrs4	40
Figura 11. Capacidad (A) y Eficiencia de adsorción (B) con diferente dosis de adsorbato	
(AMP) a un pH 6 con 228.57 g AQP/L 25°C por 15 hrs4	41
Figura 12. Ajuste de isotermas Langmuir y Freundlich4	43
Figura 13. Cinética de desorción a 24 h4	14
Figura 14. Productos de dimerización (Wu et al., 2021) de AMP 1 (A) y AMP 2 (B)4	45
Figura 15. Mecanismo de dimerización de AMP 1 (A) y AMP 2 (B)4	17
Figura 16. Estructura propuesta del complejo AMP-AQP-Dímero de AMP formando	
multicapas4	18
Figura 17. Temperatura y humedad durante el proceso de compostaje5	52
Figura 18. AQP-AMP inicial (A), 32 (B), 50 (C) y 112 (D) días de compostaje5	53
Figura 19. Gráfico de colorimetría de AQP (A), AQP-AMP (B) espacio de color CIELAB (C	C)
	54
Figura 20. Espectros de Ch, PCL y AMP5	57
Figura 21. Espectro de AQP (A) y AQP-AMP (B) durante el proceso de composta5	58
Figura 22. Microscopías SEM a AQP (A) y AQP-AMP (B)	59
<b>Figura 23</b> . Espectros de blanco (A) y PT antes (B) después de adsorber 24 h (C) zoom m/z	
320 a 380	52
<b>Figura 24.</b> Espectros de blanco (A) y PT antes (B) después de adsorber 24 h (C) zoom m/z	
670 a 720	53
Figura 25. Cromatogramas de AMP en 12 días a temperatura ambiente concentración inicial	
(A) y adsorbida a 24 h (B) indicando los picos analizados	55

## Resumen

El agua es un recurso indispensable para el desarrollo de la vida, por ello mantenerla en condiciones óptimas, buscar alternativas para evitar la escasez y contaminación son parte de una gran problemática mundial, ya que los métodos convencionales no logran remover contaminantes que se encuentran en baja concentración denominados como microcontaminantes emergentes. Están presentes en recursos acuáticos, bióticos y en la atmósfera generando impactos negativos en la salud del ser humano y el medio ambiente, causan diversas enfermedades como infertilidad, cáncer, hepatotoxicidad y resistencia microbiana a antibióticos, sin embargo, actualmente estos microcontaminantes no se encuentran regulados.

Una alternativa de remoción es la adsorción que consiste en la adherencia del contaminante en una superficie sólida conocida como adsorbente, en este proyecto experimental se elaboró un material biodegradable a base de quitosano obtenido biotecnológicamente a partir de desecho de camarón y con un poliéster (AQP) para la adsorción de ampicilina (AMP), teniendo una eficiencia de adsorción de 83.30% y una capacidad de adsorción de 3.21 mg AMP/g AQP a un pH 6 y a 25°C. Los datos de adsorción siguen una cinética de pseudo primer orden ( $R^2 = 0.982$ ) y un modelo de isoterma de Freundlich ( $R^2 = 0.967$ ), adicionalmente se logró desorber el 46% del contaminante y por pruebas de compostabilidad se determinó el porcentaje de biodegradabilidad mediante la pérdida de masa de 88.87% AQP-AMP.

## Abstract

Water is an indispensable resource for the development of life, so maintaining it in optimal conditions and seeking alternatives to avoid shortages and contamination are part of a major global problem, since conventional methods fail to remove pollutants found in low concentrations, known as emerging micropollutants. They are present in aquatic and biotic resources and in the atmosphere, generating negative impacts on human health and the environment, causing various diseases such as infertility, cancer, hepatotoxicity and microbial resistance to antibiotics; however, these micropollutants are not currently regulated.

In this experimental project, a biodegradable material based on chitosan obtained biotechnologically from shrimp waste and a polyester (AQP) was developed for the removal of ampicillin (AMP), having a removal efficiency of 83.30 % and an adsorption capacity of 3.21 mg AMP/g AQP at pH 6 and 25°C.

The adsorption data follow a pseudo first order kinetics ( $R^2 = 0.982$ ) and a Freundlich isotherm model ( $R^2 = 0.967$ ), additionally 46% of the contaminant was desorbed and by compostability tests the percentage of biodegradability was determined by mass loss of 88.87% AQP-AMP.

# Introducción Contaminantes emergentes

El cuerpo humano está constituido por 75% de agua, las plantas y los animales contienen entre 50 y 95%, mientras que más del 70% de la Tierra está cubierta por agua (Fernández, 2012). Es un recurso natural indispensable para el buen funcionamiento de los seres vivos y el medio ambiente por ello es importante mantenerla en condiciones óptimas para su uso. Una gran problemática mundial es la contaminación y el consumo excesivo de la misma, ONU calcula que la cantidad de aguas residuales producidas anualmente es de unos 15,000 km<sup>3</sup>, que equivale a seis veces más agua de la que existe en todos los ríos del mundo (UN WWAP, 2003). Por esta razón, la descarga en los cuerpos acuíferos superficiales de agua residual es alta, teniendo como consecuencia la incorporación de sustancias orgánicas e inorgánicas nocivas a la biosfera.

Recientemente se ha detectado la presencia de ciertos contaminantes que se encuentran en bajas concentraciones (de  $\mu$ g/L a ng/L) que causan efectos perjudiciales a la salud humana y ecológica, no obstante, no existen leyes reguladoras para estos contaminantes conocidos como "emergentes", ya que no es fácil detectarlos porque pueden sufrir diversas transformaciones químicas que generan derivados que incluso son más tóxicos que la sustancia original. El efecto en el medio ambiente dependerá de su concentración, y de otros factores como son: su persistencia, bioacumulación, el tiempo de exposición y los mecanismos de biotransformación o eliminación (Gayosso, 2021).

Los contaminantes emergentes (CE) engloban distintos productos químicos, son clasificados como (Geissen, *et al.*, 2015, Kumar, *et al.*, 2022):

1. Productos farmacéuticos y de cuidado personal (PPCPs): tienen un impacto significativo debido a que su incorporación al ambiente es muy frecuente, puesto que la población utiliza una amplia cantidad de productos químicos que son fuente activa como jabones, cosméticos, champús, cremas, desodorante, medicamentos, entre otros. Así mismo, la medicación libera fármacos no metabolizados por medio de la excreción y la disposición incorrecta de medicamentos caducados por el drenaje (Arrubla *et al.*, 2016).

Es importante mencionar que ante esta problemática la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos, contempla el manejo adecuado de los fármacos que estén caducados incluyendo su correcta identificación, almacenaje en recipientes rígidos y herméticos, así como su destrucción por establecimientos autorizados por la autoridad sanitaria y SEMARNAT. Adicionalmente, la NOM-052-SEMARNAT-2005 establece que los medicamentos caducos se manejan como residuos peligrosos. Debido a este marco normativo, desde el año 2007 se implementó un programa coordinado por el SINGREM, una organización civil, para el manejo adecuado de medicamentos y envases de medicamentos caducos en el que algunas farmacias funcionan como centros de acopio para la recolección de estos, generalmente su destrucción es a través de prestadores de servicios autorizados (SINGREM, 2019).

En general los medicamentos más comunes detectados en aguas subterráneas son el ibuprofeno, amoxicilina, ampicilina (AMP), sulfametoxazol, cafeína, bisfenol, diclofenaco y carbamazepina (Lapworth *et al.*, 2012). En el caso de la AMP ya se ha detectado su presencia en aguas residuales, por ejemplo, Robledo e*t al.*, 2017 registraron en Michoacán, México 1.55*X*10<sup>4</sup> ng/L mientras que, Zafar *et al.* (2020) en Islamabad, Pakistán encontraron concentraciones de 3.252 *X*10<sup>7</sup> y 1.2 *X*10<sup>4</sup> ng/L, por otro lado, en Volos, Grecia (Papageorgiou *et al.*, 2015) reportaron 1.243 *X*10<sup>4</sup> ng/L.

Los PPCPs son altamente persistentes y llegan a los seres humanos a través del ciclo del agua potable, se sospecha que provocan anomalías reproductivas, aumentan las tasas de cáncer (Dey *et al.*, 2019) solo por mencionar ciertos efectos reportados en la literatura. El diclofenaco afecta tejidos de las branquias y riñones en peces de agua dulce, siendo también un posible riesgo para la población (Hoeger *et at.*, 2005). Por otro lado, se ha demostrado que antibióticos como penicilinas, sulfonamidas y tetraciclinas causan resistencia en patógenos bacterianos (Witte *et al.*, 1998).

Una alta proporción de antibióticos se libera a efluentes acuáticos debido a que su empleo sigue creciendo a nivel mundial, observándose un incremento de hasta un 65 % entre los años 2000 y 2015 (Klein, 2018). Los antibióticos fueron introducidos a finales de la década de 1930, son moléculas orgánicas complejas que se utilizan para el tratamiento de diversos tipos de enfermedades infecciosas al inhibir el crecimiento y la proliferación de bacterias patógenas sin

afectar a las células ni a los tejidos sanos (Nadeem, 2020), son empleados en el ámbito humano, veterinario, ganadero, acuicultura y agricultura.

Debido a sus características fisicoquímicas son bioacumulables, persistentes y solubles en agua, por esta razón se consideran peligrosos. Entre los posibles efectos adversos para la salud humana por antibióticos están: el estrés oxidativo, daño celular, efectos teratogénicos y endocrinos, hepatotoxicidad, perturbación de las funciones hormonales, las bacterias al estar en contacto continuo activan genes de resistencia a los antibióticos que se transfirieren entre las bacterias ambientales y patógenas (Meléndez-Marmolejo, 2020).

Entre los efectos ecológicos de la ciprofloxacina, se encuentra la toxicidad en microorganismos como bacterias, cianobacterias, influyendo en su crecimiento y reduciendo las poblaciones de estas, lo que puede afectar al equilibrio del ecosistema por perder organismos que pueden influir en los ciclos biogeoquímicos y cadenas tróficas (Meléndez-Marmolejo, 2020).

2. Las sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas (PFAS) son moléculas con un esqueleto de carbonos unidos fuertemente a átomos de flúor por lo que son estables. Son utilizados en diversas industriales para la fabricación de pesticidas, edulcorantes, alfombras, utensilios de cocina, entre otros.

Se han detectado que en concentraciones elevadas causan efectos adversos en sistemas reproductivos e inmunitarios, complicaciones en hígado y riñones, así como tumores en animales, siendo una amenaza tanto para el medio ambiente y los seres vivos (Leyva, 2021), mientras que el compuesto bisfenol A utilizado en la fabricación de resinas epóxicas y plásticos para empaques de alimentos y agua, se ha reportado efectos estrogénicos en ratas (Dodds *et al.*, 1998) y hormonales que aumentan el riesgo de cáncer de mama en humanos (Krishnan *et al.*, 1993).

### 1.2. Adsorción

Las plantas de tratamiento de aguas residuales (PTARs) han sido diseñadas para la remoción de materia orgánica y ciertos tipos de contaminantes que se encuentran especificados en las normas oficiales mexicanas (García-Gómez, 2011). Sin embargo, en los últimos años el aumento de CE ha traído consigo la utilización de diversos métodos para su eliminación como son los físicos

que implican el uso de adsorbentes, los químicos emplean procesos avanzados de oxidación y finalmente los biológicos que se basan en la biodegradación de contaminantes con reactores especialmente diseñados (Dey *et al.*, 2019). A pesar de contar con diversas técnicas la remoción de estos contaminantes varía de acuerdo con el proceso empleado. Algunos contaminantes pueden removerse con mayor facilidad ya que se degradan con el contacto a la luz o al mezclarse con otras sustancias, esto se da por efecto antagonista o sinérgico. El primero suprime la acción del contaminante con el que está en contacto, mientras que el segundo depende de la presencia de otros contaminantes llegando a potenciar su actividad tóxica (Jiménez, 2011).

En diferentes investigaciones se concluye que el proceso de adsorción por carbón activado y los tratamientos de oxidación soy muy efectivos para remover CE (Westerhoff *et al.*, 2005). La adsorción es un proceso de separación durante el cual las sustancias de un líquido o gas se adhieren a las superficies exteriores e interiores de un material sólido llamado adsorbente (Crini *et al.*, 2018). Es una técnica muy utilizada debido a su alta eficiencia, bajo costo de producción, generalmente no produce productos tóxicos y fácil operación (Valladares-Cisneros *et al*, 2016). Es un fenómeno de superficie en el cual interaccionan tres componentes: adsorbato (compuesto que se desea remover), adsorbente (superficie) y efluente (flujo de agua que es vertido directo al ambiente). La afinidad entre el adsorbente y el adsorbato es la principal fuerza de interacción que controla el mecanismo.

El proceso de adsorción sigue tres etapas (Tawfik, 2022):

- El primer paso es la difusión externa, en la que el adsorbato se transfiere a través de la
  película líquida que rodea al adsorbente. Implica una transferencia de masa del soluto desde
  la solución a través de los alrededores de la película estancada hasta la superficie externa de
  la partícula.
- El segundo paso es la difusión interna, en la que el adsorbato se difunde a través de los poros del adsorbente. Se produce cuando un adsorbato salta de un sitio de adsorción disponible a otro en una serie de reacciones de adsorción-desorción.
- El tercer paso es la adsorción del adsorbato en los sitios activos del adsorbente o la adhesión del soluto a la superficie del adsorbente generando la unión química o física.

Cuando la fase sólida se pone en contacto con la solución donde está presente el soluto a remover, este comienza a concentrarse sobre la superficie del sólido, con la subsecuente disminución de su concentración en la fase líquida, hasta que se alcanza el equilibrio entre ambas fases. Para evaluar la capacidad de adsorción que presenta un adsorbente ante un contaminante concreto se definen las isotermas de adsorción como la relación de dependencia a una temperatura constante de la cantidad de adsorbato adsorbido por peso unitario de adsorbente con respecto a la concentración del adsorbato en equilibrio (Menéndez *et al.*, 2021). Los mecanismos de adsorción pueden ser químicos que correspondiente a la formación de enlaces químicos que crean grupos funcionales, o físicos relacionados con la fuerza de Van der Waals y de intercambio iónico que se atraen y repelen por sus cargas, como se muestra en la Figura 1.



Figura 1. Mecanismo de adsorción (Wang et al., 2020)

Por otro lado, una cinética es la medición de la velocidad con que se lleva a cabo el proceso de adsorción, se requiere determinar las concentraciones del analito antes y después del tiempo de contacto, con estos datos se determina si la cinética es de primer o segundo orden (García-Rojas,2012).

Los adsorbentes usados para remover sustancias químicas son clasificados en dos categorías, adsorbentes naturales y artificiales. Los naturales más utilizados son quitosano, caolín, sepiolita, algas y zeolitas, mientras que los sintéticos son sílica gel, carbón activado y resinas (Li *et al.*, 2013).

### 1.3. Quitosano y policaprolactona

La quitina es un polisacárido muy abundante en los seres vivos, está presente en el exoesqueleto de diversos crustáceos, paredes celulares de hongos por mencionar algunos *Fusarium solani*, *Rhizopus oryzae*, en algas como las diatomeas y en la cutícula de insectos por ejemplo escarabajo, cucarachas, etc. mientras que el quitosano se encuentra en *Mucorales* (Lárez, 2006).

La quitina y quitosano (Ch) son biopolímeros químicamente emparentados ya que la quitina es una poli ( $\beta$ -N-acetil-glucosamina) que mediante una reacción de desacetilación que elimine al menos un 50 % de sus grupos acetilo, se convierte en quitosano (poli ( $\beta$ -N-acetil-glucosamina-co- $\beta$ -glucosamina. Mientras que cuando el grado de desacetilación alcanza el 100 % el polímero formado es quitano (Lárez, 2006) como se muestra en la Figura 2.

Actualmente el quitosano es considerado un material muy prometedor para varias aplicaciones debido a diversas causas como: su ventaja económica al provenir de una fuente natural renovable, biodegradabilidad, biocompatibilidad, propiedades antimicrobianas, capacidad de formación de películas, bioadhesividad, polifuncionalidad, hidrofilicidad y propiedades de adsorción (Espinosa-Carvazos *et al.*, 2022; Rinaudo, 2006). La mayoría de las propiedades del quitosano pueden relacionarse con su naturaleza catiónica/aniónica, que es única entre los abundantes polisacáridos y polímeros naturales. Su estructura química contiene grupos funcionales amino e hidroxilo, que facilitan la interacción con moléculas orgánicas presentes en las aguas residuales (He *et al.*, 2018; Crini *et al.*, 2008).



Figura 2. Estructura química entre quitina y quitosano (Campo, 2018).

La policaprolactona (PCL) es un polímero biodegradable de origen petrolífero perteneciente a la familia de los poliésteres alifáticos, cuya unidad monomérica es la  $\varepsilon$ -caprolactona. Tiene como propiedades ser biocompatible, biodegradable, buena solubilidad con disolventes orgánicos (cloroformo, acetato de etilo, etc.) y es estable estructuralmente. Además, es altamente miscible y se combina bien con otros polímeros. También se adhiere bien a un gran número de superficies, su obtención es más simple que otros biopolímeros, funde fácilmente y no es tóxico (Puentes, 2020).

## 1.4. Normatividad

## 1.4.1. Nacional

Las Normas Técnicas Ecológicas sobre el Control de la Contaminación del Agua constituyen el antecedente jurídico de las actuales Normas Oficiales Mexicanas sobre calidad, descarga y tratamiento del agua. Es relevante señalar que existe un entramado de regulación relativo a los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales, sobre la calidad del agua para el consumo humano y sobre buenas prácticas para la fabricación de medicamentos, sin embargo, el análisis detallado de su contenido revela un vacío legal sobre los contaminantes emergentes en el agua (Jacobo-Marín, 2021), es decir, de acuerdo con lo expuesto por Daughton en 2004 podría hablarse propiamente de "contaminantes no regulados". Existen normas y leyes que consideran presencia y descarga de otros contaminantes, por ejemplo:

- NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-001-SEMARNAT-2021, que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación.
- NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-002-SEMARNAT-1996, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.
- NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-003-SEMARNAT-1997, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.

- NOM-127-SSA1-2021. Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua.
- NOM-179-SSA1-2020. Agua para uso y consumo humano. Control de la calidad del agua distribuida por los sistemas de abastecimiento de agua.
- NOM-230-SSA1-2002. Agua para uso y consumo humano, requisitos sanitarios que se deben cumplir en los sistemas de abastecimiento públicos y privados durante el manejo del agua. Procedimientos sanitarios para el muestreo.

## 1.4.2. Internacional

A nivel mundial no se han establecidos normas o leyes que se relacionen con contaminantes emergentes, pero si existen primeros acercamientos para la solución a dicha problemática como se observa a continuación:

- En 1999 la Agencia Europea de Sustancias y Mezclas Químicas en colaboración con la Agencia de Medio Ambiente, identificó 92 sustancias químicas preocupantes de las que se sospechaba que podían superar los criterios de peligrosidad en cuanto a toxicidad, persistencia y bioacumulación, sin embargo, la lista no tiene implicaciones legales.
- Tanto la Unión Europea como la Agencia de Protección del Medio Ambiente de Estados Unidos (US EPA) han elaborado una lista de 129 contaminantes prioritarios y han establecido criterios de calidad del agua para ellos, se elaboró en función de su presencia en el agua, estabilidad, estructura, composición y peligrosidad siendo una amenaza para las aguas receptoras (Daughton, 2003).
- El Convenio de Estocolmo sobre contaminantes orgánicos persistentes (COP) entro en vigor en 2004 destinado en su mayoría para plaguicidas, productos químicos industriales, dioxinas y furanos. Tiene por objeto proteger la salud humana y el medio ambiente frente a los COP, así como promover las mejores prácticas y tecnologías disponibles para reemplazarlos, y prevenir el desarrollo de nuevos COPS a través del fortalecimiento de las legislaciones nacionales y la instrumentación de planes nacionales para cumplir estos compromisos (Secretaría del Convenio de Estocolmo, 2010). Algunos países involucrados son Brasil, Chile, Colombia, Belice, Costa Rica, Guatemala, Honduras, Alemania, Suecia, Grecia, Austria, Italia, Francia, España, México, entre otros.

#### 2. Antecedentes

#### 2.1. Tratamientos de adsorción para la adsorción de fármacos

Putra et al., 2009 realizaron una investigación donde compararon el proceso adsorción de amoxicilina utilizando como absorbente carbón activado y bentonita, obtuvieron una eficiencia de adsorción de 94.67% pH 2.15, se ajustaron a un modelo de isoterma Langmuir y una cinética de pseudo-segundo orden, utilizaron 1.5 g adsorbente con 50 mL de una solución con concentración inicial de 317 mg/L con una temperatura 30 °C. Para 2015 Katsigiannis et al. realizaron un estudio que tenía como objetivo evaluar con columnas de lecho fijo en un sistema de carbón activado granular a escala piloto los siguientes fármacos: disruptores hormonales como bisfenol-A y triclosán, y antiinflamatorios no esteroideos como ibuprofeno, naproxeno y ketoprofeno, las muestras se realizaron con agua del grifo con los compuestos objetivos en concentraciones de hasta 2  $\mu$ g/L. De acuerdo con los resultados, todos los compuestos se eliminaron eficazmente, sin embargo, los disruptores hormonales se eliminaron del agua con mayor eficacia que los antiinflamatorios. Para una velocidad superficial de 3,1 m/h y una profundidad de lecho de 8 cm los índices de eliminación en el quinto día de funcionamiento continuo fueron del 86.7% para triclosán, 74.7% bisfenol, 65.6% naproxeno, 61.4% ketoprofeno y 57.4% ibuprofeno, mientras que para una profundidad del lecho de 16 cm se consiguió una eliminación prácticamente completa de todos los compuestos. Más tarde, Li et al. en 2020 realizaron la adsorción de AMP sódica en carbón activado comercial, usando 200 mg/L de adsorbato, 3 g de adsorbente en 100 mL de solución a 30 °C y pH 3, con una capacidad de adsorción de 140.9 mg de AMP/g de carbón activado, los datos se ajustaron a una cinética de segundo orden y una isoterma de Langmuir. En el mismo año, López et al. 2019 reportan la adsorción de ibuprofeno y de acetaminofén utilizando como adsorbente carbón activado comercial Filtrasorb-400, evaluaron el efecto de la temperatura y del pH de la solución, en la cinética y el equilibrio de adsorción. En conclusión, la cinética de adsorción de estos fármacos corresponde a una reacción de pseudo-segundo orden. El carbón activado tuvo una capacidad de adsorción superior a 300 mg/g, a pH 5.3 y 30 °C, fue capaz de alcanzar el equilibrio en 2 h para concentraciones iniciales de 80 mg/L.

Finalmente, en 2024 Lanch realizó un estudio de adsorción de AMP sódica probando seis diferentes tipos de carbones activados comerciales, el que mostro la mayor capacidad de

adsorción fue el de mayor área superficial, con 1 g de carbón activado y una concentración de 200 mg/L de adsorbato durante 10 h a 20 °C con un de pH 6, sigue una cinética de Elovich y una isoterma Temkin. Se mostró que a una dosis de 10 mg/L se removía el 96%.

## 2.2 Quitosano utilizado en el tratamiento de aguas residuales

El quitosano es ampliamente utilizado en áreas como la agricultura en recubrimiento de semillas para conservar su almacenamiento, en medicina para la producción de gasas y vendajes con el fin de aumentar la cicatrización de heridas, en el sector farmacéutico como hidrogeles que permiten la hidratación de la zona de interés, mientras que en el caso de tratamiento de aguas residuales es muy empleado debido a que se ha descrito como un polímero catiónico lineal, no tóxico, de alto peso molecular y fácil aplicación (Campo *et al.*, 2018).

En un estudio realizado por Muñoz (2020) se evaluó la aplicación de quitosano como coagulante natural en el tratamiento de aguas residuales industriales, la muestra de agua fue proveniente de una industria lubricadora con una remoción de turbidez del 91.57%. En el mismo año Mahmoud *et al.* sintetizaron un nuevo nanocompuesto a partir de la combinación de óxido de titanio-quitosano-bentonita, con una eficiencia de adsorción de 95% para levofloxacina y 92.8% de ceftriaxona, obtuvieron una isoterma de Langmuir un coeficiente de determinación (R<sup>2</sup>) para levofloxacina y ceftriaxona de 0.952 y 0.987, respectivamente, mientras que ambos se ajustaron mejor a un modelo cinético de pseudo-segundo orden.

Kumar *et al.* (2022) fabricaron microesferas de carbón activado y quitosano para la adsorción de diclofenaco, a pH 6 con una dosis de microesferas de 1.5 mg/mL a 40°C, se removió un 97.02%, el mejor ajuste ( $R^2 = 0.98$ ) fue una isoterma de Freundlich que indica una superficie heterogénea promoviendo una adsorción multicapa, la cinética de pseudo-segundo orden dio el mejor ajuste, durante este mismo año Juang *et al.* realizaron un estudio de modelización de isotermas de adsorción de amoxicilina, ampicilina y doripenem sobre un adsorbente de bentonita-quitosano con una concentración de adsorbatos de 250 mg/mL, a diferentes dosis de adsorbente 0.4-5 g en 500 mL en solución a una temperatura y pH de 30 °C y 6, respectivamente. Los datos experimentales siguen una isoterma de Langmuir con una capacidad máxima de adsorción de 83.32 mg de ampicilina/g de bentonita-quitosano. De igual forma se realizó una investigación por Martínez *et al.* 2022 donde se formuló una matriz extrudida de quitosano y

poli- $\varepsilon$ -caprolactona para evaluar la capacidad de adsorción de los iones metálicos Cu<sup>2</sup>+, Pb<sup>2+,</sup> Zn<sup>2+,</sup> Fe<sup>2+,</sup> Cd<sup>2+</sup> y Al<sup>3+</sup> en un sistema en batch y continuo, se concluyó que en un sistema batch con un tiempo de equilibrio de 60 min se logró una capacidad máxima de 165 mg/g para el Zn<sup>2+</sup>, 10.72 mg/g de Fe<sup>2</sup>+ y 4 mg/g de Cu<sup>2+</sup>, mientras que la cinética que mejor se ajustó en el caso del Cu, Fe y Al fue el modelo de pseudo-segundo orden ya que los coeficientes de determinación (R<sup>2</sup>) fueron de 0.996, 0.999 y 0.998, respectivamente. En el caso del Zn no se ajustó al modelo pseudo-segundo y Elovich, mientras que al evaluar las isotermas de adsorción los datos se ajustaron mejor con Freundlich que Langmuir, con coeficientes de determinación (0.989, 0.997 y 0.890 para los iones Cu, Zn, y Fe.

En resumen, para remover la mayor cantidad de CE en las PTARs resulta de gran interés emplear nuevas e innovadoras técnicas que permitan mitigar esta problemática permitiendo una mejora en la salud ambiental y humana.

## 3. Justificación

De acuerdo con la OMS (Organización Mundial de la Salud) el uso indebido y excesivo de los antibióticos, así como el consumo involuntario por su presencia en aguas residuales determina la aparición de patógenos farmacorresistentes, lo cual es una amenaza para la salud pública a las que se enfrenta la humanidad (OMS, 2021).

La AMP es un antibiótico  $\beta$ -lactámico perteneciente al grupo de las penicilinas ampliamente utilizado por su eficacia contra las bacterias Gram negativas y Gram positiva. Es relativamente antiguo ya que es el medicamento que con frecuencia se aplicaba en niños según la OMS (OMS, 2021). En 2008 el consumo de AMP representaba el 13% del uso total de antibióticos, disminuyendo al 7% en 2010 por la política sobre la prohibición de venta sin receta, sin embargo, durante la pandemia de COVID-2019 el uso de antibióticos aumentó a más del 72% (Pacheco-Montoya AD *et al.*, 2022) por falta de información sobre una enfermedad desconocida. Sumado a su frecuente consumo, es importante mencionar que solo el 30% de AMP se excreta cuando se administra por vía oral y el 75% por intravenosa (Ioannou-Ttofa *et al.*, 2019) por lo tanto, llega a las corrientes de agua por la orina, sin embargo, en las PTARs no se logran eliminar antibióticos por lo que una parte de estos compuestos y sus productos de degradación ingresan con una alta porción de toxicidad a las corrientes superficiales (ríos, lagos, océanos, etc.) y potables. <sup>1</sup>

Debido a su alto consumo, su incompleta metabolización y la escasa investigación sobre los efectos recalcitrantes de este antibiótico sobre la salud y el medio ambiente, así como el uso de adsorbente que no son biodegradables que pueden generar una contaminación adicional, se considera una problemática importante de erradicar. Por esta razón se plantea como alternativa un proceso de adsorción mediante de un adsorbente biodegradable elaborado a partir de desechos de camarón.

## 4. Hipótesis

El uso de un adsorbente (AQP) a base de quitosano (Ch) y policaprolactona (PCL) removerá AMP de agua contaminada, será reutilizado y una vez terminada su vida útil compostado.

## 5. Objetivos

## 5.1. Objetivo general

Evaluar el proceso de adsorción-desorción de AMP y derivados con un material compostable (AQP) a base de quitosano y de policaprolactona.

## 5.2. Objetivos particulares

- Desarrollar el método por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC-DAD) para la cuantificación de AMP y derivados.
- Determinar el tiempo y capacidades de adsorción-desorción al equilibrio en un proceso por lote.
- Evaluar el efecto del pH, la dosis de absorbente y el adsorbato en proceso de adsorción por lote.
- Determinar la biodegradabilidad del material después de la adsorción mediante un proceso de compostabilidad.
- Identificar mediante ionización por electrospray (ESI-MS) la AMP y derivados de fracciones cuantificadas por HPLC.

## 6. Metodología

## 6.1. Identificación y cuantificación de CE

Por medio de cromatografía líquida de alta resolución (HPLC-DAD), se identificó y cuantificó la AMP con un equipo Agilent Technologies Modelo 1260 Infinity acoplado a un detector de arreglo de diodos (DAD), equipado con una bomba cuaternaria y una columna Agilent Zorbax Eclipse plus C18 4.6 x 150 mm, 5 µm y un muestreador automático. Se utilizó como fase móvil una mezcla de disolvente A (agua con 0.1% de Ácido fórmico) y disolvente B (Metanol) con un método por gradiente (ANEXO 1, tabla I método C) a una longitud de onda de 258 nm (Papageorgiou *et al.*, 2016; Zafar *et al.*, 2020):

## 6.2. Proceso de adsorción

## 6.2.1. Determinación de pH

Se evaluó el proceso de adsorción a pH 4, 5, 6, 7 y 8 (Putra *et. al*, 2009) utilizando NaOH y HCl 0.5 M, con las condiciones fijas: 4 g de AQP en 17.5 mL de solución AMP a una concentración de 200 mg/L proveniente de Farmacia YZA de 500 mg, por 4 h a temperatura ambiente en un agitador mecánico a 200 rpm (Putra *et al.*, 2009).

## 6.2.2. Determinación tiempo de equilibrio

En un proceso en lote se evaluaron diferentes tiempos 3, 6, 9, 12, 15, 18, 22 y 24 h, las condiciones fijas: 4 g de AQP en 17.5 mL de solución AMP a una concentración de 200 mg/L pH 6 a 200 rpm (Lanch, 2024).

## 6.2.3. Determinación de dosis de adsorbente

Se cuantificaron diferentes dosis de AQP 0.2, 1, 2, 3, 4 y 5 g con 17.5 mL a 200 mg/L AMP con un pH 6 por 15 h a 200 rpm (Kumar *et al.*, 2022).

## 6.2.4. Determinación de dosis de adsorbato

Finalmente se probaron diferentes dosis de AMP 100, 180, 440, 540, 680, 870, 900, 950 mg/L con 4 g de AQP en 17.5 mL a pH 6 por 15 h a 200 rpm (Kumar *et al.*, 2022, Putra *et al.*, 2009).

Se calcularon las variables respuesta: capacidad máxima de adsorción (ecuación 1) y eficiencia de adsorción (ecuación 2). Además, se realizó un análisis de varianza de un factor (ANOVA) y

una prueba de Tukey de comparación múltiple de medias (p<0.05) para cada parámetro mencionado anteriormente:

$$q_t = \frac{(C_0 - C_f)V}{m} \qquad (1)$$

 $q_t$ = Masa de AMP por cada gramo de adsorbente AQP (mg/g), cantidad de una sustancia (adsorbato) que un material (adsorbente) puede retener en su superficie

 $C_0$  = Concentración de AMP en la muestra antes de ser tratada (mg/mL)

 $C_f$  = Concentración de AMP en la muestra después de ser tratada (mg/mL)

V = Volumen de muestra tratada (mL)

m= Masa de adsorbente AQP con que fue tratada la muestra (g)

$$E_{ads}(\%) = \frac{(C_{ent} - C_{sal})}{C_{ent}} \times 100\% \quad (2)$$

 $\&E_{ads}$  = Porcentaje de eficiencia de adsorción

 $C_{ent}$  = Concentración de AMP en la muestra antes de ser tratada (mg/mL)

 $C_{sal}$  = Concentración de AMP en la muestra después de ser tratada (mg/mL)

## 6.2.5. Cinéticas e Isotermas de adsorción

Para determinar el modelo que mejor describe el proceso de adsorción con respecto al tiempo se emplearon cinéticas de pseudo primer orden, pseudo segundo orden y Elovich, ecuaciones 3-5, respectivamente, ajustando los datos experimentales de la capacidad de adsorción (Mahmoud, 2022):

$$q_e = q_{eq} \left(1 - e^{-k_1 t}\right) \dots (3)$$
$$q_e = \frac{q_{egk_2 t_1}^2}{1 + q_{eg}k_2 t} \dots (4)$$
$$q_e = \frac{-1}{\beta} \ln(t\alpha\beta) \dots (5)$$

 $q_t$  = Capacidad de adsorción en el tiempo (mg/g)

 $q_{eq}$  = Capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)

 $k_2$  = Constante de velocidad de adsorción de pseudo segundo orden (g/mg\*min)

 $k_1$  = Constante de velocidad de adsorción de pseudo primer orden (min<sup>-1</sup>)

- t = Tiempo de contacto (min)
- $\alpha$  = Constante de velocidad de adsorción inicial (mg/g\*min)

 $\beta$  = Constante relacionada con la extensión de la cobertura superficial y la energía de activación de quimisorción (g/mg)

Las capacidades de adsorción se ajustaron a isotermas como son Langmuir (ecuación 6) y Freundlich (ecuación 7)

$$q_e = q_{max} \frac{K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad (6)$$

 $q_e$  = Capacidad de adsorción en el tiempo (mg/g)

 $q_{max}$  = Capacidad máxima de adsorción monocapa de Langmuir (mg/g)

- $K_L$  = Constante de Langmuir (L/mg)
- $C_e$  = Concentración de AMP en el equilibrio (mg/L)

$$q_e = K_f C_e^{\frac{1}{nf}} \quad (7)$$

 $q_e$  = Capacidad de adsorción en el tiempo t (mg/g)

 $K_f$  = Constante de Freundlich ((mg/g) (mg/L)<sup> $\frac{-1}{n}$ </sup>

n<sub>F</sub> = Factor adimensional que representa la heterogeneidad de la superficie

 $C_e$  = Concentración de AMP en el equilibrio (mg/L)

# 6.2.6. Identificación de AMP y derivados mediante espectrometría de masas durante el proceso de adsorción

Una vez determinadas las condiciones de adsorción, pH 6, 4 g de AQP y tiempo de 24 h, se procedió a adsorber una solución de AMP (20 mg/mL) que fue almacenada a temperatura ambiente por 12 días. Posteriormente, se analizó el efluente en un espectrómetro de masas con con ionización por electrospray ESI-TOF modelo micrOTOF II (Bruker Daltonics Inc.) con una plataforma computacional Compass (otofControl y DataAnalysis de Bruker Daltonics Inc.). Los espectros fueron adquiridos en modo positivo con un voltaje del capilar de 4500 V, nitrógeno como gas de nebulización a 4 L/min (0.5 Bar) y a una temperatura de secado de 150°C. El rango de detección fue de 50-3000 m/z (Zhang *et. al,* 2014, Franks *et al.,* 2014, Wu *et al.,* 2021)

### 6.3. Proceso de desorción

Se evaluó el tiempo de desorción a 3, 9, 13, 15, 18, 22 y 24 h con NaOH 0.5 N (Martínez *et al.*, 2022). La variable respuesta calculada fue eficiencia de desorción (ecuación 8).

$$E_{des}(\%) = \begin{pmatrix} C_{de\underline{s}} \\ C_{ads} \end{pmatrix} X \ 100 \qquad (8)$$

 $\&E_{des} =$ Porcentaje de desorción

 $C_{ads}$  = Concentración de AMP retenida en AQP en equilibrio (mg/L)

 $C_{des}$  = Concentración de AMP que es desorbida (mg/L)

### 6.4. Ciclos de adsorción-desorción

Se realizó una adsorción con 4 g y 870 mg AMP/L a pH 6 a 18 h, se dejó secar por 24 h, con NaOH 0.5 M se efectuó la desorción a 15 h, se secó e inicio el proceso nuevamente.

## 6.5. Pruebas de compostabilidad

En bolsas de Tul de 5X5 cm se agregaron 2 g de AQP y 2 g de AQP-AMP (0.03252 mg AMP/L) con composta activa, posteriormente se colocaron en una pila de composta de 10 m de largo X 2 m de alto X 2.5 m ancho con una composición de 60 kg de estiércol, 14 m<sup>3</sup> pasto seco, 1 m<sup>3</sup> pasto fresco, 26 m<sup>3</sup> hoja y 6 m<sup>3</sup> astilla (localizada en el Instituto Politécnico Nacional Unidad Zacatenco), se mantuvo una temperatura de 50-65 °C, humedad 50-60 % (fase termófila) y pH 4-9, de acuerdo con la NMX-AA-180-SCFI-2018.

### 6.5.1. Determinación de pH

En un vaso de precipitado se adicionaron 3 g de composta y 50 mL de agua bidestilada, se agito eventualmente por 30 min y se midió el pH (ASTM D1293).

#### 6.5.2. Determinación de peso

Se registró el peso de AQP antes y después del proceso de compostaje, y se obtuvo el porcentaje de disminución de peso con la fórmula 9 (Martínez *et al.*, 2022).

$$P\acute{e}rdida \ de \ peso \ (\%) = (\frac{(Peso_{inicial} - Peso_{final})}{Peso_{inicial}}) X \ 100 \qquad (9)$$

#### 6.5.3. Determinación de cenizas

En primer lugar, se colocaron 3 crisoles en la mufla por 24 h y se llevaron a peso constante para registrar su peso, después se añadieron 2 g de composta, se deshidrató en la mufla por 4 h nuevamente se registró el peso para conocer el porcentaje de humedad de la muestra. En seguida, se calcinó la muestra con el mechero y se colocó en la mufla a 540 °C durante 6 h, finalmente se mantuvieron a temperatura constate y se pesaron (ASTM D2974).

**6.5.4.** Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) Las muestras de interés se colocaron en una estufa a 45 °C durante 24 h para ser analizadas en un espectrofotómetro de infrarrojo con detector de reflectancia total atenuada en un infrarrojo Perkin Elmer Spectrum 100 ATR-FTIR (Martínez, 2018).

### 6.5.5. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se sumergió la muestra con glutaraldehído al 2.5% por 24 h, se realizaron lavados con PBS 1x hasta que el olor de glutaraldehído despareció, posteriormente se adicionó tetróxido de osmio por 2 h, posteriormente se realizó un tren de deshidratación con alcohol a 30, 40, 50, 70, 80, 90, 100% durante 10 min entre cada paso de deshidratación se realizaron dos lavados, se realizó un secado de punto crítico, se montaron y finalmente se cubrieron con oro para su posterior visualización en el microscopio electrónico de barrido (Martínez *et al.*, 2022).

#### 6.5.6. Colorimetría

Por medio de un medidor de colorimetría Minolta CR-200 se evaluaron las muestras que se recolectaron durante el proceso de compostaje.

# 7. Resultados y discusión7.2. Identificación y cuantificación de CE

En el desarrollo del método de cuantificación se probaron diferentes condiciones cromatográficas, en la Tabla 1 se muestran las especificaciones correspondientes a cada uno. El método 1 fue isocrático, que consistió en mantener constante la fase móvil durante toda la corrida, mientras que el método 2 y 3 fueron con gradiente, es decir, la composición de la fase móvil cambió durante el análisis para mejorar la separación y la detección de componentes en una muestra.

Al realizar una prueba con el método 1 no se observó el pico correspondiente a AMP en la Figura 3 (a), por ello esta misma muestra se inyectó nuevamente cambiando la fase móvil de acetonitrilo (Zafar *et al*, 2020) por metanol, en este caso si fue posible observar el pico correspondiente a AMP (Figura 3 b) esto podría deberse a que la AMP es más soluble en metanol que en acetonitrilo (Benavides *et al.*, 2007). Es importante que la fase móvil sea capaz de disolver la muestra para que los componentes de interés puedan ser transportados a través de la columna cromatográfica (García de Marina *et al.*, 2016). Adicionalmente, a la muestra se le realizó un barrido de 200-400 nm para conocer la longitud de onda máxima en la que se obtiene la mayor absorción de AMP que fue de 258 nm (Figura 4). De igual forma, se probó la fase móvil con gradiente variando la composición de la fase móvil (ANEXO 1), en la Figura 3 (c) se presenta el método 3 el cual resolvió mejor la separación con un tiempo de retención de 21.3 min. Posteriormente se elaboró una curva patrón (ANEXO 2) con el objetivo de cuantificar la concentración de la solución antes-después del proceso de adsorción-desorción.



**Figura 3.** Cromatograma con método 1 (a), método 2 (b), método 3 (c) Blanco (A) y AMP 32.52 mg/L (B)



Figura 4.Cromatograma 3D de AMP con DAD

## Tabla 1. Condiciones cromatográficas empleadas en la metodología

## \*Con el método 1 se hizo la prueba de acetonitrilo

Método	Método 1 (2	Zafar <i>et al</i>	., 2020) *	M	Método 2 (Papageorgiou et al, 2015)					Método 3				
Fase móvil	A: Ácido fórmico 1%, B: Metanol 100%													
Columna	Agilent Zorbax Eclipse plus C18 4.6 x 150 mm, 5 µm													
Flujo	1 mL/min				0.4 mL/min					0.4 mL/min, excepto de 20 a 27 min con 0.6 mL/min				
	Isocrático				iente	Gradiente								
	Tiempo (min)	A [%]	B [%]		Tiempo (min)	A[%]	B [%]			Tiempo (min)	A[%]	B [%]		
	16	84	16		0	90	10			0	90	10		
Modo de	L				4	60	60			4	86	14		
elución					12	10	90			8	80	20		
					26	10	90			12	70	30		
					27	90	10			20	60	20		
					34	90	10			27	80	20		
										30	90	10		
										32	90	10		
Volumen de														
inyección	20 µl				20 µl									
Temperatura	35 °C				40.90									
de horno						L								
Longitud de	258 nm													
onda (DAD)														

## 7.2. Proceso de adsorción en lote

### 7.2.1. Determinación del efecto de pH en la adsorción de AMP

En la Figura 5 se visualiza que pH 4 y 5 pertenecen al mismo grupo, mientras que 7 y 8 corresponden a un grupo diferente, por ello en pH 6 se obtiene la mayor capacidad de adsorción y eficiencia de adsorción con  $0.25 \pm 0.006$  mg AMP/g AQP y  $30.29 \pm 0.81\%$ , respectivamente. Se realizó un ANOVA y prueba de Tukey (ANEXO 3) con el objetivo de determinar el pH donde la capacidad y eficiencia de adsorción no cambien significativamente.



**Figura 5.** Capacidad (A) y eficiencia de adsorción (B) a diferente pH iniciales con una concentración 200 mg AMP/L, con una relación 228.57 g AQP/L solución a 4 h 25°C.

El punto de carga cero (PZC) se define como el valor del pH en el cual la carga neta total (externa e interna) de las partículas sobre la superficie del material adsorbente es neutra, es decir, el número de sitios positivos y negativos es igual (Franks *et al.*,2003), si el pH de una solución está por debajo de PZC será positiva la carga de la superficie, en cambio cuando está por encima de PZC la superficie tendrá carga negativa, en la Figura 6 el PZC de AQP es 6.77 (Martínez *et al.*, 2022), por lo tanto, esta tiene carga positiva que se le atribuye a que el grupo amino (NH<sub>3</sub><sup>+</sup>) del quitosano se protona a pH ácidos.



Figura 6. Carga superficial AQP (Martínez et al., 2022)

Por otro lado, dependiendo del pH la AMP puede adoptar diferentes formas como se muestra en la Figura 7, el punto isoeléctrico (pI) es el pH en el cual una molécula no tiene carga neta, por encima de pI la molécula tiene carga negativa, mientras que por debajo de pI tiene carga positiva (Ávila, 2011), de acuerdo con un estudio realizado por Hou *et al.* 1969 la AMP tiene una pI de 4.9, es decir, el grupo carboxilo estará desprotonado (COO<sup>-</sup>) a pH 6.



Figura 7. Efecto del pH en AMP (Lach, 2024).

Por lo tanto, se sugiere como mecanismo una interacción electrostática entre el grupo amino protonado  $(NH_3^+)$  del quitosano en la AQP con grupo carboxilo desprotonado  $(COO^-)$  de la AMP (Figura 8). Esto explica que la mayor capacidad y eficiencia de adsorción fue a pH 6 que se encuentra en el intervalo que con base en el pI de AMP y PZC del AQP sería de 4.99 a 6.77.



Figura 8. Estructuras del complejo AMP-AQP en un proceso de adsorción

### 7.2.2. Determinación tiempo de equilibrio y cinéticas de adsorción

En la Figura 9 se observa la cinética de adsorción durante 24 h con el objetivo de establecer el tiempo de equilibrio que es el período necesario para que se alcance un equilibrio termodinámico donde las moléculas del adsorbato se adhieren a la superficie del adsorbente hasta que ya no ocurre un intercambio significativo de moléculas entre el adsorbente y la fase líquida (Figueroa *et al.*, 2015). De acuerdo con el ANOVA y prueba Tukey (ANEXO 4) las 18, 22, 24, h pertenecen al mismo grupo, por lo tanto, se estableció que el tiempo de equilibrio es a las 18 h con una capacidad de adsorción  $0.93 \pm 0.004$  mg AMP/g AQP y una eficiencia de adsorción de 99.98  $\pm$  0.001%, sin embargo, para efectos experimentales se utilizaron 15 h. En la Tabla 2 se presentan los parámetros correspondientes a cada modelo cinético y los coeficientes de determinación, el modelo que tiene un R<sup>2</sup> mayor es pseudo primer orden, así como un menor error estándar.


**Figura 9**. Capacidad de adsorción, ajuste de modelos cinéticos (A) y eficiencia de adsorción (B) a través del tiempo a un pH 6 con una concentración 200 mg AMP /L, con una relación 228.57 g AQP/L 25°C

El modelo pseudo primer orden (PFO) describe la tasa de cambio en la cantidad de adsorbato adsorbido como dependiente de la diferencia entre la capacidad máxima de adsorción y la cantidad adsorbida en el tiempo (Moreno, 2020). Además, podría describir las condiciones siguientes (Wang *et al.*, 2020):

- Puede aplicarse de forma más visible cuando el valor de la concentración inicial de adsorbato es elevado.
- Velocidad de adsorción es rápida, con el tiempo se vuelve más lenta a medida que la superficie del adsorbente se llena, es decir, la velocidad de adsorción depende principalmente de la cantidad de sitios vacíos en la superficie del adsorbente
- Proceso de adsorción se encuentre en su fase inicial
- El adsorbente tiene pocos sitios activos en el adsorbente. En este caso, la difusión externa o interna es el paso que controla la velocidad

Por otro lado, el modelo pseudo segundo orden representa la tasa de cambio en la cantidad de adsorbato adsorbido como dependiente del cuadrado de la diferencia entre la capacidad máxima de adsorción y la cantidad adsorbida (Moreno, 2020), podría explicar las condiciones que se mencionan a continuación (Wang *et al.*, 2020):

- Se aplica más visiblemente cuando el valor de la concentración inicial de adsorbato es bajo
- La adsorción se lleva a cabo en la fase final del proceso
- El modelo puede utilizarse cuando los adsorbentes son abundantes en sitios activos
- La velocidad de adsorción puede ser controlada no solo por cuánto material hay en la superficie, sino también de cómo este material se distribuye o la ocupación de sitios activos.

Finalmente, el modelo de Elovinch se utiliza mucho en la cinética de adsorción que describe el mecanismo de quimisorción. Los supuestos básicos del modelo de son (Wang *et al.*, 2020):

- La energía de activación aumenta con el tiempo de adsorción
- La superficie del adsorbente es heterogénea
- Permite estimar las constantes de velocidad de proceso α y el coeficiente β que refleja el número de sitios disponibles para la adsorción.

Se concluyó conjuntamente el parámetro estadístico y el análisis teórico mencionado anteriormente, que el modelo que mejor representa la adsorción es una cinética de pseudo primer orden.

Modelo cinético	Parámetros		
	R <sup>2</sup>	0.982	
Pseudo primer orden	qe (mg/g)	1.060±0.037	
	$K_1(g*min/mg)$	0.108	
	R <sup>2</sup>	0.971	
Pseudo segundo orden	qe (mg/g)	1.480±0.105	
	$K_2(g*min/mg)$	0.058	
	R <sup>2</sup>	0.964	
Elovinch	$\alpha$ (mg/g)	0.241	
	$_{\beta}(\overline{g^*min/mg})$	2.741	

Tabla 2. Parámetros de los modelos cinéticos

#### 7.2.3. Determinación de concentración de dosis de adsorbente (AQP)

En la Figura 10 (A) se visualiza que al aumentar la dosis de adsorbente disminuye la capacidad de adsorción pero aumenta la eficiencia de adsorción debido a que hay más sitios activos donde el adsorbato puede unirse, el análisis estadístico (ANEXO 5) concluye que a 228.57 y 285.71 g/L no tienen diferencia significativa, sin embargo, con la segunda concentración de AQP no existe un sistema homogéneo, por ello, se eligió la primera concentración, pese a tener menor capacidad de adsorción  $0.96 \pm 0.001$  mg AMP/g AQP, se analizó simultáneamente la Figura (B), donde indica que se tiene una adsorción del 99.97  $\pm 0.07\%$ .



**Figura 10**. Capacidad (A) y eficiencia de adsorción (B) con diferente dosis de adsorbente (AQP) a un pH 6 con una concentración 200 mg AMP/ L a 25°C por 15 hrs

#### 7.2.4. Determinación de concentración de dosis de adsorbato (AMP) e isotermas

En la Figura 11 (A) se muestra que al aumentar la concentración de AMP incrementa la capacidad de adsorción, mientras que la eficiencia de adsorción disminuye (B). La concentración a partir de 137.85 mg/L pertenecen al mismo grupo (ANEXO 6) por ello la capacidad de adsorción es  $3.21 \pm 0.009$  mg AMP/g AQP, en tanto que la eficiencia de adsorción es de  $83.30 \pm 1.32\%$ .



**Figura 11**. Capacidad (A) y eficiencia de adsorción (B) con diferente dosis de adsorbato (AMP) a un pH 6 con 228.57 g AQP/L 25°C por 15 hrs.

La literatura (Wang, 2020) indica que la isoterma Langmuir sigue las siguientes características: forma una monocapa, homogénea, una vez que un adsorbato ocupa un sitio, no puede producirse más adsorción en ese lugar, suele ser una adsorción irreversible por la fuerte unión entre las moléculas de adsorbato y el adsorbente, cuando los sitios están ocupados el sistema se satura, predomina a temperaturas altas, mientras que Freudlinch supone la formación de una multicapa en una superficie heterogénea, una adsorción reversible por la unión débil entre moléculas de adsorbato-adsorbente y predomina a temperaturas bajas (Musha *et al.*, 2020).

De acuerdo con el ajuste de las isotermas (Figura 12 y Tabla 3), el mayor coeficiente de determinación corresponde al modelo Langmuir, sin embargo, es muy cercano al valor obtenido con Freundlich, por lo tanto, se realizó un análisis considerando este parámetro estadístico, así como la literatura y se concluyó que se ajusta mejor a una isoterma de Freudlinch. Adicionalmente se realizó el análisis con los datos pertenecientes a dosis de adsorbente, que corroboran que el modelo que mejor describe los datos experimentales es Freundlich (ANEXO 7). Por ende, se sugiere que AQP tiene una adsorción física (interacción electrostática) con AMP como se menciona en el análisis de pH.



Figura 12. Ajuste de isotermas Langmuir y Freundlich

Modelo cinético	Parámetros		
	R <sup>2</sup>	0.977	
Langmuir	$q_{max}(mg/g)$	$3.988 \pm 0.187$	
	$K_L(L/mg)$	0.018	
	R <sup>2</sup>	0.967	
Freundlich	n <sub>F</sub>	0.403	
	K <sub>F</sub>	2.555	

Tabla 3. Parámetros de isotermas

### 7.3. Proceso de desorción

Se realizaron pruebas para la desorción de AMP en AQP con diferentes solventes como se presenta en la Tabla 4, la mayor eficiencia de desorción fue de 51. 68% con NaOH 0.5 M con una pérdida de peso de 2.22%, debido a que en presencia de un medio básico el grupo amino perteneciente al Ch se encuentra en su forma neutra (NH<sub>2</sub>) por tanto se pierde la interacción electrostática.

Solvente	%E <sub>des</sub>	% Pérdida de peso
Metanol	$7.51 \pm 0.20$	1.13
NaOH	51.68 ± 0.06	2.22
EDTA-NaOH	$48.06 \pm 0.30$	2.28

 Tabla 4. Proceso desorción con diferentes solventes durante 24 h.

Posteriormente se realizó una cinética donde el tiempo de equilibrio no cambia significativamente (ANEXO 7) a partir de 15 h (Figura 13), teniendo una desorción de  $46.15 \pm 0.01\%$ .



Figura 13. Cinética de desorción a 24 h

#### 7.4. Ciclos de adsorción-desorción

Se elaboraron ciclos de adsorción-desorción para conocer la vida útil de AQP con una erosión de 11.35 ± 4.99%. Como se observa en la Tabla 5 la eficiencia de adsorción aumenta mientras que la eficiencia de desorción disminuye. Este fenómeno podría deberse a que la AMP no se remueve completamente de AQP, por lo tanto, hay sitios activos que continúan ocupados por el adsorbato, al estar nuevamente en contacto con una solución de AMP (2da y 3da adsorción) y no haber realizado un lavado previo al siguiente ciclo el pH de fue 11, por ello al estar en un medio alcalino el grupo amino de la AMP estará desprotonado generando un ataque nucleofílico con el carbonilo del anillo  $\beta$ -lactámico de otra molécula (Figura 14 A) o el átomo de oxígeno nucleófilo del grupo 2-carboxilo de la AMP ataca al carbono carbonilo del anillo  $\beta$ -lactámico de otra molécula (Figura 14 B), por lo tanto, esto podría contribuir a que la eficiencia de adsorción aumente. De acuerdo a Wu *et al.* (2021) se considera que el amino es el grupo clave en la formación de dímeros, en la Figura 14 se observa el dímero de AMP m/z 699. 22, a pesar de tener la misma fórmula y masa, son diferentes estructuralmente.

Tabla 5. Ciclos de adsorción-desorción

Ciclo	Eads (%)	Edes (%)
1	$71.57\pm0.94$	$44.18\pm0.027$
2	$87.41\pm0.01$	$19.39 \pm 0.40$
3	$91.09\pm0.03$	$12.18 \pm 0.64$



Exact mass: 698.22

Figura 14. Productos de dimerización (Wu et al., 2021) de AMP 1 (A) y AMP 2 (B)

El mecanismo de reacción en la formación del dímero AMP 1 (Figura 15 A) el grupo amino de la cadena de 6 lados ataca al grupo carbonilo del anillo  $\beta$ -lactámico de otra molécula, el hidrógeno del grupo amino se transfiere al oxígeno. A continuación, el anillo se abre y el hidrógeno se transfiere al nitrógeno del anillo de cinco miembros, mientras que el enlace carbono-oxígeno vuelve a formar un doble enlace, el proceso de dimerización es una reacción exotérmica. Por otro lado, el mecanismo de AMP 2 (Figura 15 B) se lleva a cabo cuando el átomo de oxígeno nucleófilo del grupo 2-carboxilo ataca primero al carbono carbonilo del anillo  $\beta$ -lactámico de otra molécula acompañado de transferencia de hidrógeno. En seguida, se rompe el enlace carbono-oxígeno y el N del anillo tetrahidrotiazol se une al carbono carbonilo expuesto formando un dímero de AMP, la reacción es endotérmica (Wu *et al.*, 2021)

Mientras que la eficiencia de desorción disminuye debido a que con la posible dimerización de AMP se va acumulando sobre el adsorbente formando multicapas (Figura 16), es importante mencionar que es más probable que se forme el dímero AMP 1 ya que el grupo amino queda expuesto para la dimerización del adsorbato, además es una reacción termodinámicamente favorable.



Figura 15. Mecanismo de dimerización de AMP 1 (A) y AMP 2 (B)



Figura 16. Estructura propuesta del complejo AMP-AQP-dímero de AMP formando multicapas

Se realizó una comparación de adsorbentes, de acuerdo con lo reportado por Lanch (2024) utilizó carbón activado que es empleado en PTARs para remover ampicilina, mientras que el material biodegradable utilizado en esta investigación es a base de Ch y PCL (AQP), en la Tabla 6 se presentan las condiciones con las cuales se llevó a cabo la adsorción que fueron muy similares entre sí, sin embargo, los tiempos de equilibrio fueron más cortos y la capacidad de adsorción es superior con carbón activado dado que el área superficial es más grande que AQP. Al tener una mayor área superficial superior tiene más sitios disponibles para que las moléculas del adsorbato se unan, sin embargo, la eficiencia de adsorción entre ambos es igual. Además, con AQP se desorbió 46% de adsorbato y reutilizó el adsorbente para 3 ciclos de adsorción desorción, por lo tanto, se considera un material competitivo con los productos actualmente utilizados con la ventaja de ser amigable con el medio ambiente.

Adsorción de AMP con AQP (adsorbente del presente trabajo)	Adsorción AMP con carbón activado comercial (Lanch, 2024)	
рН б	рН б	
C inicial AMP 200 mg/L	C inicial AMP 100 mg/L	
Tiempo de equilibrio 18 h	Tiempo de equilibrio 8 h	
Dosis de adsorbente 4 g	Dosis de adsorbente 6 g	
Dosis de adsorbato 870 mg/L	No especifica con exactitud la dosis de	
Área superficial 2.09 m <sup>2</sup> /g (Martínez <i>et al.</i> ,	adsorbato	
2022)	Área superficial 847 m <sup>2</sup> /g	
pH <sub>pzc</sub> 6.7	pH <sub>pzc</sub> 6.6	
Temperatura ambiente	Temperatura 30 °C	
Cinética Pseudo primer orden	Cinética Pseudo segundo orden	
Isoterma Freundlich	Isoterma Thot	
Capacidad máxima 3 mg/g	Capacidad máxima 50 mg/g	
Eficiencia de adsorción 91%	Eficiencia de adsorción 90%	
Eficiencia de desorción 46%		

Tabla 6. Caracterización de estudios sobre adsorción de ampicilina con diferentes adsorbentes

Ca. 90% desintegración del material en	
compostabilidad	

## 7.5. Compostabilidad

El compostaje es un proceso biológico que se lleva a cabo en condiciones aeróbicas, es decir, en presencia de oxígeno, bajo ciertas condiciones de humedad y temperatura (Roman *et al.*, 2013) se reduce de manera significativa el peso y volumen de la materia orgánica (NMX-AA-180-SCFI-2018, 2018), como resultado se genera dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), vapor de agua y composta lo que trae beneficios al medio ambiente. El proceso considera cuatro etapas (Roman *et al*, 2013):

1. Mesófila: Comienza el compostaje a temperatura ambiente, en pocos días aumenta hasta los 45 °C debido a la actividad microbiana ya que los microorganismos mesófilos utilizan las fuentes sencillas de C y N generando calor.

2. Termófila: A temperaturas mayores de 45°C, los microorganismos termófilos actúan facilitando la degradación de fuentes más complejas de carbono, como la celulosa y la lignina, el calor generado destruye microorganismos patógenos.

3. Enfriamiento: Los microorganismos mesófilos reinician su actividad ya que la temperatura desciende hasta los  $40^{\circ}$ C –  $45^{\circ}$ C y continúa la degradación de polímeros como la celulosa, y aparecen algunos hongos visibles a simple vista.

4. Maduración. Es un período que demora meses a temperatura ambiente, durante los cuales se producen reacciones secundarias de condensación y polimerización de compuestos carbonados para la formación de ácidos húmicos y fúlvicos, además están presentes nuevas poblaciones de microorganismos, así como ácaros e insectos que serán los encargados de completar la transformación del compost.

### 7.5.1. Determinación de peso, cenizas y pH

En la Tabla 7 se muestran los parámetros de pH, ceniza y humedad durante el proceso de compostabilidad.

Etapa	рН	Humedad (%)	Cenizas (%)
Mesófita	6.88 ± 0.08	66.49 ± 0.20	23.86 ± 1.15
Termófila	8.57 ± 0.05	49.05 ± 0.10	
Enfriamiento	7.50 ±0.05	46.40 ± 1.34	29.13 ± 1.13

 Tabla 7.
 Condiciones durante las etapas de compostaje

De acuerdo con los resultados obtenidos de pH en cada etapa tienen concordancia ya que en los primeros estados del proceso el pH se acidifica por la formación de ácidos orgánicos, en la fase termófila debido a la conversión del amonio en amoniaco el pH sube y se alcaliniza el medio, para finalmente estabilizarse en valores cercanos al neutro (Roman *et al*, 2013). Por otro lado, la humedad intrínseca es baja en las etapas de compostaje. Finalmente, la cantidad de cenizas presente en la pila al final de compostaje es un indicador de la cantidad de compuestos minerales no degradables, como metales, sales, y otros compuestos inorgánicos, que permanecen después de la descomposición de la materia orgánica, fue de 29.13  $\pm$  1.13 %.

En la Figura 17 se observan las condiciones de temperatura y humedad interna (usando un termómetro e higrómetro) en la pila, que de acuerdo con la NMX-AA-180-SCFI-2018 deben estar en un intervalo de 50-65 °C y 50-60% respectivamente, sin embargo, no se lograron controlar correctamente estos parámetros ya que durante estos meses hubo 3 olas de calor que generaron alta temperatura y baja humedad. Pese a que el inoculo se depositó en la pila el 06/Mayo no se alcanzaban las condiciones planteadas en la NMX, por lo tanto, se estableció que el proceso inicio después de los 9 días de la inoculación ya que se alcanzó una temperatura de 63°C y una humedad de 47%, no obstante, la humedad bajo nuevamente. Citando la ASTM D6400, ISO 17088 y NMX-E-273-NYCE-2019 se considera que un producto plástico ha demostrado una desintegración satisfactoria si después de 180 días en un ensayo de compostaje controlado, no queda más del 10% de su peso seco original tras tamizarlo a 2.0 mm.

Las fluctuaciones de temperatura y humedad en la fase termófila se consideran un factor importante y crítico a considerar en la desintegración del material ya que se tuvieron temperaturas mayores del rango (máxima de 75.5°C) lo cual disminuye la actividad microbiana inhibiendo el proceso eficiente en la descomposición de materia orgánica. Por otra parte, la humedad en su mayoría se mantuvo por debajo del mínimo (máxima 47%) afectando el medio donde los microorganismos se desarrollan ya que requieren de un ambiente húmedo para sobrevivir y multiplicarse, adicionalmente la pila se compacta e impide una correcta aireación (Roman *et al*, 2013). A pesar de lo anterior, a los 112 días de compostaje se tuvo una pérdida de peso de 90.12 % de AQP y 88.87% de AQP-AMP, por ello, el material a base de Ch y PCL, así como el contaminado con AMP tuvieron una pérdida considerable de peso.



Figura 17. Temperatura y humedad durante el proceso de compostaje

## 7.5.2. Colorimetría

El gráfico polar está compuesto por un eje central L que representa la luminosidad, se encuentra entre valores de 0 (+L\*) a 100 (-L\*), como se observa en la Figura 19 a medida que el tiempo transcurre los valores pasan del 100 que simboliza el color blanco a 0 que indica estímulos al negro, es decir, tendrá menos luminosidad. Respecto al eje perpendicular indica el componente cromático  $-a^*$  que es verde mientras que  $+a^*$  es rojo, durante el proceso de compostaje el material tuvo una serie de transformaciones de color pasando de tonos claros casi blancos, beige, café y negro (Figura 18, se observa las mismas tonalidades para AQP), comúnmente el café se asocia con colores rojo y negro, por ello los valores del eje serán positivos y cuanto más intenso sea el color más elevado será el valor de a, sin embargo, cuando se transforma a negro serán cercanos a 0 en el eje central. Este comportamiento es debido a la formación de sustancias como la humina y el humus, así como la pérdida de agua en la composta lo que concentra los pigmentos acentuando colores oscuros.



Figura 18. AQP-AMP inicial (A), 32 (B), 50 (C) y 112 (D) días de compostaje



Figura 19. Gráfico de colorimetría de AQP (A), AQP-AMP (B) espacio de color CIELAB (C)

#### 7.5.3. Análisis espectroscópico por infrarrojos transformados de Fourier (FTIR)

En la Tabla 8-10 se presenta el número de onda de los componentes que conforman PCL, Ch y AMP en la literatura, así como los datos experimentales, como se ve en la Figura 20 los grupos funcionales se interpolan entre sí. Entre AMP-PCL-Ch tiene en común el estiramiento asimétrico CH<sub>2</sub>, mientras que PCL-Ch comparte el estiramiento simétrico de CH<sub>2</sub>, PCL-AMP sufre un estiramiento de C= O en grupo cetona y en anillo  $\beta$ -láctamico, respectivamente. Finalmente, Ch-AMP cuentan con estiramiento OH y amina primaria. En caso particular PCL tiene el movimiento rocking de CH<sub>2</sub>,

	Numero de onda (cm <sup>-1</sup> )		
Tipo de enlace	Literatura (Balmayor <i>et al.</i> , 2009)	Datos experimentales	
Estiramiento asimétrico/simétrico CH <sub>2</sub>	2944/2864	2923/2845	
Estiramiento C= O grupo cetona	1724	1724	
Estiramiento asimétrico COC	1244	1244	
Movimiento rocking CH <sub>2</sub>	731	734	

Tabla 8. Bandas en espectros de FTIR de PCL

	Numero de onda (cm <sup>-1</sup> )		
Tipo de enlace	Literatura (Liu <i>et. al</i> , 2012; Song <i>et.</i> <i>al.</i> , 2013)	Datos experimentales	
Estiramiento OH	3440	3369	
Estiramiento asimétrico/simétrico NH <sub>2</sub>	3268	3292	
Estiramiento simétrico CH	2874	2873	
Estiramiento C = O del grupo acetilo	1627	1658	
Flexión NH del grupo Acetilo	1560	1570	
Estiramiento simétrico COC	1021	1023	

# Tabla 9. Bandas en espectros de FTIR de Ch

Tabla 10. Bandas en espectros de FTIR de AMP

	Numero de onda (cm <sup>-1</sup> )		
Tipo de enlace	Literatura (Gandolpho <i>et al.</i> , 2012)	Datos experimentales	
Estiramiento OH	3362	3360	
Estiramiento NH <sub>2</sub>	3362, 3301	3355, 3287	
Estiramiento de C=O en grupo amida	1680	1679	
Estiramiento de C=O en anillo β-láctamico	1770	1760	

La Figura 20 muestra como las bandas de los grupos funcionales más representativos como son OH, NH2, C=O del grupo acetilo y amida, correspondientes a AQP y AQP-AMP van disminuyendo su intensidad con el paso del tiempo esto se debe a la desintegración del material en el compostaje. Con respecto a la Figura 21 A se observa más pronunciada la banda entre 3,500-3,000 puesto que los grupos funcionales de AMP y AQP coinciden (ANEXO 9, se muestran los espectros donde las bandas se ven diferentes cuando AQP tiene AMP adsorbida).



Figura 20. Espectros de Ch, PCL y AMP



Figura 21. Espectro de AQP (A) y AQP-AMP (B) durante el proceso de composta

#### 7.5.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

De manera complementaria en la Figura 23 se presentan las micrografías de AQP y AQP-AMP a los 14, 80 y 112 días del proceso de compostaje, se observa que a medida que pasa el tiempo la cantidad de poros aumenta en la superficie del material, lo cual ocurre por diversos factores. En primer lugar, el movimiento natural del material o el volteo de la pila puede generar fracturas del mismo, por otra parte, los microrganismos se alimentan de la materia orgánica eliminando componentes sólidos que crean cavidades en la superficie. Finalmente, en el proceso de metabolismo se produce CO<sub>2</sub>, este gas se genera en el interior de la matriz que al acumularse ejerce presión, por lo tanto, al liberarse el material se puede expandir y deformar produciendo la aparición de abundantes poros teniendo como consecuencia el debilitamiento de la estructura (Sayago, 2019; Márquez *et al.*, 2008; Epstein, 1997)



Figura 22. Microscopías SEM a AQP (A) y AQP-AMP (B)

### 7.6. Espectrometría de masas

En el análisis de masas el objetivo fue identificar que la molécula de AMP estuviera presente antes y después del proceso de adsorción, adicionalmente se detectaron productos de transformación (PT) y un dímero. En la Tabla 11 y 12 se encuentran los PT que se encontraron al inicio del proceso, tras las 24 h de adsorción se vio una disminución de intensidad de la molécula de AMP, así como el aducto de sodio como era de esperarse, sin embargo, también se observó una disminución de *ca*.7.5 veces para ampicilina desanimada, *ca*. 6.5 veces de ácido ampilico, *ca*. 6.3 veces de ácido ampicilloico y *ca*. 6.8 veces el dímero, lo que podría deberse a que AQP también es capaz de remover parte de estas moléculas, no obstante, la espectrometría en masas se utilizó para la identificación, en dado caso que se buscará cuantificar estos derivados de manera óptima se requiere de un HPLC acoplado a masas.

Tabla 11. Molécula de AMP

Molécula	m/z teórica	m/z experimental	Formula neutra	Error (ppm)
Ampicilina	350.1169	350.1155	$C_{16}H_{19}N_3O_4S$	-3.0

Tabla 12. Productos de transformación de AMP (Zhang et al., 2014)

Productos de	m/z (Zhang et	m/z	Formula	Error
transformación	al., 2014)	experimental	neutra	(ppm)
Ácido ampílico	324.1376	324.1386	$C_{15}H_{21}N_3O_3S$	-3.0
Ampicilina desaminada	333.0922	333.0911	$C_{16}H_{16}N_2O_4S$	-2.2
Ácido ampicilloico	368.1275	368.1260	$C_{16}H_{21}N_3O_5S$	3.9
Ampicilina con el aducto de Na	372.0988	372.1002	$C_{16}H_{19}N_3 N_aO_4S$	-3.6
Dímero cerrado de ampicilina	699.2266	699.2265	C32H38N6O8S2	-0.1

La información sobre los efectos tóxicos de los PT, así como los dímeros de AMP han sido clasificados como agudos y crónicos mediante un sistema de predicción computarizado (ECOSAR, Agencia de Protección Ambiental de EE. UU) (Liu *et al.*, 2022). Por otro lado, se ha reconocido que la polimerización de las penicilinas en solución acuosa es causante de anafilaxia cutánea pasiva, que es una reacción alérgica localizada en la piel que puede llegar hasta la muerte (Wu *et al.*, 2021). Los productos de degradación por hidrólisis y fotólisis son el ácido ampicilloico y ampícilico, el segundo adicionalmente sufre una descarboxilación, este fenómeno genera una pérdida de la actividad antimicrobiana y/o reacciones alérgicas (Fuentes, *et al.*, 1997, Frankis *et al.*, 2014).



Figura 23. Espectros de blanco (A) y PT antes (B) después de adsorber 24 h (C) zoom m/z 320 a 380



Figura 24. Espectros de blanco (A) y PT antes (B) después de adsorber 24 h (C) zoom m/z 670 a 720

Posteriormente, se preparó una solución que se mantuvo a temperatura ambiente por 12 días, se inyectó en el HPLC y se observaron diversos picos de los cuales se analizaron 4 (Figura 24). En la Tabla 13 están señalados las moléculas de AMP que se encuentran en cada pico, lo que nos permite confirmar que en el proceso de ciclos adsorción-desorción sí está presente una dimerización de AMP. En el ANEXO 9 están las estructuras de algunos PT, mientras que en ANEXO 10 se encuentran los espectros correspondientes a cada pico.

**Tabla 13**. Molécula de AMP y productos de transformación en cada pico con error<15 ppm (Zhang *et al.*, 2014)

Compuestos detectados por espectrometría de masas	Picos*			
	1	2	3	4
Ampicilina	X	Х	Х	Х
Ácido ampílico	Х			
Ampicilina desaminada				Х
Ácido ampicilloico	X			
Ampicilina con el aducto de Na		X	Х	Х
Dímero cerrado de ampicilina			X	X

\*Compuestos detectados en cada uno de los picos por HPLC



Figura 25. Cromatogramas de AMP en 12 días a temperatura ambiente concentración inicial (A) y adsorbida a 24 h (B) indicando los picos analizados

## 8. Conclusión

Se establecieron las condiciones cromatográficas para cuantificar AMP comparando métodos de gradiente e isocrático, modificando la fase móvil, temperatura y flujo, concluyendo que las mejores condiciones fueron metanol y ácido fórmico al 1% a 40 °C con un flujo 0.4 mL/min en gradiente.

El adsorbente a base de Ch y PCL removió el microcontaminante AMP eligiendo los mejores parámetros en el proceso de adsorción los cuales fueron: pH 6, tiempo de equilibrio 18 h, dosis de AQP 228.57 g AQP/L AMP y concentración de AMP 137.85 mg/L., con una capacidad de adsorción de 3.21 mg AMP/g AQP y una eficiencia de adsorción de 83.30%, los datos se ajustan mejor a una cinética de pseudo primer orden, así como un modelo de isoterma de Freundlich, por lo tanto, se propone una fisisorción ya que por medio de interacciones electrostáticas se une el adsorbato con el adsorbente. Por otro lado, se alcanzó una eficiencia de desorción de 46.15% en 15 h, además se realizaron 3 ciclos de adsorción-desorción con una capacidad de adsorción final de 91.09 mg/g y con una erosión de 11.35%

Con respecto a la compostabilidad, la pérdida de peso para AQP fue de 90.12%, mientras que para AQP-AMP de 88.87%, el cambio de color en el proceso por la oxidación de materia orgánica, el análisis de los espectros de infrarrojo que mostraron la disminución de las bandas correspondientes a Ch, PCL y AMP, así como las micrografías de SEM que muestran un aumento de poros conforme pasan los días de compostaje, son indicativos que el adsorbente es un producto compostable.

En la identificación de AMP se observaron diferentes productos de transformación, después de un proceso de adsorción se mostró una disminución de la intensidad tanto de la molécula de AMP y los PT, sin embargo, la espectrometría de masas es un método de identificación, por lo tanto, para cuantificar con certeza si AQP remueve los derivados de AMP, es necesario el uso de un sistema de cromatografía líquida de alta resolución acoplado a un detector de masas.

## 9. Perspectiva

Esta investigación debe dirigirse a mejorar la capacidad de adsorción de AQP con el aumento del área superficial ya que en comparación con otros adsorbentes como carbón activado es baja. En contraste con una extrusión convencional, un proceso de espumado consiste en la disolución de  $CO_2$  (u otro fluido supercrítico) a una alta presión en un material polimérico, posteriormente se reduce la presión o cambia la temperatura provocando que el  $CO_2$  disuelto se convierta en burbujas que se expanden en el material creando la estructura espumosa, por lo que, siguen creciendo mientras el gas continúa expandiéndose (García, 2023), finalmente se deja enfriar o solidificar para mantener la forma. Tiene como ventaja aumentar el área superficial del material debido a la formación de una red de microporos o nanoporos, limita el uso de solventes orgánicos y lleva a cabo los procesos en condiciones ambientales suaves, lo que reduce la degradación de compuestos biológicos como proteínas o polisacáridos (Tuket *et al.*, 2021)

Se utiliza  $CO_2$  como fluido supercrítico debido a que no es tóxico, no es inflamable, es económico, tiene alta disponibilidad, es fácil de eliminar, su temperatura y presión críticas son relativamente bajas (Román *et al.*, 2016)

# 10.Bibliografía

- Arrubla, J., Cubillos, J., Ramírez, Arredondo, J, Arias, C y Paredes, D. (2016). Pharmaceutical and personal care products in domestic wastewater and their removal in anaerobic treatment systems: septic tank-up flow anaerobic filter. *Ingeniería e Investigación*, 36(1), 70-78. Universidad Nacional de Colombia <u>http://dx.doi.org/10.15446/ing.investig.v36n1.53076</u>
- Ávila, C. (2011). Determinación de las propiedades físico-químicas y funcionales del aidslado e hidrolizado encimático de la proteína de soya a escala piloto, para aplicación de alimentos. Escuela Politécnica Nacional. Tesis obtención de título de ingeniería agroindustrial. <u>https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/4300/1/CD-3502.pdf</u>
- Balmayor, E., Tuzlakoglu, K., Azevedo, H. S. Y Reis, R. (2009). Preparation and characterization of starch-poly-ε-caprolactone microparticles incorporating bioactive agents for drug delivery and tissue engineering applications. *ActaBOMATERIALIA*. 5 (2009) 1035– 1045. <u>https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.11.006</u>
- Benavides, J., Ibarra, E., Obando, E., Pérez, J., Tobón, G y Flórez O. (2007). Efectos de las propiedades fundamentales de ampicilina materia prima en las propiedades derivadas. *Revista de la facultad de química farmacéutica*, 14 (1). https://www.redalyc.org/pdf/1698/169815390005.pdf
- Campo, Y., Delgado M., Roa, Y, Mora, G., Carreño, J. (2018). Evaluación preliminar del efecto del quitosano y cáscara de naranja en la coagulación-floculación de aguas residuales. U.D.C.A Act. & Div. Cient., 21(1), 565-572. https://doi.org/10.31910/rudca.v21.n2.2018.990
- Crini, G., Lichtfouse, E., Wilson, L. D. y Morin-Crini, N. (2018). Conventional and nonconventional adsorbents for wastewater treatment. *Environmental Chemistry Letters*. 17 (1), 195-21. <u>10.1007/s10311-018-0786-8</u>
- Crini, G., y Badot, P. (2008). Application of chitosan, a natural aminopolysaccharide, for dye removal from aqueous solutions by adsorption processes using batch studies: A review of recent literature. *Progress in Polymer Science*, 33(4), 399– 447. <u>https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2007.11.001</u>

- Daughton, C. (2003). Pollution from combined activities, actions and behaviours of the public: pharmaceuticals and personal care products. *NorCal SETAC News*. 14(1), 5-15
- Daughton, C. (2004). Non-regulated water contaminants: emerging research. *Environmental Impact Assessment Review*, 24(7-8), 711-732. <u>https://doi.org/10.1016/j.eiar.2004.06.003</u>
- Dey, S., Bano, F., Malik, A. (2019). Pharmaceuticals and personal care product (PPCP) contamination, a global discharge inventory. Pharmaceuticals and Personal Care Products: *Waste Management and Treatment Technology*, 1–26. <u>https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816189-0.00001-9</u>
- Dodds, E. y Lawson, W. (1938). Molecular structure in relation to oestrogenic activity. compounds without a phenanthrene nucleus. Proceedings of the Royal Society of London. *Series B Biological Sciences*, 125(839), 222-232. <u>https://doi.org/10.1098/rspb.1938.0023</u>
- Epstein, E. (1997). The Science of Composting. CRC Press. https://doi.org/10.1201/9780203736005
- Espinosa-Cavazos, K., Sáenz-Galindo, A., Castañeda-Facio, AO. (2020). Películas de quitosano propiedades y aplicaciones. *Revista de Química Teórica y Aplicada de Ingeniería Química*, 77(591). <u>https://raco.cat/index.php/afinidad/article/view/377418</u>
- Fernández, A. (2012). El agua: un recurso esencial. Química Viva, 11 (3), 147-170. Universidad de Buenos Aires. <u>https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=86325090002</u>
- Figueroa, D., Moreno, A., Hormaza, A. (2015). Equilibrio, termodinámica y modelos cinéticos en la adsorción de Rojo 40 sobre tuza de maíz. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 14 (26), 105- 120. Universidad de Medellín Medellín, Colombia. <a href="https://www.redalyc.org/pdf/750/75041609008.pdf">https://www.redalyc.org/pdf/750/75041609008.pdf</a>
- Franks, G. y Meagher, L. (2003). The isoelectric points of sapphire crystals and alphaalumina powder. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Engenieering Aspects*, 214 (1-3), 99-110. <u>https://doi.org/10.1016/S0927-7757(02)00366-7</u>
- Fransk, R., Czerniel, J., Kowalska, M. y Frańska, M. (2014). Electrospray ionization collision-induced dissociation tandem mass spectrometry of amoxicillin and ampicillin and their degradation products. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 28(7), 713–722. 10.1002/rcm.6834

- Fuentes, R., Jefreries, T, y Branch, S. (1997). Degradation Pathways of Ampicillin in Alkaline Solutions. School of Pharmacy and Pharmacology, University of Bath, Claverton Down, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 49(9), 843-51. <u>https://doi.org/10.1111/j.2042-7158.1997.tb06124.x</u>
- Gandolpho, E. y Nunes, H. (2012). Development and Validation of the Quantitative Analysis of Ampicillin Sodium in Powder for Injection by Fourier-transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). *Physical Chemistry*, 2 (6), 103-108. <u>10.5923/j.pc.20120206.04</u>
- García de Marina, A., Yusa, D. (2016). *HPLC Instrumental*. Editorial Universitat Politècnica de València. <u>http://hdl.handle.net/10251/67705</u>
- García, P. (2023). Espumado de PMMA con CO2 supercrítico. Grado en Química. Facultad de Ciencias. Universidad de Valladolid. <u>https://uvadoc.uva.es/handle/10324/63404</u>
- García-Gómez, C., Gortáres-Moroyoqui, P., Drogui P. (2011). Contaminantes emergentes: efectos y tratamientos de remoción. *Química Viva*, 10 (2), 96-105 https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=86319141004
- García-Rojas, N., Villanueva-Díaz, P., Campos-Medina, E. y Velázquez-Rodríguez, A. (2012). Análisis de la adsorción como método de pulimiento en el tratamiento de aguas residuales. *Quivera*, 14 (1), 109-129. Universidad Autónoma del Estado de México Toluca, México. <u>https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=40123894007</u>
- Gayosso, M., González, K. (2021). Contaminantes emergentes y su relación con el ambiente. *Impluvium*, Publicación digital de la Red del Agua UNAM, 17, Universidad Tecnológica de la Zona Metropolitana del Valle de México (UTVAM). <u>https://www.agua.unam.mx/assets/pdfs/impluvium/numero17.pdf</u>
- Geissen, V., Mol, H., Klumpp, E., Umlauf, G., Nadal, M., van der Ploeg, M., Ritsema, C. J. (2015). Emerging pollutants in the environment: A challenge for water resource management. International Soil and Water *Conservation Research*, 3(1). https://doi.org/10.1016/j.iswcr.2015.03.002
- He, M., Chen, H., Zhang, X., Wang, C., Xu, C., Xue, Y. y Zhou, P. (2018). Construction of novel cellulose/chitosan composite hydrogels and films and their applications. *Cellulose*, 25, 1987–1996. <u>https://doi.org/10.1007/s10570-018-1683-9</u>

- Hoeger, B., Kollner, B., Dietrich, D. y Hitzfeld, B. (2005). Water-borne diclofenac affects kidney and gill integrity and selected immune parameters in brown trout (Salmo trutta f. fario). *Aquatic Toxicology*, 75 (1), 53-63. <u>https://doi.org/10.1016/j.aquatox.2005.07.006</u>
- Hou, J. P., y Poole, J. W. (1969). The Amino Acid Nature of Ampicillin and Related Penicillins. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 58(12), 1510– 1515. <u>https://doi.org/10.1002/jps.2600581219</u>
- Hu, P. (2013). Estudio de la adsorción de compuestos biorregractarios en soluciones acuosas. Tesis para la obtención del Grado Académico de Doctor en Ciencias Biológicas Universidad Nacional del Litoral. <u>http://hdl.handle.net/11185/604</u>
- Ioannou-Ttofa, L., Raj, S., Prakash, H., y Fatta-Kassinos, D. (2019). Solar photo-Fenton oxidation for the removal of ampicillin, total cultivable and resistant E. coli and ecotoxicity from secondary-treated wastewater effluents. *Chemical Engineering Journal*, 355, 91–102. <u>https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.08.057</u>
- Jacobo-Marín, D., y Santacruz de León, G. (2021). Contaminantes emergentes en el agua: Regulación en México, principio precautorio y perspectiva comparada. *Revista De Derecho Ambiental*, 1(15), 51–75. <u>https://doi.org/10.5354/0719-4633.2021.57414</u>
- Jiménez, C. (2011). Contaminantes orgánicos emergentes en el ambiente: productos farmacéuticos. *Revista Lasallista de Investigación*, 8 (2), 143-153. Corporación Universitaria Lasallista Antioquia, Colombia.
- Juang, J., Shidqi, D., Soetaredjo, F., Waworunntu, G., Ismadji, S, Putranto, A. y Sunarso, J. (2023). Experimental and modelling study of adsorption isotherms of amoxicillin, ampicillin and doripenem on bentonite-chitosan composite, *South African Journal of Chemical Engineering*, 43, 38-5 <u>https://doi.org/10.1016/j.sajce.2022.09.013</u>
- Katsigiannis, A., Noutsopoulos, C., Mantziaras, J. y Gioldasi, M. (2015). Removal of emerging pollutants through Granular Activated Carbon. *Chemical Engineering Journal*, 280, 49–57. <u>https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.05.109</u>
- Klein, E., Van Boeckel, T, Martinez, E., Pant, S., Gandra, S., Levin, S. y Laxminarayan, R. (2018). Global increase and geographic convergence in antibiotic consumption between 2000 and 2015. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 115 (15), 3463-3470. https://doi.org/10.1073/pnas.1717295115

- Krishnan, A., Starhis, P., Permuth, S., Tokes, L., y Feldman, D. (1993). Bisphenol A: an estrogenic substance is released from polycarbonate flask during autoclaving. *Endocrinology*, 132 (6), 2279–2286. <u>https://doi.org/10.1210/endo.132.6.8504731</u>
- Kumar, A., Patra, C., Rajendran, H. y Narayanasamy, S. (2022). Activated carbon-chitosan based adsorbent for the efficient removal of the emerging contaminant diclofenac: Synthesis, characterization and phytotoxicity studies. *Chemosphere*, 307 (2). https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.135806
- Kumar, R., Qureshi, M., Vishwakarma, D., Al-Ansar, N., Kuriqi, A., Elbeltagi, A., Saraswat, A. (2022). A review on emerging water contaminants and the application of sustainable removal technologies. *Case studies in Chemical and Environmental Engineering*. <u>https://doi.org/10.1016/j.cscee.2022.100219</u>
- Lanch, J. (2024). Kinetics, statics and thermodynamics of ampicillin adsorption on microporous carbon sorbents. *Desalination and Water Treatment*. 317. https://doi.org/10.1016/j.dwt.2024.100144
- Lapworth, D., Baran, N., Stuart, M. y Ward, R. (2012). Emerging organic contaminants in groundwater: A review of sources, fate and occurrence. *Environmental Pollution*, 163, 287-303. <u>https://doi.org/10.1016/j.envpol.2011.12.034</u>
- Lárez, C. (2006). Quitina y quitosano: materiales del pasado para el presente y el futuro. *Avances en Química*, 1 (2), 15-21. Universidad de los Andes Mérida, Venezuela. <u>https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=93310204</u>
- Leyva, C., Serrano, C., Rodríguez, A., Navarro, S., González, L., Sánchez, E. (2021). Contaminantes emergentes: sustancias perfluoroalquiladas y polifluoroalquiladas (PFAS). *Impluvium*, Publicación digital de la Red del Agua UNAM, 17, Universidad Tecnológica de la Zona Metropolitana del Valle de México (UTVAM). <u>https://www.agua.unam.mx/assets/pdfs/impluvium/numero17.pdf</u>
- Li, B., Sun, K., Guo, Y., Tian, J., Xue, Y. y Sun, D. (2013). Adsorption kinetics of phenol from water on Fe/AC. *Fuel*, 110, 99-106. <u>https://doi.org/10.1016/j.fuel.2012.10.043</u>
- Li, X., Zhang, N., y Yang, L. (2020). Adsorption of ampicillin sodium on activated carbons with different surface chemistries, *Earth and Environmental Science*, 467. <u>10.1088/1755-</u> <u>1315/467/1/012184</u>
- Liu, S., Sun, J., Yu, L., Zhang, C., Bi, J., Zhu, F., Qu, M., Jiang, C. y Yang, Q. (2012). Extraction and Characterization of Chitin from the Beetle Holotrichia parallela Motschulsky. *Molecules* 17, 4604-4611. <u>https://doi.org/10.3390/molecules17044604</u>
- López, N., Borja, Y., Pérez, N., Aguayo H., Luque D., Arcibar J., Hernández E., Oyervides E. (2019), Cinética de Remoción de Ibuprofeno y Acetaminofén con Carbón Activado
- López, N., Borja, Y., Pérez, N., Aguayo, H., Luque, D., Arcibar, J., Hernández, E., Oyervides, E. (2019). Cinética de Remoción de Ibuprofeno y Acetaminofén con Carbón Activado. Universidad Autónoma de Coahuila. Instituto Nacional de Geoquímica. <u>https://www.geoquimica.umich.mx/Web\_Inageq2020/actas-inageq-vol25\_2019.pdf</u>
- Mahmoud, M., El-Ghanam, A., Mohamed, R. y Saad, S.(2020). Enhanced adsorption of Levofloxacin and Ceftriaxone antibiotics from water by assembled composite of nanotitanium oxide/chitosan/nano-bentonite. *Materials Science and Engineering*, 108. <u>https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110199</u>
- Márquez, P., Díaz, M., Cabrera, F. (2008). Factores que afectan al proceso de compostaje. *Dianelt*, 93-110. <u>http://hdl.handle.net/10261/20837</u>
- Martínez E. Remoción de metals pesados de aguas contaminadas mediante una matriz extrudida de biopolímeros. Tesis de maestría, Universidad Autonoma Metropolitana.
- Martínez, M., Rangel-Méndez, J., Gimeno, M., Tecante, A., Lapidus, G. y Shirai, K. (2022). Removal of Heavy Metal Ions from Wastewater with Poly-ɛCaprolactone-Reinforced Chitosan Composite. *Polymers*. 14(23), 5196; <u>https://doi.org/10.3390/polym14235196</u>
- Meléndez-Marmolejo, J., García-Saavedra, Y., Galván-Romero, V., Díaz de León-Martínez, L., Vargas-Berrones, K., Mejía-Saavedra, J. y Flores Ramírez, R. (2020). Contaminantes emergentes. Problemática ambiental asociada al uso de antibióticos. Nuevas técnicas de detección, remediación y perspectivas de legislación en América Latina. *Revista De Salud Ambiental*. 20 (1), 53-61. <u>https://ojs.diffundit.com/index.php/rsa/article/view/1033</u>
- Menéndez, C., Pérez, O. (2021). Elementos prácticos para el tratamiento de aguas residuales mediante procesos de adsorción. Centro de estudios de Ingeniería de Procesos. Universidad Tecnológica de la Habana. <u>https://www.researchgate.net/publication/354339167</u>

- Moreno, A. (2020). Estudio termodinámico de la adsorción de parabenos desde solución acuosa sobre carbones activados modificados con sales metálicas. Universidad Nacional de Colombia. <u>https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/78694</u>
- Muñoz, D. (2020). Evaluación de la aplicación del quitosano como biocoagulante para la remoción de turbidez en el tratamiento de agua residual de una lubricadora. universidad agraria del ecuador facultad de ciencias agrarias carrera de ingeniería ambiental. Guayaquil, Ecuador
- Musha, M., Azeh, Y., Mathew, J., Umar, M., Abdulhamid, Z., Muhammad, A. (2022). Adsorption Kinetics and Isotherm Models: A Review Faculty of Science, Sokoto State University, 4 (1). <u>10.4314/cajost. v4i1.3</u>
- Nadeem, S., Gohar, U., Tahir, S., Mukhtar, H., Pornpukdeewattana, S., Nukthamna, P., Moula Ali, A., Bavisetty, S. y Massa, S. (2020). Antimicrobial resistance: more than 70 years of war between humans and bacteria. *Critical Reviews in Microbiology*. 46(5), 578-599. <u>https://doi.org/10.1080/1040841X.2020.1813687</u>
- NMX-AA-180-SCFI-2018. Que establece los métodos y procedimientos para el tratamiento aerobio de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos y de manejo especial, así como la información comercial y de sus parámetros de calidad de los productos finales. <u>https://biblioteca.semarnat.gob.mx/janium/Documentos/Ciga/agenda/PPD1/NMX-AA-180-SCFI-2018.pdf</u>
- NMX-E-273-NYCE-2019. Industria del plástico-Plásticos compostables Especificaciones y métodos de prueba. <u>https://www.nyce.org.mx/publican-nmx-de-plasticos-compostables/</u>.
- Organización Mundial de la Salud (2021). Resistencia a los antimicrobianos. <u>https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/antimicrobial-resistance</u>
- Pacheco-Montoya, D., Roble, М., Medina, М., • Armijos-Delgado, S., Soto-Alvarado, J. y Jiménez, O. (2022). Uso de antibióticos en COVID-19 estudio Ciencia. 30 leve. piloto. Metro (2)https://doi.org/10.47464/MetroCiencia/vol30/2/2022/31-39
- Papageorgiou, M., Kosma, C., y Lambropoulou, D. (2016). Seasonal occurrence, removal, mass loading and environmental risk assessment of 55 pharmaceuticals and personal care

products in a municipal wastewater treatment plant in Central Greece. *Science of The Total Environment*, 543 (A), 547–569. <u>https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.11.047</u>

- Puentes, M. (2020). Propiedades, métodos de síntesis y aplicaciones de la policaprolactona. Universidad de los Andes. Facultad de Ciencias Departamento de Química. <u>http://hdl.handle.net/1992/48915</u>
- Putra, E., Pranowo, R., Sunarso, J., Indraswati, N. y Ismadji, S. (2009). Performance of activated carbon and bentonite for adsorption of amoxicillin from wastewater: Mechanisms, isotherms and kinetics. *Water Research*. 46 (9), 2419-2430. https://doi.org/10.1016/j.watres.2009.02.039
- Rinaudo, M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Progress in Polymer Science*, 31(7), 603–632. <u>https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2006.06.001</u>
- Robledo, Z., Vélazquez, M., Montañez, J., Pimentel, J., Vallejo, A., López, M y Venegas, J. (2017). Hidroquímica y contaminantes emergentes en aguas residuales urbano industriales de Morelia, Michoacán, México. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*. 33-2. https://doi.org/10.20937/rica.2017.33.02.04
- Román, M, Rivera, C., Cardona, L., Muñoz, L., Gómez D., Passaro, C., Quiceno, J. (2016). Guía de extracción por fluidos supercríticos: Fundamentos y aplicaciones. SENNOVA, Gigaca, Tecnoparque. <u>https://www.studocu.com/es-mx/document/tecnologico-de-estudios-</u> <u>superiores-de-san-felipe-del-progreso/industrias-alimentarias/guia-extraccion-fluidos-</u> <u>supercriticos/38573598</u>
- Roman, P., Martínez, M y Pantoja, A. (2013). Manual de compostaje del agricultor. Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura Oficina Regional para América Latina y el Caribe Santiago de Chile. <u>http://www.fao.org/docrep/019/i3388s/i3388s.pdf</u>
- Sayago, R. (2019). Depuración de gases de una planta de compostaje. Tesis de grado en Ingeniería Química. Escuela Técnica Superior de Ingeniería. Universidad de Sevilla. <u>https://biblus.us.es/bibing/proyectos/abreproy/92445/fichero/TFG-2445-</u> <u>SAYAGO+CARRO.pdf</u>

- Secretaría del Convenio de Estocolmo (2010). Convenio de Estocolmo sobre Contaminantes Orgánicos Persistentes (COP). <u>https://www.gob.mx/semarnat/acciones-y-</u> programas/convenio-de-estocolmo
- SINGREM (2019). Sistema nacional de gestión de residuos de envases y medicamentos A.C
- Song, C., Yu, H., Zhang, M., Yang, Y. y Zhang, G. (2013). Physicochemical properties and antioxidant activity of chitosan from the blowfly Chrysomya megacephala larvae. *International Journal of Biological Macromolecules*, 60, 347-354. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.05.039
- Tawfik, A. (2022). Chapter 3 Kinetic models and thermodynamics of adsorption processes: classification. *Interface Science and Technology*, 34, 65-97. <u>https://doi.org/10.1016/B978-0-</u> 12-849876-7.00003-8
- Tutek, A., Masek, A., Kosmalska, A, y Cichosz, S. (2021). Application of Fluids in Supercritical Conditions in the Polymer Industry. *Polymers*. 13(5), 729. https://doi.org/10.3390/polym13050729
- Tutek, K., Masek, A., Kosmalska, A., & Cichosz, S. (2021). Application of Fluids in Supercritical Conditions in the Polymer Industry. *Polymers*, 13(5), 729. <u>https://doi.org/10.3390/polym13050729</u>
- UN WWAP (2003). United Nations World Water Assessment Programme. The World Water Development Report 1: Water for People, *Water for Life*. UNESCO: Paris, France.
- Valladares-Cisneros, M., Valerio-Cárdenas, de la Cruz, P., Melgoza, R. (2016). Adsorbentes no-convencionales, alternativas sustentables para el tratamiento de aguas residuales. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 16 (31), 55-73 <u>10.22395/rium.v16n31a3</u>
- Wang, J. y Guo, X. (2020). Adsorption kinetic models: Physical meanings, applications, and solving methods. *Journal of Hazard Mater*, 390, <u>https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122156</u>
- Wang, J. y Guo, X. (2020). Adsorption isotherm models: Classification, physical meaning, application and solving method. *Chemosphere*, 258. <u>https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127279</u>

- Westerhoff, P., Yoon, Y., Snyder, S., y Wert, E. (2005). Fate of Endocrine-Disruptor, Pharmaceutical, and Personal Care Product Chemicals during Simulated Drinking Water Treatment Processes. *Environmental Science & Technology*, 39 (17), 6649– 6663. <u>10.1021/es0484799</u>
- Witte, W. (1998). BIOMEDICINE: Medical Consequences of Antibiotic Use in Agriculture. Science, 279(5353), 996–997. <u>10.1126/science.279.5353.996</u>
- Wu, Q., Zhang, X., Du, J., & Hu, C. (2021). Discussion on the dimerization reaction of penicillin antibiotics. Journal of Pharmaceutical Analysis. <u>https://doi.org/10.1016/j.jpha.2021.06.005</u>
- Zafar, R., Bashir, S., Nabi, D., y Arshad, M. (2020). Occurrence and quantification of prevalent antibiotics in wastewater samples from Rawalpindi and Islamabad, Pakistan. *Science of The Total Environment*, 764.
- Zhang, L., Cheng, X., Liu, Y., Liang, M., Dong, H., Lv, B., Yang, M., Luo, Z. y Tang M. (2014). Identification of the Related Substances in Ampicillin Capsule by Rapid Resolution Liquid Chromatography Coupled with Electrospray Ionization Tandem Mass Spectrometry. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2014, 1–15. <u>http://dx.doi.org/10.1155/2014/39749</u>

Anexos ANEXO 1. Pruebas cromatográficas



**Figura I.** Diferentes métodos con gradiente método 1 (A), método 2 (B) y método 3 (C)

Método	Tiempo (min)	Ácido fórmico (%)	Metanol (%)	Flujo (mL/min)
	0	90	10	
	4	60	40	
1	12	10	90	0.4
	26	10	90	0.4
	27	90	10	
	34	90	10	
	0	90	10	
	4	80	20	
2	12	70	30	0.4
-	20	60	40	0.1
	27	90	10	
	34	90	10	
	0	90	10	0.4
	4	86	14	0.4
	8	80	20	0.4
3	12	70	30	0.4
3	20	60	40	0.6
	27	80	20	0.6
	30	90	10	0.4
	34	90	10	0.4

Tabla I. Fase móvil para método 1 (A), método 2 (B) y método 3 (C)

ANEXO 2. Curva patrón



Figura III. Curva patrón AMP sódica con método cromatográfico 3

**ANEXO 3**. Análisis de varianza (ANOVA) para capacidad y eficiencia de adsorción para diferentes pH (grupos) y una prueba de diferencia de grupos (Prueba de Tukey p<0.05)

qt										
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.					
Entre grupos (pH)	0.007	4	0.002	140.844	0.000					
Error	0.000	5	0.000							
Total	0.007	9								

ANOVA g	jrupos	de medias	iguales	5%
---------	--------	-----------	---------	----

qt										
	pН		Subconjunto para alfa = 0.05							
	(grupos)	Ν	1	2	3					
HSD Tukey <sup>a</sup>	7.00	2	0.1725							
	8.00	2	0.1791							
	4.00	2		0.2128						
	5.00	2		0.2235						
	<mark>6.00</mark>	2			<mark>0.2450</mark>					

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura IV. Análisis estadístico de parámetro pH de capacidad de adsorción

E <sub>ads</sub>											
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.						
Entre grupos (pH)	103.062	4	25.766	134.059	0.000						
Error	0.961	5	0.192								
Total	104.023	9									

ANOVA grupos de medias iguales 5%

Eads										
			Subcor	njunto para alfa	a = 0.05					
	pН	Ν	1	2	3					
HSD Tukey <sup>a</sup>	7.00	2	21.2500							
	8.00	2	22.6548							
1	5.00	2		26.1290						
1	4.00	2	l l	26.9279						
1	<mark>6.00</mark>	2	l l		<mark>30.2907</mark>					
		ľ	1							



Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura V. Análisis estadístico de parámetro pH de eficiencia de adsorción

**ANEXO 4**. Análisis de varianza (ANOVA) para capacidad y eficiencia de adsorción para cinética de tiempo (grupos) y una prueba de diferencia de grupos (Prueba de Tukey p<0.05)

qt										
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.					
Entre grupos (tiempo de equilibrio)	0.973	7	0.139	11281.519	0.000					
Error	0.000	8	0.000							
Total	0.973	15								

qt										
				Subc	onjunto p	ara alfa :	= 0.05			
	Tiempo	Ν	1	2	3	4	5	6		
HSD Tukey <sup>a</sup>	3.00	2	0.2303							
	6.00	2		0.4696						
	9.00	2			0.6599					
	12.00	2				0.8212				
	15.00	2					0.8980			
	<mark>18.00</mark>	2						<mark>0.9362</mark>		
	<mark>22.00</mark>	2						<mark>0.9362</mark>		
	<mark>24.00</mark>	2						<mark>0.9362</mark>		

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura VI. Análisis estadístico de parámetro dosis de adsorbente de capacidad de adsorción

ANOVA grupos de medias iguales 5%

Eads										
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.					
Entre grupos (tiempo de equilibrio)	10524.247	7	1503.464	10472.908	0.000					
Error	1.148	8	0.144							
Total	10525.395	15								

Eads											
				Subconjunto para alfa = 0.05							
	Tiempo	Ν	1	2	3	4	5	6			
HSD Tukey <sup>a</sup>	3.00	2	26.3816								
	6.00	2		53.8033							
	9.00	2			75.6132						
	12.00	2				94.0930					
	15.00	2					97.0000				
	<mark>18.00</mark>	2						<mark>100.0000</mark>			
	<mark>22.00</mark>	2						<mark>100.0000</mark>			
	<mark>24.00</mark>	2						<mark>100.0000</mark>			

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura VII. Análisis estadístico de parámetro dosis de adsorbente de eficiencia de adsorción

**ANEXO 5**. Análisis de varianza (ANOVA) para capacidad y eficiencia de adsorción para diferente dosis de adsorbente (grupos) y una prueba de diferencia de grupos (Prueba de Tukey p<0.05

qt										
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.					
Entre grupos (dosis adsorbente)	61.033	5	12.207	3538.529	0.000					
Error	0.021	6	0.003							
Total	61.053	11								

ANOVA grupos de medias iguales 5%

	adsorbente	Ν	1	2	3	4	5
HSD Tukey <sup>a</sup>	<mark>285.71</mark>	2	<mark>0.7686</mark>				
	<mark>228.57</mark>	2	<mark>0.9607</mark>				
	171.43	2		1.2361			
	114.29	2			1.6515		
	57.14	2				2.7298	
	11.43	2					7.2753

Figura VIII. Análisis estadístico dosis de adsorbente de capacidad de adsorción

	E <sub>ads</sub>				
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos (dosis adsorbente)	6032.824	5	1206.565	477.389	0.000
Error	15.165	6	2.527		
Total	6047.989	11			

ANOVA grupos de medias iguales 5%

Eads										
			Su	Subconjunto para alfa = 0.05						
	adsorbente	Ν	1	2	3	4				
HSD Tukey <sup>a</sup>	11.43	2	37.0272							
	57.14	2		71.0306						
	114.29	2			85.9508					
	171.43	2				96.5013				
	<mark>228.57</mark>	2				<mark>100.0000</mark>				
	<mark>285.71</mark>	2				<mark>100.0000</mark>				

\_

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura IX. Análisis estadístico dosis de adsorbente de eficiencia de adsorción

**ANEXO 6**. Análisis de varianza (ANOVA) para capacidad y eficiencia de adsorción para diferente dosis de adsorbato (grupos) y una prueba de diferencia de grupos (Prueba de Tukey p<0.05)

(	qt					
		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
	Entre grupos (dosis adsorbato)	15.888	7	2.270	460.559	0.000
	Error	0.039	8	0.005		
	Total	15.928	15			

ANOVA	grupos	de	medias	iguales	5%
-------	--------	----	--------	---------	----

qt
----

			Subconjunto para alfa = 0.05							
	adsorbato	Ν	1	2	3	4	5	6		
HSD Tukey <sup>a</sup>	.81	2	0.4314							
	13.28	2		0.7986						
	38.06	2			1.6750					
	63.59	2				2.0101				
	91.89	2					2.5966			
	<mark>137.85</mark>	2						<mark>3.0270</mark>		
	<mark>182.15</mark>	2						<mark>3.1260</mark>		
	<mark>241.17</mark>	2						<mark>3.1577</mark>		

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura X. Análisis estadístico dosis de adsorbato de capacidad de adsorción

ANOVA									
Eads									
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.				
Entre grupos (dosis adsorbato)	1126.133	7	160.876	599.924	0.000				
Error	2.145	8	0.268						
Total	1128.278	15							

Eads											
				Sub	conjunto p	ara alfa =	0.05				
	adsorbato	Ν	1	2	3	4	5	6			
HSD Tukey <sup>a</sup>	<mark>182.15</mark>	2	<mark>74.5000</mark>								
	<mark>241.17</mark>	2	<mark>75.4350</mark>								
	137.85	2		83.3000							
	91.89	2			88.4414						
	63.59	2			90.0000	90.0000					
	38.06	2				92.0335					
	13.28	2					96.0000				
	.81	2						98.9520			
	Sig.		.634	1.000	.167	.052	1.000	1.000			

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura XI. Análisis estadístico dosis de adsorbato de eficiencia de adsorción

ANEXO 7. Ajuste de modelos de isotermas con dosis de adsorbente



Figura XII. Ajuste de isotermas con dosis de adsorbente

Modelo cinético	Parámetros					
Langmuir	R <sup>2</sup>	0.988				
	$q_{max} (mg/g)$	4.756 ± 1.18				
	$K_L(L/mg)$	0.001				
Freundlich	R <sup>2</sup>	0.999				
	nF	0.013				
	K <sub>F</sub>	1.252				

Tabla II. Parámetros de isoterma

**ANEXO 8**. Análisis de varianza (ANOVA) para eficiencia de desorción para diferente dosis de adsorbato (grupos) y una prueba de diferencia de grupos (Prueba de Tukey p<0.05)

E <sub>des</sub>											
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.						
Entre grupos	1803.195	6	300.533	555.921	0.000						
Dentro de grupos	3.784	7	0.541								
Total	1806.980	13									

Edes								
			Subconjunto para alfa = 0.05					
	tiempo	Ν	1	2	3	4	5	6
HSD Tukey <sup>a</sup>	3.00	2	17.7668					
	9.00	2		35.6836				
	12.00	2			39.9135			
	<mark>15.00</mark>	2				<mark>46.4298</mark>		
	<mark>18.00</mark>	2				<mark>49.1051</mark>	<mark>49.1051</mark>	
	<mark>22.00</mark>	2					<mark>51.5405</mark>	<mark>51.5405</mark>
	<mark>24.00</mark>	2						<mark>52.4475</mark>

Se visualizan las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Utiliza el tamaño de la muestra de la media armónica = 2.000.

Figura XIII. Análisis estadístico de eficiencia de desorción

## **ANEXO 9**



presencia de AMP



Figura XX. Espectros de blanco (A) pico 1 (B), pico 2 (C), pico 3 (D) y pico 4 (E) en (zoom de m/z 320 a 380)

ANEXO 10



## ANEXOS 10. Productos de transformación de AMP

## Tabla III. Estructuras de productos de transformación de AMP

Nombre	Estructura
Ácido ampicilloico	$ \begin{array}{c} & & H \\ & & & H \\ & & H \\ & & H \\ & & & H \\ & & & &$
Ácido ampicilico	O H COOH HN CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>

