

Fibras elaboradas a partir de residuos de café mediante electrospinning para la captura de gases de efecto invernadero

Yamary Eliana Santamaria Morales y María José Vera Molina

Trabajo de Grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Modalidad Trabajo de Investigación

Directora

Prof. Débora Alcida Nabarlatz

PhD. Ingeniería Química y Procesos

Codirectora

Valentina Quintero Prada

Ingeniera Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad De Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela De Ingeniería Química

Bucaramanga

2025

Dedicatoria

A Dios, quien me brindó las fuerzas y tranquilidad para continuar el camino hacia la meta.

A mi abuela, Adela, que con todo su amor y apoyo incondicional me alentó en cada paso del camino.

A mis padres, Johanna y Victor, por su esfuerzo al brindarme lo mejor y motivarme a mejorar cada día.

A Eliana, mi compañera de tesis, quien me mostró que está bien pedir ayuda, mostrarme que siempre hay soluciones y opción de mejorar.

María José Vera Molina

A mis papás, Franquelina y José, por su apoyo constante en cada paso de mi vida. Gracias por enseñarme el valor del esfuerzo y la perseverancia.

A mis hermanos Ángel, Pilar y Melisa, por ser mi fuente de inspiración y por estar siempre a mi lado, brindándome su apoyo y cariño.

Y de manera muy especial, a Jeison Andrés Castañeda, por su apoyo inquebrantable y por enseñarme amar la ingeniería química. Gracias por creer en mí y motivarme a alcanzar mis sueños.

A Maria José, mi compañera de tesis, por su apoyo y colaboración, gracias por estar ahí en los momentos más difíciles y más realizadores desde la cuesta hasta la cumbre.

Yamary Eliana Santamaria Morales

Agradecimientos

Extendemos un agradecimiento a todas las personas que nos han brindado su apoyo y guía durante la elaboración este trabajo de grado en ingeniería química. En primer lugar, extendemos nuestra gratitud a nuestra directora, la profesora Débora Nabarlatz, por su invaluable orientación, sus comentarios constructivos y su paciencia. Asimismo, agradecemos a nuestra codirectora, Valentina Quintero, por su asesoría y colaboración en el laboratorio. Gracias por hacernos parte del grupo Interfase.

También expresamos nuestro más sincero agradecimiento al Tecno-parque nodo Bucaramanga y a Laura Natalia Niño por su constante acompañamiento y dedicación; por su valiosa asesoría y apoyo durante el desarrollo de este proyecto. Su orientación fue fundamental para alcanzar nuestros objetivos.

Tabla de Contenido

	Pág.
INTRODUCCIÓN	10
1 OBJETIVOS	13
1.1 Objetivo general	13
1.2 Objetivos específicos	13
2 MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES.....	13
2.1 Residuos agroindustriales y su potencial aprovechamiento.....	13
2.2 Biomateriales fabricados a partir de residuos agroindustriales: Hidrogeles y fibras.....	14
2.3 Captura de gases de efecto invernadero como potencial aplicación de biomateriales	19
3 METODOLOGÍA	21
3.1 Elaboración del soporte para la fibra electrohilada.....	22
3.2 Elaboración de soluciones y fabricación de fibras mediante electrospinning	23
3.2.1 Preparación de las soluciones	23
3.2.2 Caracterización de las soluciones.....	24
3.2.3 Elaboración de fibras mediante electrospinning	25
3.3 Caracterización de las fibras	26
3.4 Pruebas de captura de amoníaco en las fibras.....	26
3.5 Diseño experimental	29
4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	30
4.1 Elaboración del soporte para la fibra electrohilada.....	30
4.2 Preparación y caracterización de las soluciones	31

4.3	Elaboración de fibras mediante electrospinning	36
4.4	Caracterización de las fibras electrohiladas	38
4.4.1	Efecto de los factores en la morfología de las fibras	42
4.5	Evaluación de la captura de amoníaco en las fibras electrohiladas	43
4.5.1	Efecto de los factores en la capacidad de adsorción	50
5	CONCLUSIONES	51
6	RECOMENDACIONES	52
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54
	APÉNDICES	61

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 Composición para la preparación de las soluciones	24
Tabla 2 Nomenclatura para identificación de las fibras obtenidas mediante electrospinning	26
Tabla 3 Comparación modelos cinéticos de pseudo primer orden (PFO), pseudo segundo orden (PSO) y pseudo segundo orden revisado (rPSO) para los conjuntos soporte-fibra	47
Tabla 4 Comparación de las capacidades de adsorción de amoníaco reportadas en informes anteriores y las reportadas en este estudio	49
Tabla 5 Resultados del ANOVA y estadísticas de prueba con nivel de significancia 0.05 para la capacidad de adsorción de los conjuntos soporte-fibra.....	50

Lista de Figuras

Figura 1 <i>Configuración esquemática del electrospinning</i>	17
Figura 2 <i>Diagrama de la metodología del proyecto</i>	22
Figura 3 <i>Diseño experimental inicial (izquierda) y ajustado (derecha)</i>	30
Figura 4 <i>Apariencia visual del soporte</i>	31
Figura 5 <i>Comportamiento reológico de las soluciones preparadas</i>	32
Figura 6 <i>Propiedades de las soluciones en función de su concentración de XOs</i>	34
Figura 7 <i>Apariencia visual de las fibras en el soporte</i>	37
Figura 8 <i>Formación de grumos en el electrospinning usando la solución con 7.5% p/v XOs</i>	38
Figura 9 <i>Apariencia visual de conjuntos soporte-fibra obtenida por electrospinning mediante microscopio óptico a 330x</i>	39
Figura 10 <i>Imágenes SEM de fibras electrohiladas</i>	39
Figura 11 <i>Diámetros promedio de las fibras electrohiladas</i>	42
Figura 12 <i>Curvas de concentración de NH₃ promedio en la cámara de control usando conjuntos soporte-fibra</i>	43
Figura 13 <i>Capacidad de adsorción experimental de NH₃ en el tiempo usando como adsorbente conjuntos soporte-fibra</i>	45
Figura 14 <i>Capacidad de adsorción (q_t) de NH₃ en función del tiempo según modelo cinético PSO y comparación con datos experimentales para conjuntos de soporte-fibra</i>	48

Lista de Apéndices

	Pág.
Apéndice A. <i>Protocolo de elaboración de soportes para la producción de fibras electrohiladas</i>	61
Apéndice B. <i>Protocolo de preparación de las soluciones para electrospinning</i>	63
Apéndice C. <i>Protocolo de operación del equipo de electrospinning</i>	65
Apéndice D. <i>Protocolo de operación de sensores MQ-137 para la detección de la concentración de amoníaco.</i>	68
Apéndice E. <i>Parámetros característicos de las soluciones de hilatura</i>	73
Apéndice F. <i>Gráficos de Viscosidad vs Tasa de corte con modelo de regresión y demás mediciones reológicas.</i>	71
Apéndice G. <i>Curvas de concentración y capacidad de adsorción de NH₃ experimentales de fibras, soporte y referencia</i>	75
Apéndice H. <i>Regresiones de capacidad de adsorción de conjuntos soporte+fibra y soporte</i>	80
Apéndice I. <i>Análisis de varianzas ANOVA</i>	85

Resumen

Título: Fibras elaboradas a partir de residuos de café mediante electrospinning para la captura de gases de efecto invernadero*

Autor: Yamary Eliana Santamaria Morales, María José Vera Molina**

Palabras Clave: xilano, amoníaco, electrospinning, adsorción, hidrogel, fibras, gases de efecto invernadero.

Descripción: Este proyecto tuvo como objetivo evaluar la factibilidad de obtener fibras a partir de xilanos extraídos de residuos agroindustriales de la industria del café y evaluar su uso para la captura de GEI (amoníaco) del aire. Las fibras se elaboraron por electrospinning de una solución acuosa de xilano, alcohol polivinílico (PVA), bentonita y alginato de sodio, estas fueron depositadas sobre un soporte elaborado con residuos de papel periódico, pergamino de café, bagazo de caña y cáscara de cacao seca. Los experimentos se realizaron variando la distancia entre los electrodos del electrospinning (10 cm y 16 cm), además de variar la concentración de xilano en la solución (2.5% p/v y 5% p/v). Se evaluó la capacidad de adsorción de amoníaco en el aire en un sistema de control y se caracterizó su morfología mediante microscopía electrónica de barrido. La capacidad de adsorción de amoníaco se modeló con un modelo de pseudo segundo orden, donde la capacidad de adsorción máxima del conjunto soporte-fibra fue de 0.78 ± 0.32 mg NH_3/g adsorbente usando una distancia de 10 cm entre electrodos y 5% p/v de xilano. La morfología de las fibras fue en su mayoría homogénea, diámetros medidos estuvieron entre 0.73 y 1.16 μm . Se observó que la variación de la concentración de xilano en la solución y la distancia entre los electrodos del electrospinning afectó la capacidad de adsorción, siendo las fibras producidas a partir de la solución con menor concentración de xilano y mayor distancia entre electrodos las que presentaron mayor eficiencia en la adsorción; demostrando el potencial de los residuos de café para la fabricación de fibras para la captura de gases de efecto invernadero.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Ingeniería Química. Director: Debora Alcida Nabarlatz. Ph. D. Ingeniería Química y Procesos. Codirector: Valentina Quintero Prada. Ingeniera Química.

Abstract

Title: Fibers obtained from coffee waste by electrospinning for the capture of greenhouse gases*

Author(s): Yamary Eliana Santamaria Morales, María José Vera Molina**

Key Words: xylan, ammonia, electrospinning, adsorption, hydrogel, fibers, greenhouse gases.

Description: This research investigates the feasibility of utilizing xylans extracted from coffee waste to produce fibers capable of capturing ammonia from the air, contributing to sustainable waste valorization and environmental mitigation. Fibers were fabricated through electrospinning an aqueous solution comprising xylan, polyvinyl alcohol (PVA), bentonite, and sodium alginate onto a composite support derived from newspaper waste, coffee parchment, sugarcane bagasse, and dried cocoa shells. Experimental parameters included varying the electrode distance during electrospinning (10–16 cm) and the xylan concentration in the solution (2.5–5% w/v). The fibers were evaluated for their ammonia adsorption capacity and characterized morphologically using scanning electron microscopy (SEM). Adsorption behavior was modeled using a revised pseudo-second-order kinetic model, revealing a maximum adsorption capacity of 0.78 mg NH₃/g adsorbent for fibers spun at 10 cm electrode distance with 5% w/v xylan. Remarkably, fibers containing 2.5% w/v xylan and fabricated at 16 cm electrode distance achieved an adsorption capacity of 15.72 mg NH₃/g without its support. SEM analysis demonstrated homogeneous morphology, with fiber diameters ranging from 0.73 μm to 1.16 μm. The study concludes that the xylan concentration and electrode distance significantly influence fiber morphology and adsorption performance. Fibers produced at lower xylan concentrations and greater electrode distances exhibited superior ammonia adsorption efficiencies; demonstrating the potential of coffee waste for the manufacture of fibers for the capture of greenhouse gases.

* Degree work

** Faculty of physicochemical engineering. Chemical engineering department. Chemical engineering. Director: Debora Alcida Nabarlatz. Ph.D. Chemical and process engineering. Codirector: Valentina Quintero Prada. Chemical engineer.

Introducción

La agricultura es uno de los sectores que más recursos naturales utiliza y que en general produce más residuos, con una producción de alrededor de 7 millones de toneladas (DANE, 2023). Razón por la que se ha dado un creciente interés por la gestión adecuada de las materias primas y residuos de esta industria con interés en impulsar una economía circular (Cury R et al., 2017; OCDE_FAO, 2021) para cumplir con los objetivos de desarrollo sostenible (ODS), por lo tanto, cualquier mejora de los procesos agrícolas, como la reducción de emisiones de gases de efecto invernadero (GEI) asociados, es conveniente (ONU, 2015). No obstante, los procesos agrícolas en Colombia no muestran avances significativos en estos aspectos (Min Agricultura, 2023); un ejemplo de ello es el cultivo de café, pues allí sólo el 5% en peso de este producto es aprovechado mientras que el 95% restante (pulpa, mucílago, cisco, pasillas y tallos del café) es tratado como residuo, generando anualmente unas ochocientas mil toneladas de residuos (JECR, 2023) entre estos residuos el pergamino del café equivale a un 4.2% del total del producto cosechado y puede ser aprovechado para la producción de biocombustibles, compost, papel o hidrogeles para la adsorción de GEI; sin embargo, actualmente es en su mayoría incinerado o desechado (Federación Nacional de Cafeteros, 2024; Pinilla H et al., 2021). Además, otros cultivos como la caña de azúcar y el cacao generan aproximadamente 8 millones de toneladas de residuos que no generan algún valor agregado (Fedecacao, 2021; Federación Nacional de Cafeteros, 2024; Pinilla H et al., 2021)

Así mismo, los procesos agropecuarios en la región utilizan fertilizantes nitrogenados, tales como la urea o el nitrato de amonio, para favorecer el crecimiento de cultivos de café, caña de azúcar y cacao; que al ser aplicados de manera incorrecta producen emisiones de amoníaco

(UNEP, 2023); además, actividades como la ganadería y la cría aviar producen inherentemente GEI que no son tratados de ninguna forma (Ulibarry, 2019).

Por esta razón, toda reducción de los GEI generados por labores agropecuarias de la región da una nueva visión del aprovechamiento de residuos de estos procesos como oportunidades de mejora. Con esta información, surge la pregunta, se puede elaborar un biomaterial aprovechando los residuos de café mediante la técnica de electrospinning para capturar los GEI (específicamente amoníaco) generados por la industria agropecuaria en Santander, Colombia.

1 Objetivos

Objetivo general

- Evaluar la factibilidad de obtener fibras para captura de gases efecto invernadero a partir de xilanos extraídos de residuos de café.

Objetivos específicos

- Evaluar la influencia de la variación de la concentración de la solución y la distancia entre electrodos en la producción de fibras a partir de residuos de café por electrospinning.
- Evaluar la capacidad de adsorción de amoníaco de las fibras a escala laboratorio.

2 Marco teórico y antecedentes

Colombia cuenta con una amplia variedad de cultivos y productos agroindustriales destacando el café, cacao, azúcar, aceite de palma, frutas tropicales, lácteos, carnes, entre otros; por esto, la agroindustria presenta una alta actividad económica al ser un sector fundamental para el crecimiento económico del país generando hasta un 14.2% de empleo a nivel nacional, y por tanto, es uno de los sectores que más genera residuos; cada año genera más de 71 millones de toneladas en residuos en cultivos como café, caña de azúcar, palma de aceite, arroz, plátano, entre otros (Romero-Sáez, 2022).

2.1 Residuos agroindustriales y su potencial aprovechamiento

La producción de café el 2022 llegó a aproximadamente 800 mil toneladas en Colombia; sin embargo, solo 5% del peso es aprovechado y el 95% restante es desechado (Federación Nacional de Cafeteros, 2023); se estima que Colombia produce cada año cerca de 784 mil

toneladas de residuos de café (JEER, 2023). El cisco o pergamino de café, un subproducto que representa el 4.2% del fruto, actualmente es utilizado como combustible directo ya que cuenta con excelentes propiedades combustibles (Rodríguez & Zambrano, 2010), además, puede ser utilizado como un sustituto de la arcilla para fabricar materiales cerámicos (Sánchez et al., 2018).

Asocaña reportó el 2022 una producción de 23 millones de toneladas de caña de azúcar (Asocaña, 2017) los cuales producen anualmente entre 6 y 7 millones de toneladas de bagazo de caña como residuo, este es principalmente utilizado para la cogeneración de energía, y en menor medida para la producción de papel y cartón (~10%) y preparación de compostajes agrícolas y tableros aglomerados (Martínez, 2021).

Según la federación nacional de cacaoeros, se produjeron 62 mil toneladas de cacao en Colombia el 2022 (Swissinfo, 2023). Dado que la cáscara de cacao representa del 52% al 70% del peso fresco del fruto de cacao, anualmente se obtienen 40 mil toneladas de residuos; este residuo es aprovechado como alimento para ganado y fertilizante (CONAHCYT, 2022; Vera et al., 2023).

2.2 Biomateriales fabricados a partir de residuos agroindustriales: Hidrogeles y fibras

Aunque estas materias orgánicas son tratadas como residuos, son materiales compuestos por una diversa cantidad de compuestos que podrían ser aprovechados; tales como el xilano, que es el principal componente de la hemicelulosa y el más abundante en las paredes celulares de las plantas (30%-35%) en vegetales lignocelulósicos como los residuos agrícolas. El xilano es un polisacárido compuesto por una cadena principal de unidades de xilosa unidas por enlaces α -1,4; y, según el tipo de vegetal del que se extrae, puede estar ramificado con otros azúcares o compuestos como la arabinosa o ácido glucurónico (Beg et al., 2001). Existen diversos métodos de extracción de xilano según la selectividad, el rendimiento de extracción y el grado de

polimerización. Generalmente, los xilanos poliméricos son extraídos de residuos lignocelulósicos en soluciones alcalinas; se obtiene un alto rendimiento de xilano mediante la predeslignificación de lignocelulosa con clorito de sodio seguida de una extracción alcalina con NaOH al 40% p/p. Otra forma de extracción hace uso de NaOH al 40% p/p como agente alcalino junto con etanol como precursor para la precipitación de los xilanos, aunque con menor rendimiento (Höijje et al., 2005; Sporck et al., 2017). Otros métodos usan tratamientos enzimáticos junto con extracción alcalina para la recuperación de xilano (Hakala et al., 2013; Rémond et al., 2010)

El xilano se puede utilizar para preparar una amplia variedad de biocompuestos, dado que presenta características como una baja permeabilidad al oxígeno, permeabilidad al aroma y alta transmitancia de luz entre otras propiedades; las cuales, cuando es mezclado con otros polímeros y biopolímeros, lo hacen adecuado para usarlo en diversas aplicaciones. Entre estos biocompuestos se encuentran los hidrogeles, un tipo de polímero que tiene la capacidad de adsorber grandes cantidades de agua u otras sustancias manteniendo su integridad estructural mediante la reticulación química o física de sus cadenas poliméricas. La capacidad de los hidrogeles para cambiar su volumen de manera significativa en respuesta a pequeñas variaciones en el entorno los hace especialmente adecuados para una amplia gama de aplicaciones tecnológicas y médicas, incluyendo actuadores, sensores y sistemas de liberación controlada de fármacos (A. Muñoz & Zuluaga, 2023). Además, la inclusión de grupos iónicos en sus estructuras permite ajustar sus propiedades de hinchamiento y colapso, lo que amplía aún más su potencial en diversas industrias (Shibayama & Tanaka, 1993). Los hidrogeles a base de xilano se han utilizado como herramienta para la adsorción de metales pesados en el agua, sistemas portadores de fármacos y aplicaciones médicas (Chun-Yi et al., 2011).

El alcohol polivinílico (PVA) es usado ampliamente para la producción de hidrogeles y juega un papel crucial en su formación y propiedades, mejorando las propiedades mecánicas y térmicas de estos. El PVA actúa como un agente entrecruzante que forma una red hidrogel estable, aumentando la resistencia y flexibilidad del material; esta interacción no solo mejora la estructura del hidrogel, sino también su biocompatibilidad y biodegradabilidad, lo que permite minimizar el impacto ambiental generado por el hidrogel al finalizar su función. Además, contribuye a la estabilidad térmica del hidrogel, permitiendo que mantenga sus propiedades estructurales en diversas condiciones (Sargazi et al., 2019).

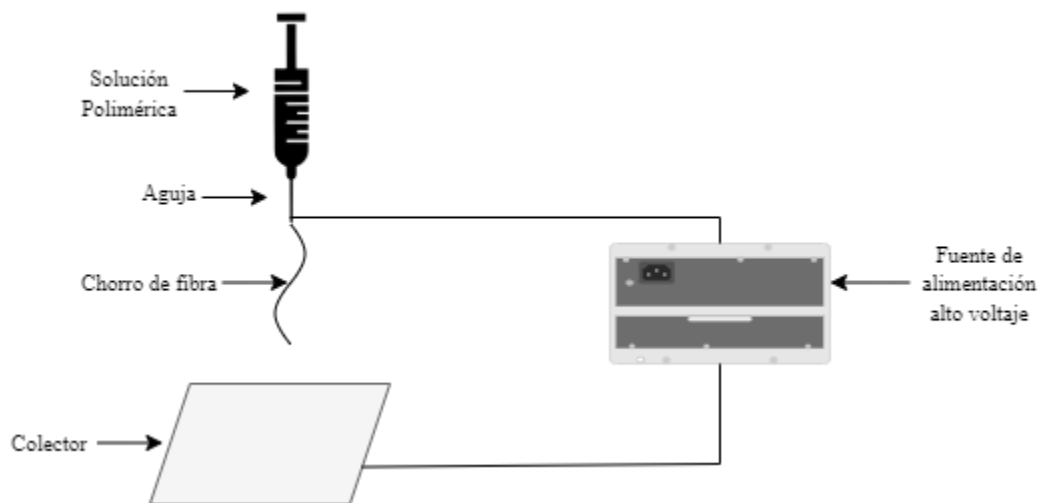
Los hidrogeles se pueden preparar utilizando materiales poliméricos naturales o sintéticos tales como, quitosano, alginato, ácido hialurónico, PVA, poliacrilato de sodio y polietilenglicol. La combinación de PVA, xilano, alginato de sodio y bentonita da lugar a hidrogeles con propiedades excelentes para la adsorción de agua y contaminantes, haciéndolos adecuados para aplicaciones ambientales y tecnológicas avanzadas (Quintero et al., 2024).

Otros materiales que pueden ser producidos a partir de estos compuestos son las fibras. Las fibras son estructuras filamentosas largas y delgadas con una alta relación longitud-diámetro, esenciales en diversas aplicaciones industriales y textiles por sus propiedades mecánicas y funcionales (Agarwal & Agarwal, 2016). Las fibras pueden tener diversas morfologías, como sólidas, huecas, lisas o porosas, y estas características dependen en gran medida del proceso de fabricación utilizado (Li & Wang, 2013). Una técnica usada para la producción de las fibras es el electrospinning; con la cual, se llegan a producir fibras con diámetros de unos pocos nanómetros hasta varios micrómetros, la técnica se realiza mediante la aplicación de un campo eléctrico de alto voltaje y baja corriente sobre una solución de polímero (hidrogel), que se pasa a través de una

aguja metálica para formar un chorro electrificado, tal como se observa en la **Figura 1**. Al entrar en contacto la solución con el campo eléctrico, se forma una estructura llamada cono de Taylor desde la punta de la aguja que se estira debido a las repulsiones electrostáticas entre las cargas superficiales. La carga supera la tensión superficial del líquido, por lo que, este es expulsado hacia el electrodo colector evaporando el solvente y resultando en la formación de fibras solidas continuas. (Agarwal & Agarwal, 2016).

Figura 1

Configuración esquemática del electrospinning



Es fundamental controlar ciertos parámetros del proceso de electrohilado que son clave para la obtención de fibras con diámetros uniformes en toda su longitud, libres de perlas o aglomeraciones de polímero e irregularidades en su superficie. Entre estos factores se encuentran tres categorías principales: parámetros del proceso de electrospinning, parámetros relacionados con la solución polimérica y las condiciones ambientales.

Las variables que controlan el proceso de electrospinning son: El voltaje aplicado entre la aguja y el colector, es importante para iniciar y mantener el chorro de electrospinning; un voltaje

más alto generalmente produce fibras más delgadas, pero un exceso de voltaje puede causar inestabilidades en el chorro y la formación de gotas (Rahmati et al., 2021). La distancia entre la aguja y el colector, dado que influye en el tiempo de vuelo, es decir, el tiempo que el chorro de polímero tiene para estirarse y evaporar el solvente. A distancias demasiado cortas el campo eléctrico es más fuerte lo cual puede causar inestabilidad en el chorro de la solución polimérica, resultando en variaciones en el diámetro de las fibras además de fibras húmedas y pegajosas. Mientras que distancias largas permiten una evaporación completa del solvente y contribuye a una malla más densa y uniforme, lo que reduce los defectos en las fibras (Rahmati et al., 2021; Wendorff et al., 2012). La velocidad de flujo a la cual la solución se alimenta, dado que una tasa de alimentación alta puede llevar a la formación de gotas, mientras que una tasa baja puede interrumpir el chorro. Por último, el tipo de colector utilizado, que puede variar desde placas planas hasta cilindros rotatorios, influye en la orientación y disposición de las fibras recolectadas, afectando su estructura final. La evaluación y optimización de estos parámetros es esencial para producir fibras con las propiedades deseadas para aplicaciones específicas (Agarwal & Agarwal, 2016; Li & Wang, 2013)

En cuanto a las soluciones, se presentan varios parámetros para la elaboración de fibras. La concentración de polímeros en la solución afecta la viscosidad y estabilidad del chorro; soluciones con una alta concentración de polímero pueden ser tan viscosas que causan la evaporación del solvente antes de formar el hilo, dificultando el proceso de electrohilado; mientras que concentraciones bajas de polímero pueden producir gotas dispersas en lugar de hilos (*electrospraying*). Una viscosidad adecuada favorece la formación de fibras continuas y largas, ya que la solución polimérica logra una mejor cohesión y resistencia mecánica, sin embargo, debe

estar compensada con una buena conductividad eléctrica y una tensión superficial que favorezcan el movimiento de la solución. Esto se logra mediante la adición de sales o surfactantes para influir en la morfología y diámetro de las fibras (Wendorff et al., 2012; Li & Wang, 2013).

Las condiciones ambientales tales como la temperatura y la humedad relativa influyen en la evaporación del solvente y la solidificación de las fibras. Condiciones de alta humedad pueden llevar a la formación de fibras porosas; además, la formación de fibras a temperatura ambiente puede estar influenciada por cambios en la viscosidad de la solución, afectando la calidad de las fibras producidas. Adicionalmente, un flujo de aire controlado alrededor del chorro puede ayudar a orientar las fibras y mejorar su recolección, optimizando su estructura final (Li & Wang, 2013).

2.3 Captura de gases de efecto invernadero como potencial aplicación de biomateriales

Los gases de efecto invernadero (GEI) son una de las principales causas del cambio climático, dado que estos gases retienen el calor del sol en la atmósfera terrestre, elevando la temperatura promedio del planeta. La emisión global del amoníaco se estima en 44Tg/año, donde un 80% es de origen antropogénico, en gran medida por el uso de fertilizantes nitrogenados y actividades agroindustriales (Beaudor et al., 2023). Para mitigar el impacto es necesario capturar, almacenar y remover estos gases.

En el desarrollo de nuevas tecnologías para la captura de GEI se han explorado una amplia gama de adsorbentes sólidos de naturaleza física, como los materiales microporosos y mesoporosos, basados en carbono, zeolitas y óxidos metálicos (Vargas Delgadillo, 2013; Vilarrasa-García et al., 2014). La síntesis sol-gel seguida de un secado supercrítico es un método versátil para la preparación de aerogeles de carbono con un tamaño de poro específico y una alta capacidad de adsorción de CO₂, que adicionalmente, pueden ser utilizados en una variedad de

aplicaciones como la conducción térmica o el almacenamiento de sustancias (Hernández, 2019). En los últimos años se han realizado estudios que demuestran que los polímeros son materiales que tienen una alta área superficial específica, lo que les permite adsorber una gran cantidad de gas con menor energía y costo, por lo que se hacen atractivos para su uso como adsorbentes de GEI (Fernández Martín, 2011).

Desde hace unos años, se ha realizado un progreso significativo en el desarrollo de hidrogeles adsorbentes de GEI mediante el uso de técnicas como el electrospinning, siendo ésta una de las tecnologías más prometedoras para la producción de materiales adsorbentes de GEI debido a la capacidad de las nanofibras de adsorber gases (Xue et al., 2017).

Zainab et al. (2020) desarrollaron un método para fabricar nanofibras de carbono extremadamente porosas basadas en poliacrilonitrilo (PAN), en polivinilpirrolidona (PVP) como sustrato y posterior carbonización para obtener poli nanofibras de celulosa (PCNF) que tienen aberturas simétricas a través de sí mismas. Las nanofibras obtenidas se estudiaron mediante técnicas como SEM, TEM y XPS, que permitieron concluir que estas nanofibras tenían un gran potencial para la adsorción de CO₂. Por su parte, Choi et al. (2020) fabricaron fibras de poliacrilonitrilo inmovilizadas con una alta carga de partículas de estructuras metal-orgánicas de hasta 60% en peso. Estas estructuras tienen una capacidad de adsorción de CO₂ entre 0.55 mmol/g y 2.55 mmol/g.

Otra estrategia de reducción de residuos y captura de GEI aborda el tipo de materia prima usada para la fabricación de estos adsorbentes. Investigaciones realizadas por el grupo INTERFASE de la Universidad Industrial de Santander en 2019, han mostrado que el pergamino de café, bagazo de caña y cascara de cacao son de los residuos agroindustriales con mayor

potencial para la extracción de XOs, el pergamino de café con una generación de residuos al año de 163 mil Ton se extraen 27.8 mil Ton de xilosa, 565 Ton de arabinosa y 28.5 mil Ton de glucosa; el bagazo de caña con una generación anual de 3.64 millones de Ton de residuos presenta 579.4 mil Ton de xilosa, 33.6 mil Ton de arabinosa y 644.8 mil Ton de glucosa y la cáscara de cacao con una generación de residuo al año de 350.53 mil Ton se pueden extraer 21.02 mil Ton de xilosa, 5.44 mil Ton de arabinosa y 27.7 mil Ton de glucosa. Los XOs son carbohidratos que pueden ser utilizados para la producción de materiales adsorbentes debido a sus propiedades químicas (Acosta et al., 2019)

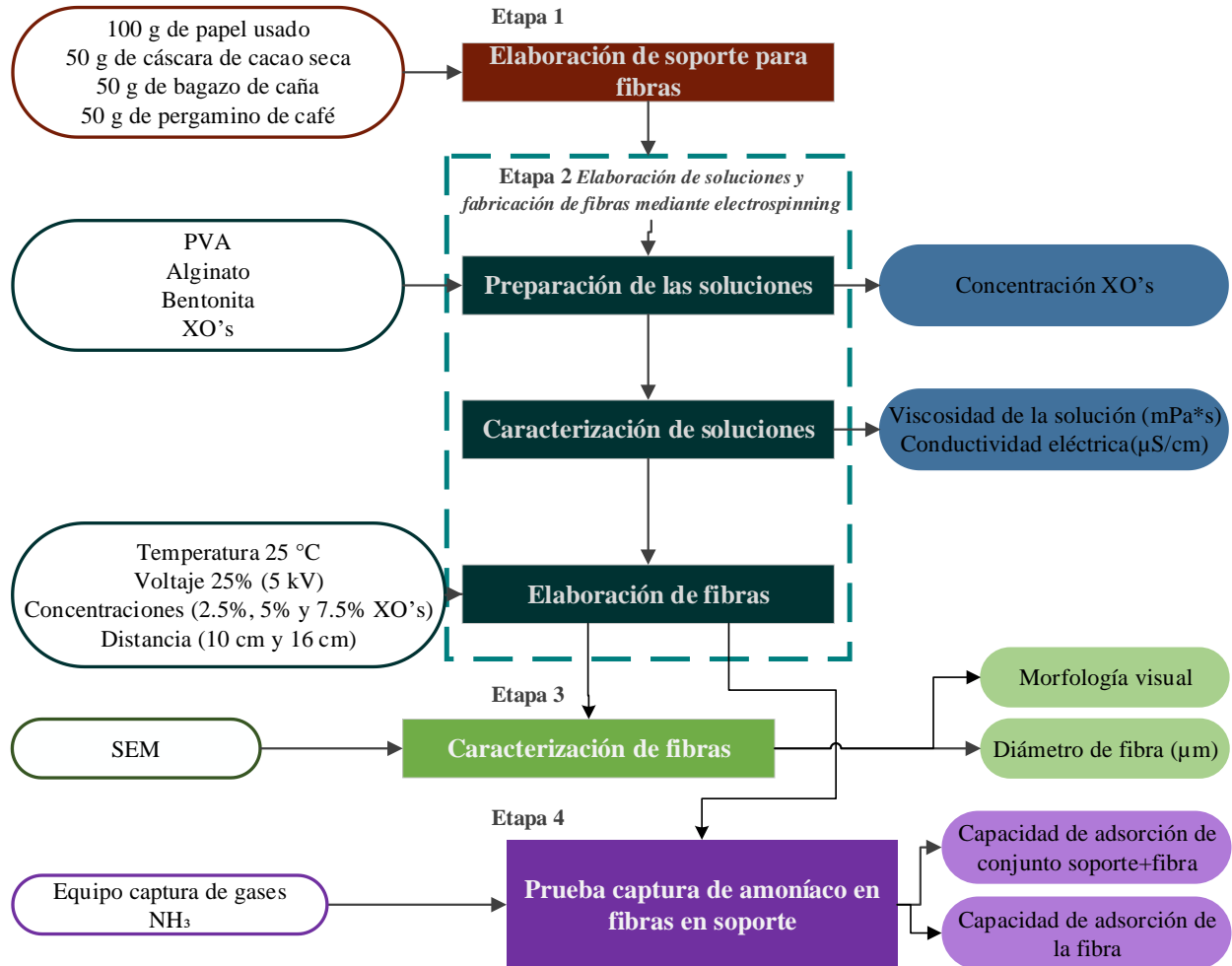
En el proyecto Transformación de sistemas a través de la asociación 20/21: capas de ingeniería multifuncionales basadas en la dinámica de absorción de hidrogeles naturales sensibles para capturar contaminantes tóxicos y de efecto invernadero en la industria de fertilizantes y cría de animales del 2023, se sintetizaron criogeles adsorbentes a partir de xilano, un polímero natural obtenido del pergamino de café. Los criogeles se prepararon mediante reticulación por congelación-descongelación y posterior liofilización. Finalmente, se estudiaron las propiedades morfológicas y la capacidad de captura de gas amoníaco de los criogeles; los resultados indicaron que los criogeles de xilano tienen una alta capacidad de adsorción de amoníaco, lo que los hace adecuados para su uso en aplicaciones industriales (Quintero et al., 2024).

3 Metodología

La metodología contemplada para el presente trabajo se basa en cuatro etapas. La **Figura 2** ilustra el esquema metodológico empleado en esta investigación.

Figura 2

Diagrama de la metodología del proyecto



3.1 Elaboración del soporte para la fibra electrohilada

Para manipular las fibras de mejor manera es necesario depositarlas en un soporte. Este soporte no debe interferir con la elaboración de las fibras. Para ello, se elaboró un papel reciclado a partir de fibra vegetal (cáscara de cacao, pergamino de café y bagazo de caña de azúcar) y papel usado. Para ello se emplearon 100 g de residuos de papel periódico, 50 g de cáscara de cacao seca, 50 g de pergamino de café y 50 g de bagazo de caña, se le agregó agua hasta humedecer todo el

material sólido y se dejó en remojo durante 12 horas; luego se licuó la mezcla en intervalos cortos cuidando que la cantidad de agua fuera la suficiente para cubrir los componentes. Se pasó la mezcla a un recipiente de mayor tamaño, se introdujo una malla en la cual se depositó la mezcla uniformemente procurando que quedara una capa delgada y uniforme; posteriormente, se pasó la malla a un soporte absorbente para recoger la humedad y se prensó durante 48 horas. Por último, se secó el papel al aire libre para posteriormente cortarlo con medidas de 7.2x9.5 cm tal como se detalla en el **Apéndice A**.

3.2 Elaboración de soluciones y fabricación de fibras mediante electrospinning

Las fibras se depositaron en el soporte previamente descrito.

3.2.1 Preparación de las soluciones

Las soluciones se prepararon a partir de PVA en polvo comercial; xilano obtenido mediante autohidrólisis de pergamino de café; bentonita sólida comercial; alginato de sodio en polvo comercial y agua destilada. El alginato de sodio, bentonita y xilanos fueron mezclados con 10 mL de agua y llevados a ultrasonido durante una hora. Esta solución fue mezclada con una solución de PVA en agua (10 mL) y se sometió nuevamente a ultrasonido por otra hora para finalmente ser calentada en autoclave a 120°C y 1.2 bar durante 2 horas (Quintero et al., 2024).

La proporción de los componentes sólidos de la mezcla se mantuvo constante e igual a la considerada como adecuada para la elaboración de criogeles, mientras que la concentración de xilano (XOs) en la solución se varió (2.5% a 5% y 7.5% p/v XOs), como se muestra en la **Tabla 1**. Para mayor detalle en la preparación de las soluciones revisar el protocolo del **apéndice B**.

Tabla 1*Composición para la preparación de las soluciones*

Componente	Unidades	[XOs] % p/v		
		2.5%	5.0%	7.5%
PVA	g	1.000	2.000	3.000
Xilano	g	0.500	1.000	1.500
Bentonita	g	0.250	0.500	0.750
Alginato de sodio	g	0.050	0.100	0.150
Agua	ml	20	20	20

3.2.2 Caracterización de las soluciones

La viscosidad de cada solución se midió utilizando un viscosímetro de rotación a temperatura ambiente ($\sim 25^{\circ}\text{C}$), específicamente un reómetro Anton Paar MCR 72 con una celda de medición P-PTD200/AIR y un sistema de medición PP50. Se registró la viscosidad en mili pascal segundos ($\text{mPa}\cdot\text{s}$) en función de la tasa de corte. Cada curva fue medida por duplicado para garantizar la veracidad y consistencia de los resultados. A partir de las curvas obtenidas, se aplicó modelo newtoniano para las soluciones a 2.5% p/v y 5% p/v XOs y se usó el modelo de Ellis de comportamiento no newtoniano para la solución a 7.5% p/v XOs. La viscosidad a tasa de corte cero (η_0) se calculó mediante ajuste de mínimos cuadrados.

Para determinar la conductividad eléctrica de las soluciones se utilizó un conductímetro digital multifuncional YIERYI modelo EZ9908 4-en-1, registrando la conductividad eléctrica en micro Siemens por centímetro ($\mu\text{S}/\text{cm}$) realizando cuatro réplicas.

3.2.3 *Elaboración de fibras mediante electrospinning*

El equipo de electrospinning consta de una cabina de acrílico con aperturas laterales que permiten el paso de los polos y una apertura superior por donde se ingresa la jeringa con la solución polimérica a electrohilar, y una fuente de voltaje que produce el campo eléctrico. Dentro de la cabina se deposita una placa recolectora, la cual se conecta al polo negativo y permite depositar el papel que va a ser el soporte donde se depositaron las fibras. Se hizo uso de una jeringa desechable de 3 mL para inyectar la solución, en la aguja de la jeringa se conecta el polo positivo. A partir de una presión manual se inició y mantuvo el goteo de la solución, obteniendo así caudales en un rango entre 0.04 y 0.2 mL/h, valores que están dentro de lo esperado según la literatura.

Para cada prueba se tomó entre 1 y 2 mL de solución en la jeringa, dependiendo del tipo de solución a electrohilar, se conectaron los polos siguiendo el protocolo del **Apéndice C**, y se aplicó un poco de presión para iniciar el goteo, seguidamente, se encendió el equipo y se ajustó el voltaje a 5 kV. La distancia del soporte recolector se varió en los niveles de 16 cm y 10 cm. Se registró el volumen inicial de la muestra y se electrohiló durante 2 horas y 15 minutos; debido a pausas que se realizaron para limpiar la aguja de las gotas secas debido a la evaporación del solvente que obstaculizó el hilado. Al finalizar el hilado se registró el volumen final y se almacenó el conjunto soporte-fibra en bolsas con cierre hermético a temperatura ambiente para su posterior caracterización morfológica y prueba de adsorción de amoníaco. Cada experimento se realizó por duplicado.

Para la identificación de las muestras se creó una nomenclatura con base en los parámetros estudiados: distancia entre electrodos y concentración de XOs (%p/v), A y B representan 16 y 10 cm respectivamente. Así, por ejemplo, B2.5 indica la muestra a 2,5% p/v XOs con una distancia

de 10 cm entre la aguja y el colector. La **Tabla 2** muestra las cuatro nomenclaturas empleadas para cada fibra, cada muestra tiene su respectivo duplicado.

Tabla 2

Nomenclatura para identificación de las fibras obtenidas mediante electrospinning

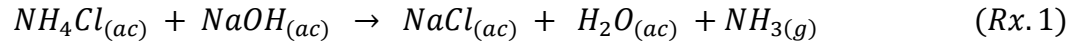
Fibra	Distancia [cm]	Concentración XOs [% p/v]
B2.5	10	2.5
A2.5	16	2.5
B5.0	10	5
A5.0	16	5

3.3 Caracterización de las fibras

La morfología visual y el diámetro promedio de las fibras fueron medidos mediante microscopía de barrido electrónico (SEM). El conjunto soporte-fibra se montó sobre trozos metálicos utilizando cinta adhesiva de carbono, posteriormente se recubrió la superficie de la muestra con oro mediante un proceso conocido como Sputtering, luego se introdujeron las muestras en el microscopio electrónico de barrido modelo TESCAN VEGA 3 del Tecno-Parque Sena; se tomaron varias imágenes de las fibras en un intervalo entre 2000x y 5000x ampliaciones en las cuales se observó la morfología, la distribución y se obtuvo el diámetro promedio de estas.

3.4 Pruebas de captura de amoníaco en las fibras

Una vez obtenidas las fibras en el soporte, las muestras se pusieron en contacto en una atmósfera de amoníaco, la cual fue realizada mediante una reacción entre cloruro de amonio e hidróxido de sodio, siguiendo el procedimiento de Chacon y Lagares (2024) detallado en el **apéndice D**.



Para el montaje se usó un desecador de polipropileno y policarbonato de un plato de 9.2L con válvula de 250 mm adaptado para flujos de entrada en la parte inferior y salida en la superior, la cual actuaba como cámara de control dotada de un sensor MQ-137 de óxido metálico (SnO₂) que registró el cambio en la resistencia eléctrica debido al cambio de concentración de amoníaco, lo que permitió el registro de datos de la concentración de amoníaco en partes por millón en función del tiempo en Matlab®.

Las pruebas se realizaron por duplicado para cada conjunto soporte-fibra mencionado en la Tabla 2, adicionalmente, se realizó el mismo ejercicio usando como adsorbente únicamente el soporte, y una curva de concentración en ausencia de adsorbente como referencia. El conjunto se ubicó en el plato del desecador; mientras que, en la parte inferior se ubicó la solución productora de amoníaco, para esto, se añadió 0.01 g de cloruro de amonio y 0.15 g de hidróxido de sodio. La medición empezó una vez la cámara fue cerrada, y se tomó durante 10 horas, tiempo suficiente para asegurar un equilibrio del sistema tal como se detalla en el **Apéndice D**.

Para calcular la capacidad de adsorción de cada muestra se comparó la curva de concentración medida en la cámara de cada prueba con respecto a la curva de referencia. La capacidad de adsorción de amoníaco en cada tiempo medido (q_t) fue expresada en mg de amoníaco por gramo de adsorbente, se calculó utilizando la ecuación 1 (Bonilla-Petriciolet & Jauregui-Rincón, 2010).

$$q_t = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (Ec.1)$$

Donde q_t es la capacidad de adsorción en $\text{mg NH}_3 / \text{g}_{\text{ads}}$, m es la cantidad de adsorbente empleado en gramos (la masa del conjunto soporte-fibra); V es el volumen de la cámara de control en litros; C_0 son las concentraciones de amoníaco de referencia y C_e en el tiempo t en mg/L .

En este estudio se exploraron diversos modelos cinéticos teóricos con el fin de estimar la capacidad de adsorción en el equilibrio de los conjuntos soporte-fibra. Los modelos considerados incluyeron el modelo de pseudo primer orden (PFO, ec. 2), el modelo de pseudo segundo orden (PSO, ec. 3) (Ho & Mckay, 1999) y el modelo de pseudo segundo orden revisado (rPSO, ec. 4) (Bullen et al., 2021).

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad (\text{Ec. 2})$$

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (\text{Ec. 3})$$

$$\frac{dq_t}{dt} = k' C_t \left(1 - \frac{q_t}{q_e}\right)^2 \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde el parámetro k_1 es la tasa de adsorción de PFO en unidades de min^{-1} , k_2 es la tasa de adsorción de PSO en unidades de $\text{mg NH}_3 \cdot \text{g}_{\text{ads}}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$, y k' es la tasa de adsorción de rPSO en unidades de $\text{L} \cdot \text{g}_{\text{ads}}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$; mientras todas las capacidades de adsorción en el equilibrio q_e tienen unidades de $\text{mg NH}_3 \cdot \text{g}_{\text{ads}}^{-1}$. Para el caso específico del modelo rPSO, C_t es la concentración de amoníaco en la cámara en el tiempo t en unidades de $\text{mg NH}_3 \cdot \text{L}^{-1}$. Los parámetros de los modelos se obtuvieron mediante regresión por mínimos cuadrados no lineales con el solver de Excel.

Se eligió un único modelo cinético para estimar y comparar las tasas de adsorción y capacidades de adsorción en el equilibrio, usando como parámetro comparativo el coeficiente de correlación cuadrático de los datos modelados con respecto a los datos experimentales y su desviación estándar en cada caso. Dado que los tres modelos son no lineales y los errores de los

datos no necesariamente tuvieron una distribución normal, se usó la definición estricta del coeficiente de correlación cuadrático mostrado en la ecuación (5), para evitar caer en sesgos al usar un coeficiente de correlación lineal.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_t (q_t^{exp} - q_t^{mod})^2}{\sum_t (q_t^{exp} - \bar{q}^{exp})^2} \quad (Ec. 5)$$

Donde los superíndices “exp” y “mod” hacen referencia a los datos experimentales y obtenidos por el modelo cinético, respectivamente; y t hace referencia al tiempo de medición. Las capacidades de adsorción modeladas se calcularon a partir de las formas integradas de las ecuaciones (2) y (3) para los modelos PFO (ec. 6) y PSO (ec. 7), mientras que para el modelo rPSO se aplicaron métodos numéricos (ec. 8) a partir de la ecuación (4), ya que el intervalo de tiempo entre mediciones es lo suficientemente pequeño como para no afectar la precisión del cálculo.

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad (Ec. 6)$$

$$q_t = \frac{q_e^2 k_2 t}{1 + q_e k_2} \quad (Ec. 7)$$

$$q_n = q_{n-1} + (t_n - t_{n-1}) \left[k' C_{t_{n-1}} \left(1 - \frac{q_{t_{n-1}}}{q_e} \right)^2 \right] \quad (Ec. 8)$$

Los parámetros obtenidos del modelo elegido son la tasa de adsorción k y la capacidad de adsorción en el equilibrio q_e del conjunto soporte-fibra.

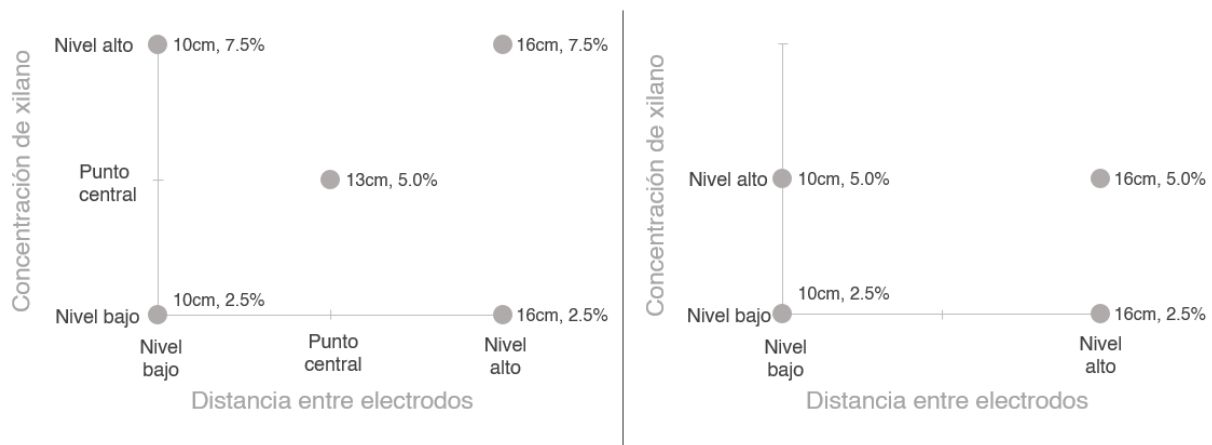
3.5 Diseño experimental

Se buscó evaluar la influencia de la variación en la concentración de la solución [%p/v XOs] y la distancia entre electrodos [cm] en la producción de fibras. Por ello, se seleccionó un diseño de experimentos 2^2 con punto central; lo que permite identificar la influencia individual y combinada de los factores, además de detectar curvaturas en la superficie de respuesta y mejorar

la estimación de la variabilidad experimental. (O. O. Melo et al., 2020). El diseño fue sometido a un estudio previo (haciendo uso de los resultados obtenidos al ejecutar el trabajo experimental planteado en las secciones 3.2.2 y 3.2.3 de la metodología) para verificar que las condiciones fueran adecuadas para el electrohilado. Hecho esto, se hizo un reajuste del diseño de experimentos a uno de forma 2^2 usando concentraciones que permitieron la obtención efectiva de fibras. Los diseños inicial y ajustado se observan en la **Figura 3**.

Figura 3

Diseño experimental inicial (izquierda) y ajustado (derecha)



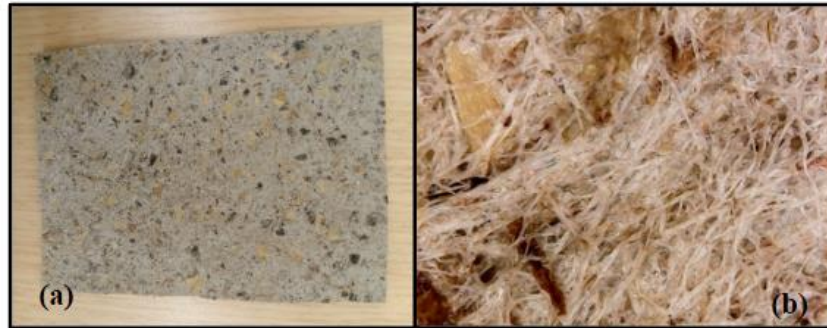
4 Resultados y discusión

4.1 Elaboración del soporte para la fibra electrohilada

En la **Figura 4**, se observa la apariencia del soporte obtenido usando un microscopio digital USB. El cual presentó un color grisáceo, además de una superficie irregular debido al encogimiento por el secado (con aire a condiciones ambientales; $T \sim 25^\circ\text{C}$) del papel.

Figura 4

Apariencia visual del soporte; a) simple vista y b) microscopia digital a 330X.

**4.2 Preparación y caracterización de las soluciones**

En términos generales, la solución al 2.5% p/v XOs presentó un comportamiento similar al agua, mostrando una ligera sedimentación de los componentes de la mezcla; mientras que, la solución con concentración al 5% p/v XOs se comportó de manera similar a la miel además de ser una mezcla más homogénea que la anterior. La solución al 7.5% p/v de XOs presentó una mayor viscosidad, lo que dificultó la agitación y el envasado. Estas diferencias en la apariencia y comportamiento de las soluciones se deben al cambio de concentración de XOs y a la variación del contenido de los demás sólidos en la solución utilizada en la metodología de elaboración, así como a interacciones fisicoquímicas de estos compuestos.

Las mediciones reológicas se realizaron conforme a lo planteado en la metodología. A partir de estas mediciones se relacionó la tasa de corte ($\dot{\gamma}$) y la viscosidad del fluido (η) en escala logarítmica, de la que se obtuvieron regresiones que pueden ser observadas en el **apéndice E**.

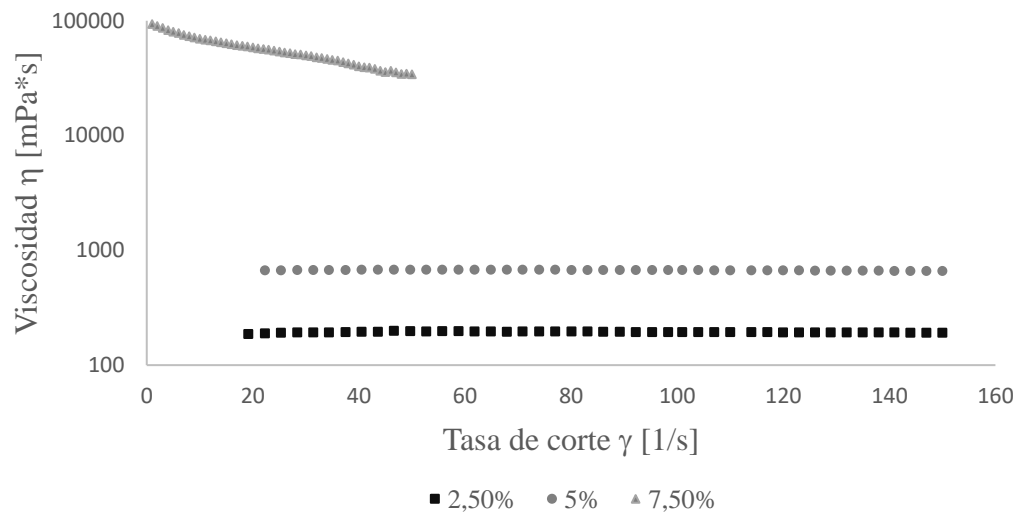
En la **Figura 5** se observa que, para las concentraciones de 2.5% p/v y 5.0% p/v de XOs, la viscosidad se mantiene constante a lo largo de las diferentes tasas de corte estudiadas. Este comportamiento sugiere que dichas soluciones exhiben un comportamiento newtoniano en el

intervalo considerado. En consecuencia, la viscosidad de las soluciones a tasa de corte cero, es de 194.8 mPas para una concentración de 2.5% p/v de XOs y de 679.7 mPas para una concentración de 5% p/v de XOs, se encuentra dentro del intervalo para electrohilado recomendado por Wendorff et al., (2012) mostrado en el **apéndice F**.

Dada la alta concentración de sólidos (27% p/p), la solución de 7.5% p/v XOs mostró una viscosidad aparente mucho más alta que las otras dos soluciones estudiadas, por lo que se consideró un intervalo menor de tasas de corte para la caracterización reológica. La **Figura 5** muestra un comportamiento reológico pseudoplástico para esta solución, y la regresión promedio ajustada al modelo de Ellis reforzó esta categorización; con una viscosidad de tasa de corte cero que se determinó en 93566.2 mPas, valor que se encuentra dentro del intervalo recomendado para el proceso de electrospinning (Wendorff et al.,2012).

Figura 5

Comportamiento reológico de las soluciones preparadas



La concentración de bentonita aumenta considerablemente la viscosidad de soluciones acuosas al formar geles por su capacidad de hincharse (Choo & Bai, 2015), así como el incremento de PVA tiene un efecto similar pero causado por la reticulación de las cadenas de polímero (Carrasco-Venegas et al., 2023); mientras que, el aumento de la concentración de alginato de sodio en efecto aumenta la viscosidad y cambia el comportamiento de las soluciones acuosas, no obstante, el efecto solo es apreciable a concentraciones de alginato mayores al 5% en peso (Brzezińska & Szparaga, 2015). Aunque no existen estudios sobre el efecto del aumento de la concentración de xilanos en la viscosidad de las soluciones acuosas, al tratarse de una molécula que comparte características con el alginato de sodio (siendo una molécula mucho más grande e intrincada), se tuvo la hipótesis de que también formaría reticulaciones (inclusive con otros sólidos) al ser sometidas a estrés mecánico; aumentando la viscosidad de la solución en mayor medida que los demás componentes. En este caso, como se han aumentado los sólidos totales conservando las proporciones, el efecto del aumento de la concentración de cada componente en la viscosidad se mantiene, pero si se considera que solo el PVA está presente en una concentración mayor al 5%, seguido por el xilano, se puede inferir que estas dos sustancias tienen mayor impacto en el aumento de la viscosidad.

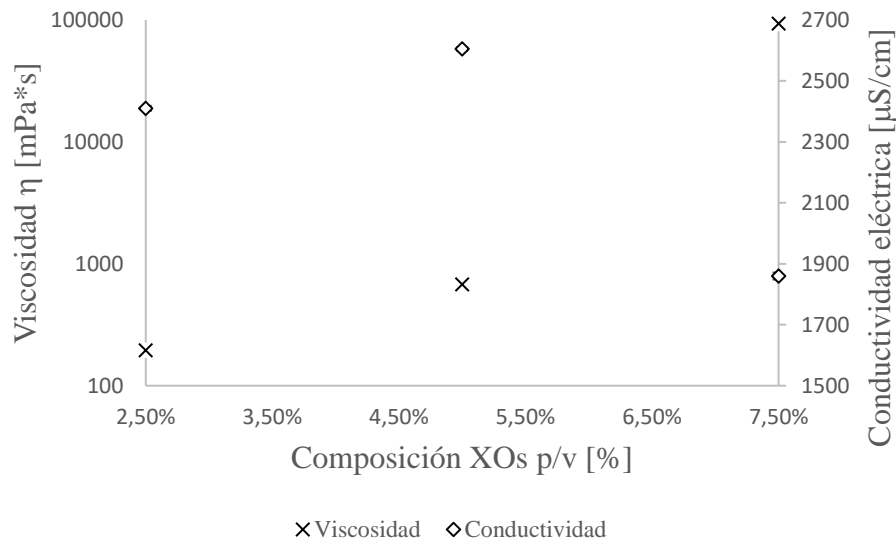
La **Figura 6** muestra la relación entre la viscosidad a tasa de corte cero y la concentración de xilano. En la cual, se observa un incremento en la viscosidad con el aumento de la concentración de xilanos. Considerando que el aumento de XOs en la solución implica un aumento de los demás sólidos, se comprende el incremento de la viscosidad ya que ha sido reportado que, al aumentar la concentración de polímeros en la solución se incrementa la viscosidad debido a un mayor

entrelazamiento de las cadenas poliméricas, la formación de geles y el hinchamiento de los minerales presentes en la solución (Argawal et al., 2016; Wendorff et al., 2016).

En las soluciones de 2.5% XOs la viscosidad es la más baja entre las concentraciones estudiadas, al aumentar la concentración al 5% p/v XOs se ve un incremento moderado, mientras que a la concentración de 7.5% p/v XOs, se observa un aumento muy significativo de la viscosidad. Esto sugiere un incremento no lineal de la interacción entre las moléculas de los diferentes sólidos con el aumento de su concentración. Esta tendencia es relevante para las aplicaciones en electrospinning, ya que la viscosidad es un parámetro crítico para la formación de fibras.

Figura 6

Propiedades de las soluciones en función de su concentración de XOs



Los resultados de la medición de la conductividad eléctrica, son detallados en el **apéndice E**. Como se observa en la **Figura 6**, la conductividad en las soluciones preparadas tuvo una variación significativa con respecto a la concentración de XOs en las soluciones, y por tanto con la variación de los sólidos totales. La solución al 5% p/v XOs (18% p/p sólidos totales) presenta

la mayor conductividad eléctrica, la solución al 7.5% p/v XOs (27% p/p de sólidos totales) muestra la menor, mientras que, la solución al 2.5% p/v XOs (9% p/p de sólidos totales) muestra una conductividad intermedia más cercana a la observada en la solución de 5% p/v XOs.

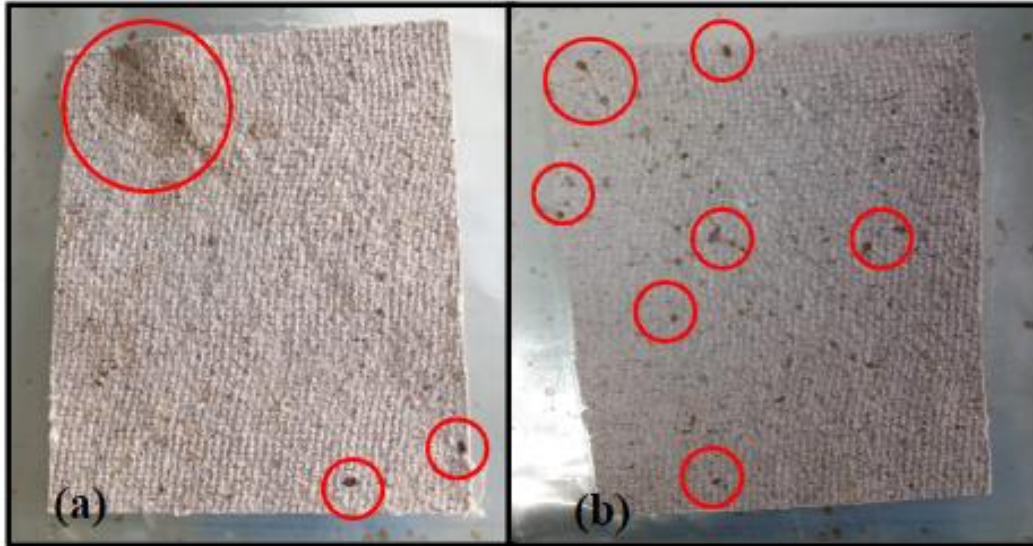
Tanto el efecto individual de los componentes de la solución como la interacción de estos influyen en la naturaleza de la solución. Aunque el PVA es una sustancia apolar, el incremento de la concentración en soluciones acuosas incrementa la conductividad eléctrica y, para las concentraciones trabajadas, es responsable de cerca de la mitad de la conductividad total (Phachamud & Phiriyawirut, 2011); además, la bentonita en concentraciones similares a las de este trabajo aumenta la conductividad a valores similares a los conseguidos con soluciones de PVA, entre $1000\mu\text{S}/\text{cm}$ y $2000\mu\text{S}/\text{cm}$ (Kaufhold et al., 2015) no obstante, el mecanismo de conducción eléctrica de las bentonitas depende de su capacidad de intercambio catiónico; mientras que la del PVA se debe a la liberación y captura de electrones por su estructura semi-cristalina. Así pues, la interacción entre los dos compuestos puede ser sinérgica dependiendo de las concentraciones, lo que podría explicar en parte el comportamiento no lineal de la conductividad eléctrica de las soluciones aquí trabajadas respecto de la concentración de sólidos totales. Este comportamiento sugiere que, a concentraciones intermedias, los iones están más disponibles para conducir electricidad, posiblemente debido a una menor formación de estructuras y/o agregados. Mientras que, a menor concentración de sólidos, la presencia de sitios de intercambio y la concentración de partículas con carga se reduce, lo que reduce a su vez la conductividad eléctrica. La menor conductividad observada fue en la solución al 7.5% p/v; esto podría deberse al aumento en la viscosidad o a la formación de agregados que limitan la movilidad de los iones (Rahmati et al., 2021). Aunque los valores de la conductividad eléctrica son superiores al intervalo recomendado,

entre 0.5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, estos no representan una limitación para el electrohilado, dado que cuando hay conductividad eléctrica alta es recomendado trabajar un electrohilado con voltaje más bajo.

4.3 Elaboración de fibras mediante electrospinning

La inspección visual de las fibras se presenta en la **Figura 7**. Como puede observarse, se obtuvieron capas de fibras con parches en el soporte para la solución de 2.5% p/v XOs, mientras que las fibras elaboradas con la solución al 5% p/v de XOs mostraron capas más densas de fibras y una mejor distribución en el soporte, en ambos casos se presentó goteo durante el proceso de electrohilado. En el caso de la solución al 7.5% p/v se formaron grumos en la punta de la aguja que impidieron el hilado, además de la formación ocasional de hilos gruesos como se evidencia en la **Figura 8**. La formación de fibras para esta concentración de sólidos presentó bastante dificultad por su mayor viscosidad y menor conductividad eléctrica, lo que impidió la formación y estabilidad del cono de Taylor. No obstante, no se evidenció que concentraciones mayores a 5% p/v de XOs no sean adecuadas para electrohilado, pues se podría aumentar esta concentración sin aumentar los demás sólidos, lo que tendría otros efectos en la morfología de las fibras y su capacidad de adsorción que deberían ser estudiados.

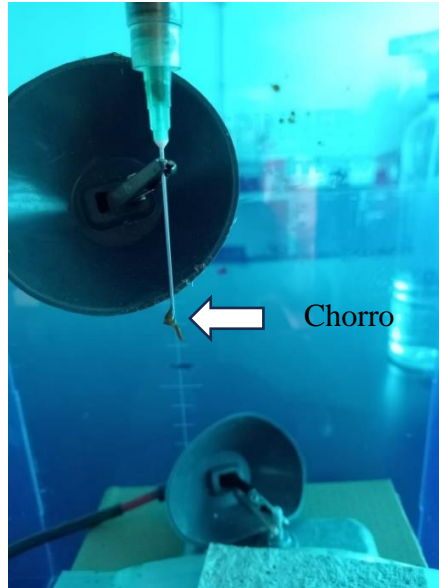
Figura 7 Apariencia visual de las fibras en el soporte a partir de una solución a) 2.5% p/v XOs, b) 5% p/v XOs



Dado que la concentración de la solución al 7.5% p/v XOs no permitió formar fibras adecuadas, se utilizaron las concentraciones de 2.5% p/v XOs y 5% p/v XOs, donde se observó que la técnica es efectiva, permitiendo obtener fibras continuas y uniformes. Con estas soluciones se obtuvieron fibras para cada uno de los cuatro tratamientos del diseño de experimentos con dos réplicas cada una.

Figura 8

Formación de grumos en el electrospinning usando la solución con 7.5% p/v XO_s

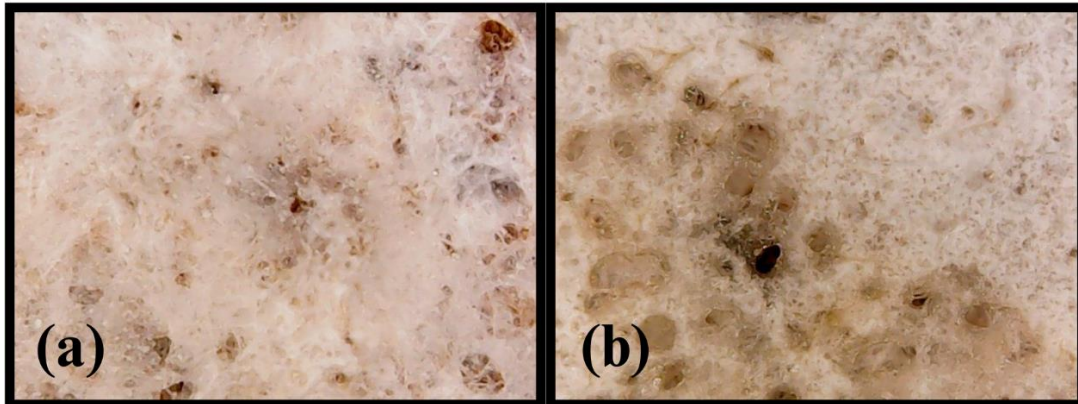
**4.4 Caracterización de las fibras electrohiladas**

La estructura superficial y morfología de las fibras producidas vista desde un microscopio óptico digital USB se muestra en la **Figura 9**, donde se observa que las fibras tienen un aspecto esponjoso o aterciopelado debido a su disposición en mallas densamente entrelazadas.

Adicionalmente, las imágenes muestran ciertas zonas oscuras que representan vacíos en la malla de fibras, pero no responden a fallos en el electrohilado pues debido a la naturaleza del fenómeno, las fibras no se encuentran distribuidas simétricamente, sino que tienen distancias diferentes entre sí, dando lugar en ocasiones a estos espacios. No obstante, una mejor distribución de las fibras en el espacio sí está relacionada con mejores desempeños en la adsorción de gases, por lo que una mayor aparición de estos vacíos no es deseable (Rahmati et al., 2021).

Figura 9

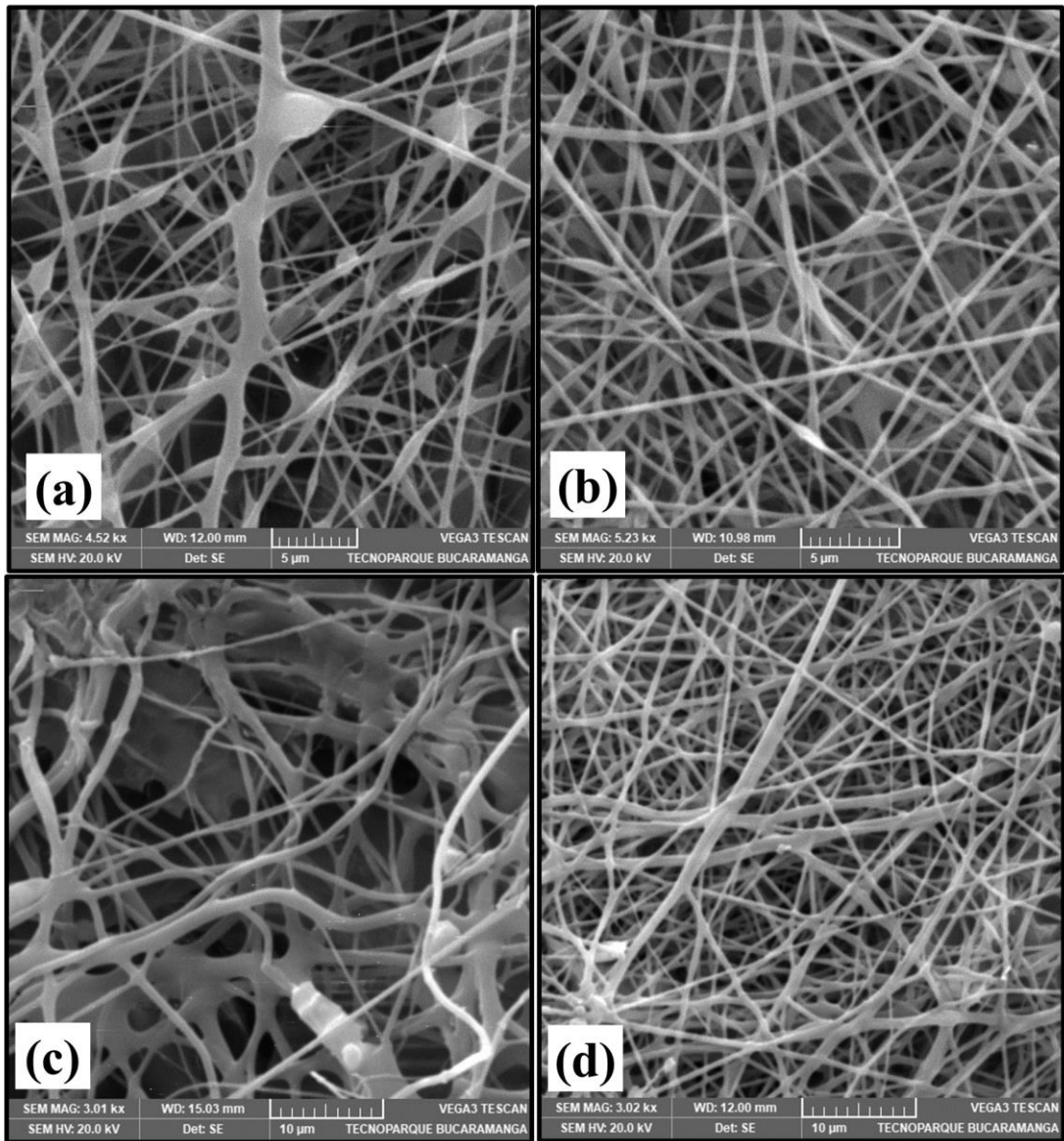
Apariencia visual de conjuntos soporte-fibra obtenida por electrospinning mediante microscopio óptico a 330x a condiciones de a) 2,5%p/v XOs y 16cm entre electrodos; b) 5% p/v XOs y 16cm entre electrodos.



En la **Figura 10** se presentan las imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM) de las fibras producidas. Las imágenes revelan que las fibras tienen una estructura en forma de red que varía con la concentración de XOs y la distancia entre electrodos. Las fibras obtenidas con soluciones a 2.5% p/v XOs muestran una distribución más uniforme. En su superficie se observa la formación de pequeñas estructuras esféricas (perlas o nódulos), lo cual puede deberse a la baja concentración de sólidos en la solución, resultando en una baja viscosidad para mantener una estructura continua de la fibra y se formen gotas que se secan como perlas (Rahmati et al., 2021).

Figura 10

Imágenes SEM de fibras electrohiladas a condiciones de a) 2.5% p/v XOs y 10cm entre electrodos, 4.52kx de aumento; b) 2.5% p/v XOs y 16cm entre electrodos, 5.23 kx de aumento; c) 5.0% p/v XOs y 10cm entre electrodos, 3.01 kx de aumento; d) 5.0% p/v XOs y 16cm entre electrodos, 3.02 kx de aumento

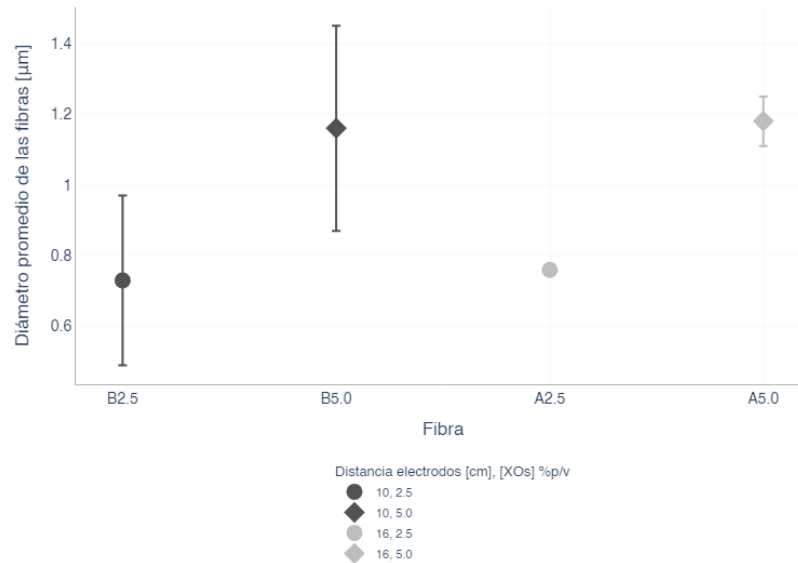


La distancia entre la aguja y el colector es otro aspecto que influyó en la formación de perlas, ya que en la Figura 10(a), donde la distancia entre electrodos es de 10 cm, existió mayor formación de perlas que en la Figura 10(b), donde la distancia es de 16 cm y la formación de perlas es menos apreciable, esto ocurre por el espacio disponible para la formación del cono de Taylor, pues al haber más espacio sin una pérdida de aceleración por disminución de la diferencia de

potencial, la solución más espacio para estirarse y puede darse la formación de un hilo más homogéneo; caso contrario a un electrohilado con menor distancia entre electrodos, donde el poco tiempo para la formación del hilo puede hacer que algunas zonas sean puntualmente más gruesas (Rahmati et al., 2021; Wendorff et al., 2012). Dado que la tensión superficial de la solución va cambiando conforme el hilo se forma, la conductividad eléctrica también tiene un efecto en esta formación de perlas o nódulos, pues una baja conductividad eléctrica disminuye la interacción de la sustancia con el campo eléctrico, favoreciendo el goteo, lo cual sugiere una interacción entre la concentración de sólidos y la distancia entre electrodos en la homogeneidad de las fibras.

En las figuras 10(c) y 10(d), se muestran las fibras obtenidas con soluciones de concentración de 5% p/v XOs, las cuales forman redes más densas, lo que puede ser atribuido a la mayor viscosidad de la solución (Agarwal et al., 2016). En la figura 10(c) se muestran fibras menos uniformes, con zonas más gruesas y otras más delgadas, lo cual coincide con el hecho de que a menor distancia entre electrodos existe inestabilidad en el proceso de electrospinning, pues se reduce el tiempo de vuelo de la solución resultando en una distribución menos uniforme, conforme a lo esperado según Wendorff et al., (2012). La figura 10(d) muestra un comportamiento de fibras lisas y homogéneas, sin presencia de aglomeraciones o defectos significativos.

Los resultados obtenidos del diámetro promedio de las fibras producidas mediante electrospinning se presentan en la **Figura 11**.

Figura 11*Diámetros promedio de las fibras electrohiladas*

Se observa que la concentración de la solución y la distancia entre la aguja y el colector tienen influencia en el diámetro de las fibras como se apreció visualmente en la Figura 10. Así, a medida que hay un aumento en la concentración de la solución polimérica de XO de 2.5% p/v a 5.0% p/v, se presentó un incremento en el diámetro de las fibras. Asimismo, a mayor distancia entre la aguja y el colector se produjeron fibras más uniformes con diámetros ligeramente mayores, siendo estas favorecidas por un mayor tiempo de vuelo y mejor evaporación del solvente.

4.4.1 Efecto de los factores en la morfología de las fibras

Aunque en la literatura se afirma que hay relación entre las condiciones de electrohilado y el diámetro de las fibras obtenidas (Agarwal & Agarwal, 2016), el análisis de varianza realizado para este experimento demostró que no hay una relación entre la distancia entre electrodos ni la concentración de solución polimérica con el diámetro promedio de las fibras obtenidas. Si bien es posible ver una tendencia que sugiere que la concentración de XO puede tener algún impacto tal

como se muestra en la **Figura 11**, la evidencia estadística demostró que el diámetro de las fibras está determinado principalmente por el cambio de otras variables del electrohilado que no fueron estudiadas en este experimento, por ejemplo, la diferencia de potencial o el caudal, que se mantuvieron constantes en valores de 5kV y aproximadamente 0.15mL/h, respectivamente.

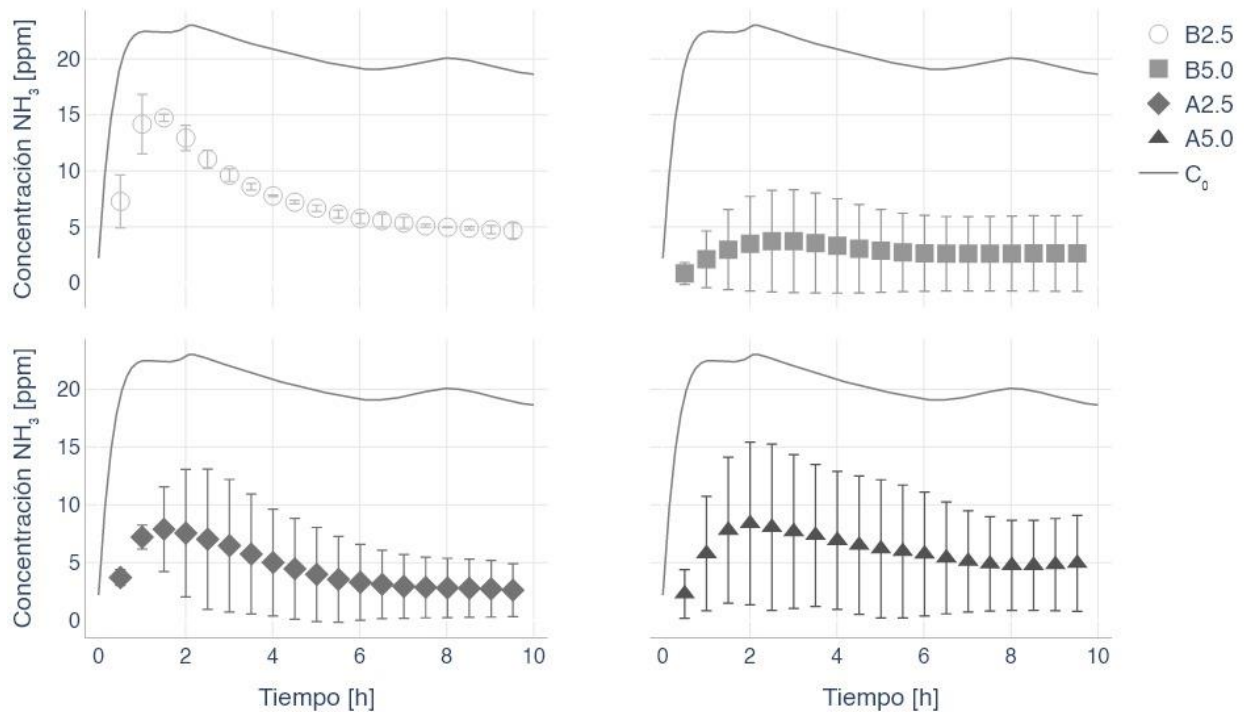
La formación de perlas en las fibras tampoco tiene relación alguna con las dos variables estudiadas en este trabajo, por lo que no se considera un análisis estadístico, sino que se restringió el análisis únicamente a lo cualitativo. Como ya fue mencionado, se observa una relación entre el aumento de la distancia entre electrodos y la observación de fibras más homogéneas con menor presencia de perlas o nódulos, pero esta relación no implica causalidad, por lo que se necesitarían estudios puntuales con metodologías dirigidas explícitamente a verificar esta correlación.

4.5 Evaluación de la captura de amoníaco en las fibras electrohiladas

La **Figura 12** muestra la concentración de amoníaco gaseoso en la cámara de control en función del tiempo durante el proceso de captura de amoníaco (intervalo de 10 horas). Las curvas detalladas de todos los conjuntos soporte-fibra, sólo soporte y sin ningún adsorbente se encuentran en el **apéndice G**.

Figura 12

Curvas de concentración de NH_3 promedio en la cámara de control usando conjuntos soporte-fibra a condiciones a) 2.5% p/v XOs y 10cm entre electrodos; b) 5% p/v XOs y 10cm entre electrodos; c) 2.5% p/v XOs y 16cm entre electrodos y d) 5% p/v XOs y 16cm entre electrodos.



Sin ubicar ningún tipo de adsorbente en la cámara se alcanzó una concentración máxima de aproximadamente 24 ppm de NH_3 en la primera hora de observación, estabilizándose en aproximadamente 19 ppm tras 6 horas de experimento. Por otro lado, cuando se incluye el soporte únicamente como adsorbente (sin fibra) la concentración máxima alcanzada es de 20 ppm, y se estabiliza en 14 ppm tras 6 horas de experimento.

Cuando se probó el conjunto soporte-fibra como adsorbente, se evidenció una reducción de la concentración de amoníaco desde las primeras horas del proceso. La fibra B5.0 mostró la mayor adsorción de NH_3 , manteniéndose debajo de 5 ppm a lo largo del experimento. La fibra B2.5 permitió la mayor concentración máxima (15 ppm) y se estabilizó en 5 ppm a las 10 horas, al igual que la fibra A5.0, que mantuvo una concentración más baja de $\text{NH}_{3(g)}$ en comparación con B2.5, sin embargo, tuvo mayor varianza. Todas las curvas mostraron potencial en la capacidad de

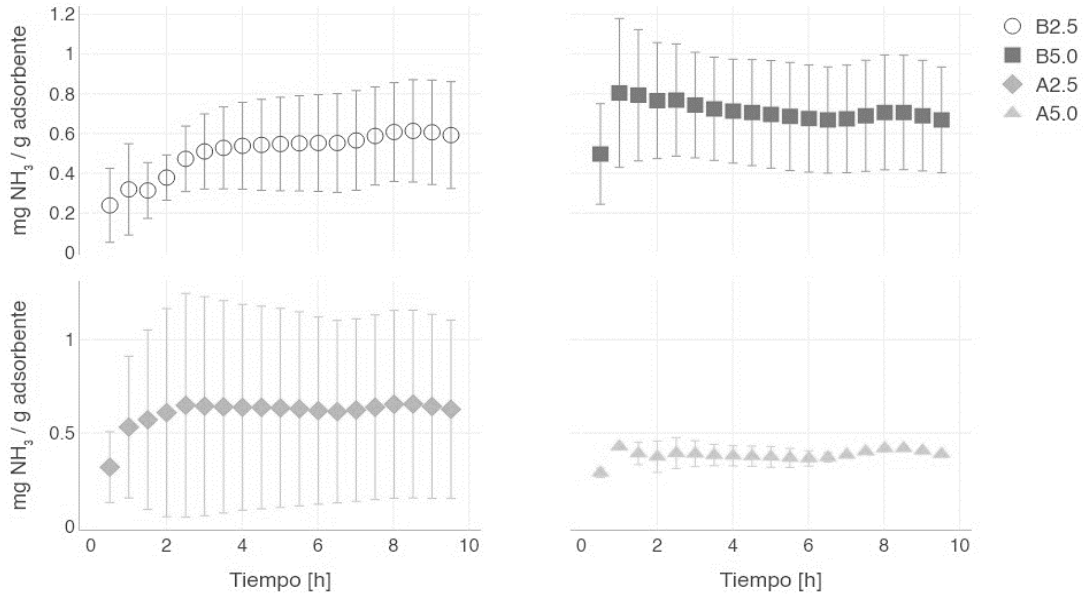
adsorción al reducir la concentración de $\text{NH}_3(\text{g})$ al menos a la mitad de la referencia, no obstante, dado que la masa del conjunto soporte-fibra es diferente para cada caso, la varianza en la reducción en la concentración mostrada pudo estar influenciada por este valor.

La **Figura 13** presenta las capacidades de adsorción en función del tiempo para los conjuntos soporte-fibra. Se apreciaron diferencias con respecto a las curvas de concentración: el conjunto soporte-fibra B5.0 alcanzó una capacidad de adsorción máxima de aproximadamente 0.9 mg $\text{NH}_3/\text{g}_{\text{ads}}$, estabilizándose en 0.7 mg $\text{NH}_3/\text{g}_{\text{ads}}$ aproximadamente, mientras que los demás conjuntos mostraron menores capacidades de adsorción. Además, las fibras B2.5 y A2.5 presentaron mayor varianza en su capacidad de adsorción que en su concentración.

Figura 13

Capacidad de adsorción experimental de NH_3 en el tiempo usando como adsorbente conjuntos soporte-fibra a condiciones a) 2.5% p/v XOs y 10cm entre electrodos; b) 5% p/v XOs y 10cm

entre electrodos; c) 2.5% p/v XOs y 16 cm entre electrodos; d) 5% p/v XOs y 16 cm entre electrodos.



En general, los resultados muestran un mejor comportamiento en las curvas con distancia de 16 cm entre polos, debido al favorecimiento que esta distancia aporta a la morfología y estabilidad de las fibras. Los conjuntos presentan una capacidad similar para ambas concentraciones de XOs. Para tener mayor certeza, se hicieron ajustes a cinéticas de adsorción para cuantificar la capacidad de adsorción de estos conjuntos de soporte-fibra.

En la **Tabla 3** se observa la comparación de los modelos cinéticos considerados, la cual se realiza con base en el coeficiente de correlación promedio de las pruebas (R^2) y la desviación estándar (σ), siguiendo la metodología de Ho & Mckay, (1999). Los resultados de las regresiones para cada réplica pueden verse a detalle en el **apéndice H**.

Tabla 3

Comparación modelos cinéticos de pseudo primer orden (PFO), pseudo segundo orden (PSO) y pseudo segundo orden revisado (rPSO) para los conjuntos soporte-fibra a condiciones a) 2.5% p/v XOs y 10 cm entre electrodos, b) 5% p/v XOs y 10 cm entre electrodos, c) 2.5% p/v XOs y 16 cm entre electrodos, d) 5% p/v XOs y 16 cm entre electrodos.

Conjuntos de Soporte-fibra						
Modelo	Parámetro	Unidades	B2.5	B5.0	A2.5	A5.0
PFO	k1	min ⁻¹	0.01 ± 4.1E-4	0.10 ± 0.03	0.07 ± 0.04	0.09 ± 1.2E-3
	qe	mg NH ₃ •g _{ads} ⁻¹	0.58 ± 0.25	0.71 ± 0.28	0.63 ± 0.52	0.39 ± 0.03
	R2	--	0.808 ± 0.183	0.663 ± 0.078	0.679 ± 0.357	0.496 ± 0.402
PSO	k2	mg NH ₃ •g _{ads} ⁻¹ •min ⁻¹	0.03 ± 0.01	0.47 ± 0.00	0.30 ± 0.30	0.86 ± 0.34
	qe	mg NH ₃ •g _{ads} ⁻¹	0.65 ± 0.26	0.72 ± 0.28	0.66 ± 0.54	0.39 ± 0.03
	R2	--	0.855 ± 0.085	0.461 ± 0.094	0.690 ± 0.229	0.429 ± 0.233
rPSO	k'	L•g _{ads} ⁻¹ •min ⁻¹	1.93 ± 1.59	9.1E+2 ± 3.4E+2	42.3 ± 17.8	233.7 ± 73.4
	qe	mg NH ₃ •g _{ads} ⁻¹	0.66 ± 0.22	0.72 ± 0.28	0.66 ± 0.56	0.39 ± 0.03
	R2	--	0.745 ± 0.244	0.591 ± 0.053	0.671 ± 0.318	0.519 ± 0.318

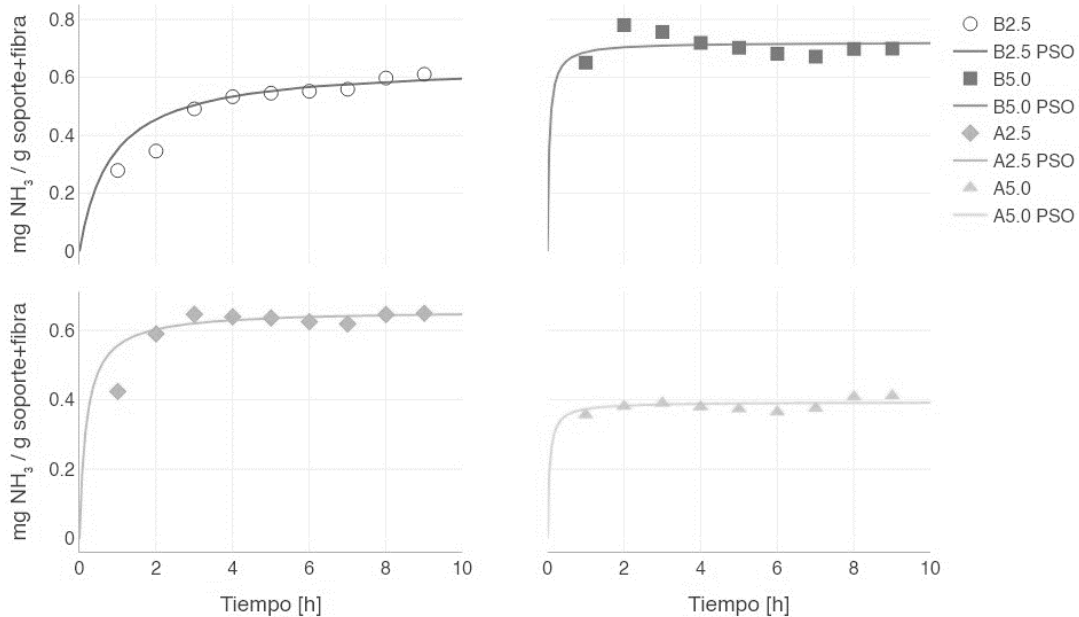
El modelo PSO fue seleccionado como el más adecuado debido a que su porcentaje de desviación estándar (σ) es menor en comparación con los modelos cinéticos de PFO y rPSO, aunque los coeficientes de correlación (R2) son menores, dado esto también cumplen con los supuestos dados por el modelo. Las capacidades de adsorción en el equilibrio obtenidas mediante este modelo no distan demasiado de las estimadas mediante otros modelos debido a la estabilización de la capacidad en una etapa medianamente temprana en la mayoría de experimentos, alrededor de las 6 horas de adsorción batch.

Una inspección visual de los resultados de la **figura 14** sugiere que para fibras de baja concentración de XOs la capacidad de adsorción de los conjuntos de soporte-fibra se incrementa

si la fibra es electrohilada con mayor distancia entre electrodos; lo contrario ocurre para las fibras elaboradas a partir de solución con 5% p/v XOs. Asimismo, las fibras electrohiladas a baja distancia entre electrodos mostraron una menor capacidad a 2.5% p/v XOs. Esta lectura muestra cierta influencia de estas variables sobre la capacidad de adsorción, pero especialmente de la interacción entre ellas, es decir, cuando la distancia entre electrodos y la concentración de la solución polimérica son variadas simultáneamente.

Figura 14

Capacidad de adsorción (q_t) de NH_3 en función del tiempo según modelo cinético PSO y comparación con datos experimentales para conjuntos de soporte-fibra a condiciones a) 2.5% p/v XOs y 10cm entre electrodos b) 5% p/v XOs y 10cm entre electrodos c) 2.5% p/v XOs y 16cm entre electrodos d) 5% p/v XOs y 16cm entre electrodos.



La Figura 14 nos muestra una capacidad de adsorción máxima, de 0.78 mg NH₃/g_{ads}, para los conjuntos soporte-fibra a 5% XOs y distancia entre electrodos de 10 cm. En conjunto con otros materiales adsorbentes presentes en el soporte, la capacidad de adsorción de amoníaco de estas fibras a condiciones ambiente similares (T=[20°C-25°C], P=1atm) es mayor, aunque comparable a la de otros materiales. Bai et al. (2023) encontraron capacidades de adsorción de amoníaco de 0.491 mg NH₃/g para fibras de lana, 0.417 mg NH₃/g para fibras de algodón y 0.318 mg NH₃/g para fibras de nylon, mientras que Zheng et al. (2016) reportan capacidades entre 0.25 mg NH₃/g y 5.7 mg NH₃/g para carbones activados.

Tabla 4

Comparación de las capacidades de adsorción de amoníaco reportadas en informes anteriores y las reportadas en este estudio.

Referencia	Adsorbente	q _e [mg NH ₃ /g _{ads}]
Bai et al. (2023)	Fibras de lana	0.491
	Fibras de Algodón	0.417
	Fibras de nylon	0.318
Zheng et al. (2016)	Carbón activado	0.25-5.7
Quintero et al. (2024)	Criogeles de xilano (10% p/v)	0.047
Presente estudio	Fibras de xilano (2.5% - 5% p/v) con soporte orgánico	0.78

Por otro lado, en un estudio anterior de Quintero et al. (2024), que trabajó con criogeles fabricados a partir de solución con 10% p/v de XOs obtenidos de la misma fuente de materia orgánica, se reportaron valores de 0.047 mg NH₃/g criogel. Los poros de los criogeles disminuyen el área superficial y limitan la adsorción de moléculas pequeñas como lo son las moléculas de gas amoníaco, por esto las fibras son mejores en la adsorción de gas amoníaco ya que su diámetro de

fibra permite un aumento del área superficial que a su vez aumenta la capacidad de adsorción. De este modo, las fibras obtenidas en el presente estudio, en especial las obtenidas con 5% p/v de XOs y electrohiladas a 10 cm entre electrodos, se pueden llegar a posicionar como mejores adsorbentes eco-amigables con desempeño eficiente para la remoción de amoníaco en el aire.

4.5.1 Efecto de los factores en la capacidad de adsorción

Tras un análisis de varianzas de las capacidades obtenidas se pudo cuantificar la relación entre las dos variables estudiadas y la capacidad de adsorción de amoníaco gaseoso. Los resultados presentados a continuación y los comentarios relacionados se encuentran en mayor detalle en el **Apéndice I**.

Un resumen de estos resultados se presenta en la **Tabla 5**, donde se observa que, aunque la capacidad de adsorción del conjunto soporte-fibra parece ser disminuida tanto por aumentar la distancia entre electrodos como la concentración de XOs por separado o en simultáneo, los valores p muestran que no hay evidencia para hacer esta afirmación. La varianza que la capacidad de adsorción de los conjuntos mostró entre los diferentes experimentos puede estar relacionada con diferencias en el material del soporte que no dependen de ninguna de las variables estudiadas.

Tabla 5

Resultados del ANOVA y estadísticas de prueba con nivel de significancia 0.05 para la capacidad de adsorción de los conjuntos soporte-fibra con el diseño de experimentos planteado.

Factor	Capacidad de adsorción del conjunto	
	Efecto	p
Distancia entre electrodos	-0.13	6.3E-01
Concentración XOs	-0.03	9.0E-01
Interacción	-0.22	4.1E-01

Así, considerando los resultados aquí mostrados, las fibras electrohiladas a partir de soluciones poliméricas conteniendo XOs entre 2.5% p/v y 5% p/v se consolidan como un buen adsorbente de amoníaco en el aire en las condiciones de laboratorio estudiadas.

Estos resultados permitieron una interpretación minuciosa de las diferencias entre las fibras fabricadas con varias condiciones y proporcionarán una base sólida para la optimización de las condiciones experimentales en futuros estudios (Melo et al., 2020).

5 Conclusiones

Aunque las soluciones preparadas a 2.5% p/v, 5% p/v y 7.5% p/v de xilano mostraron comportamientos reológicos adecuados para el proceso de electrospinning, las soluciones con una concentración de 7.5% p/v XOs presentaron dificultades en el electrohilado, resultando en grumos en lugar de fibras; no obstante, la reología de la solución que impide el electrohilado no responde solo a la concentración de xilano sino también a la de los otros sólidos, especialmente a la bentonita, el PVA y su interacción. No es conveniente descartar el estudio de soluciones con concentración de xilanos mayor a 5% p/v para elaborar fibras mediante electrospinning, pero sí se debe evitar trabajar soluciones de xilanos, PVA, bentonita y alginato de sodio que superen el 18% p/p de sólidos totales.

Las fibras fabricadas con soluciones de 5% fueron más homogéneas mientras las electrohiladas con 16 cm de distancia entre los electrodos mostraron mejor distribución y menos defectos. Sin embargo, no hay efectos significativos en el diámetro de las fibras al variar la concentración y la distancia entre electrodos. La interacción química entre el PVA, las bentonitas y el alginato de sodio con los xilanos extraídos de residuos de café hacen que la distancia entre

electrodos entre 10 cm y 16 cm no tengan efecto significativo en la forma de las fibras, tampoco el cambio de concentración de sólidos totales en la solución entre 9% p/p y 18%p/p (correspondientes a 2.5% p/v XOs y 5% p/v XOs).

La capacidad de adsorción de NH_3 en las fibras electrohiladas es bastante alta en comparación con lo reportado por otros estudios para fibras como lana o algodón. Las fibras electrohiladas a 10 cm entre electrodos a partir de una solución de 5% p/v de XOs sobre un soporte fabricado con residuos de cacao, caña de azúcar y café presentaron una capacidad de 0.78 mg NH_3 /g adsorbente; así como las fibras electrohiladas a 16 cm entre electrodos con solución de 2.5% p/v de XOs sobre soporte del mismo material mostraron una capacidad de 0.66 mg NH_3 /g adsorbente. Con esto, a escala laboratorio, las fibras elaboradas a partir de xilanos obtenidos de residuos de café mediante electrospinning se muestran factibles en su obtención y en su aplicación como adsorbentes de gases de efecto invernadero.

6 Recomendaciones

Ante los resultados observados en el presente trabajo se hacen varias recomendaciones. En primer lugar, dado el comportamiento diferente de los conjuntos soporte-fibra y sus componentes, el estudio de las fibras electrohiladas con mayor rigurosidad es pertinente para enriquecer el conocimiento de las mismas frente a su potencial uso como material adsorbente, por lo que se recomienda un estudio con un soporte inerte para eliminar la incertidumbre en la medición introducida por la interacción del mismo con el amoníaco.

En el mismo orden de ideas, las fibras parecen tener una relación no lineal con los parámetros estudiados y están relacionadas con otros parámetros de electrospinning que no fueron estudiados en este trabajo, por lo que se recomienda realizar un estudio de otros parámetros de

electrospinning, incluyendo la variación de voltaje y la tasa de alimentación de la solución, para mejorar aún más la calidad de las fibras sin afectar su capacidad de adsorción. Hecho esto, es posible estudiar la optimización de la capacidad de adsorción de las fibras desde un enfoque multivariable, favoreciendo con ello el potencial económico de la aplicación industrial del material al reducir la cantidad de material necesario para recuperar el GEI, dado que el electrospinning es una técnica de alto costo.

Finalmente, sería beneficioso evaluar la posibilidad de utilizar otros tipos de residuos agroindustriales para la producción de fibras que no están siendo aprovechados y que podrían ser más adecuados para esta aplicación, ampliando el enfoque hacia una economía circular y sostenible.

Referencias bibliográficas

- Acosta, R., Nabarlatz, D., & Muvdi, C. (2019). *Producción de Xilooligosacáridos (XOs) a partir de biomasa residual procedente de la agroindustria colombiana*.
- Agarwal, S., & Agarwal, S. c(Chemistry professor). (2016). *Electrospinning : a practical guide to nanofibers*. de Gruyter. <https://doi.org/10.1515/9783110333510>
- Agarwal, S., Burgard, M., Greiner, A., & Wendorff, J. (2016). *Electrospinning*. De Gruyter. <https://doi.org/10.1515/9783110333510>
- A. Muñoz, G., & Zuluaga, F. (2023). Síntesis De Hidrogeles A Partir De Acrilamida Y Ácido Alilmalónico Y Su Utilización En La Liberación Controlada De Fármacos. *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 33(129), 539–548. [https://doi.org/10.18257/raccefyn.33\(129\).2009.2382](https://doi.org/10.18257/raccefyn.33(129).2009.2382)
- Asocaña. (2017). *Sector Agroindustrial de la Caña*. Asocaña.
- Bai, W., Yu, H., Liu, L., Pakdel, E., Tang, B., Su, H., Hurren, C., Liu, L., Wang, J., & Wang, X. (2023). The adsorption kinetics and mechanism of odorous gases onto textile fibers. *RSC Sustainability*, 1(2), 357–367. <https://doi.org/10.1039/d2su00086e>
- Beaudor, M., Vuichard, N., Lathière, J., Evangelidou, N., Van Damme, M., Clarisse, L., & Hauglustaine, D. (2023). Global agricultural ammonia emissions simulated with the ORCHIDEE land surface model. *Geoscientific Model Development*, 16, 1053–1081.
- Beg, Q., Kapoor, M., Mahajan, L., & Hoondal, G. (2001). Microbial xylanases and their industrial applications: a review. *Appl Microbiology Biotechnology*, 56, 326–338.
- Bonilla-Petriciolet, A., & Jauregui-Rincón, J. (2010). *Padé functions for modeling adsorption data*. <https://www.researchgate.net/publication/44234090>

- Brzezińska, M., & Szparaga, G. (2015). The Effect Of Sodium Alginate Concentration On The Rheological Parameters Of Spinning Solutions. *Autex Research Journal*, *15*(2), 123–126.
- Bullen, J., Saleesongsom, S., Gallagher, K., & Weiss, D. (2021). A Revised Pseudo-Second-Order Kinetic Model for Adsorption, Sensitive to Changes in Adsorbate and Adsorbent Concentrations. *Langmuir*, *37*(10), 3189–3201.
- Carrasco-Venegas, L., González-Fernández, J., Castañeda-Pérez, L., Palomino-Hernández, G., Dueñas-Dávila, F., & Trujillo-Pérez, S. (2023). Viscosity Factor (VF) Complementary to the Statistical Indicators Associated with the Rheological Behavior of Aqueous Solutions of Polyvinyl Alcohol. *Polymers*, *15*(7).
- Chacon Bonilla, C. D., & Lagares Vanegas, J. D. (2024). *CAPTURA DE GASES DE EFECTO INVERNADERO CON HIDROGELES NATURALES DE XILANO* [Investigación]. Universidad Industrial de Santander.
- Choi, C., Kadam, R. L., Gaikwad, S., Hwang, K.-S., & Han, S. (2020). *Metal organic frameworks immobilized polyacrylonitrile fiber mats with polyethyleneimine impregnation for CO₂ capture*. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110006>
- Choo, K., & Bai, K. (2015). Effects of bentonite concentration and solution pH on the rheological properties and long-term stabilities of bentonite suspensions. *Applied Clay Science*, *108*, 182–190.
- Chun-Yi, H., Da-Jun, C., Shih-Syuan, C., & Yo-Chia, C. (2011). The direct conversion of xylan to lactic acid by *Lactobacillus brevis* transformed with a xylanase gene. *Green Chemistry*, *13*(7), 1729–1734.

CONAHCYT. (2022, septiembre 2). *Las propiedades de la cascarilla de grano de cacao*. CONAHCYT.

Cury R, K., Aguas M, Y., Martinez M, A., Olivero V, R., & Chams Ch, L. (2017). Residuos agroindustriales su impacto, manejo y aprovechamiento. *Revista Colombiana de Ciencia Animal - RECIA*, 9(S1), 122–132. <https://doi.org/10.24188/recia.v9.ns.2017.530>

DANE. (2023). *Boletín Técnico Producto Interno Bruto (PIB)*. <https://www.dane.gov.co/index.php/estadisticas-por->

Fedecacao. (2021, diciembre 3). *KOCOLATL*. Fedecacao.

Federación Nacional de Cafeteros. (2023). *Producción anual de café de Colombia cierra 2022 en 11,1 millones de sacos*. Federación Nacional de Cafeteros de Colombia.

Federación Nacional de Cafeteros. (2024). *Federación Nacional de Cafeteros Santander - Sitio de la Federación Nacional de Cafeteros*. <https://santander.federaciondefcafeteros.org/>

Fernández Martín, C. (2011). *Adsorbentes Microporosos A Partir De Polímeros Orgánicos. Aplicación En Procesos De Captura De Co2 Precombustión*. UNIVERSIDAD DE OVIEDO .

Ghani, S. M. M., Rabat, N. E., Abdul Rahim, A. R., Johari, K., Siyal, A. A., & Kumeresen, R. (2023). Amine Infused Fly Ash Grafted Acrylic Acid/Acrylamide Hydrogel for Carbon Dioxide (CO₂) Adsorption and Its Kinetic Analysis. *Gels*, 9(3). <https://doi.org/10.3390/gels9030229>

Hakala, T., Liitiä, T., & Suurnäkki, A. (2013). Enzyme-aided alkaline extraction of oligosaccharides and polymeric xylan from hardwood kraft pulp. *Carbohydrate Polymers*, 93(1), 102–108.

- Hernández, J. C. (2019). *Síntesis Y Caracterización De Aerogels De Carbono En Forma De Microesferas Con Potencial Aplicación En Adsorción De Gases*. Universidad de los Andes .
- Höije, A., Gröndahl, M., Tømmeraas, K., & Gatenholm, P. (2005). Isolation and characterization of physicochemical and material properties of arabinoxylans from barley husks. *Carbohydrate Polymers*, *61*(1), 266–275.
- Ho, Y. S., & Mckay, G. (1999). Pseudo-second order model for sorption processes. En *Process Biochemistry* (Vol. 34).
- JECR. (2023, julio 26). *Residuos de café aportan proteína y minerales a las vacas*. Agencia de noticias UNAL.
- Kaufhold, S., Dohrmann, R., Klinkenberg, M., & Noell, U. (2015). Electrical conductivity of bentonites. *Applied Clay Science*, *114*, 375–385.
- Li, Zhenyu., & Wang, C. (2013). *One-dimensional nanostructures : electrospinning technique and unique nanofibers* (1st ed. 2013.). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-36427-3>
- Martínez, J. (2021, agosto 23). Asocaña: El bagazo de caña ayuda a la seguridad energética nacional. *Revista Nacional de Agricultura*, 1–1.
- Melo, O., López, L., & Melo, S. (2020). *Diseño de Experimentos Métodos y Aplicaciones* (C. de publicaciones Facultad de Ciencias, J. Monroy, L. Fernández, & C. Cubides, Eds.; 2a ed.). Universidad Nacional de Colombia.
- Melo, O. O., Luis, M., López, A., Sandra, P., & Melo, E. (2020). *Diseño de Experimentos Métodos y Aplicaciones*.

- Min Agricultura. (2023). *Página Principal Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural*.
<https://www.minagricultura.gov.co/paginas/default.aspx>
- OCDE_FAO. (2021). *OCDE-FAO Perspectivas Agrícolas 2021-2030*. OECD.
<https://doi.org/10.1787/47a9fa44-es>
- ONU. (2015). *Objetivos de Desarrollo Sostenible | Programa De Las Naciones Unidas Para El Desarrollo*. <https://www.undp.org/es/sustainable-development-goals>
- Phachamud, T., & Phiriyawirut, M. (2011). Physical Properties of Polyvinyl Alcohol Electrospun Fiber Mat . *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2(2), 675–684.
- Pinilla H, J., Gutiérrez, L. C., Jaramillo, L. V, & Pérez, L. M. (2021). *Propuesta para el aprovechamiento de los subproductos del café, por medio de la evaluación y selección de las alternativas existentes, ajustadas a las condiciones actuales de los 25 pequeños caficultores líderes en 5 veredas del municipio de Isnos, Huila*. Universidad EAN.
- Quintero, V., Osma, J. F., Azimov, U., & Nabarlantz, D. (2024). Multifunctional Eco-Friendly Adsorbent Cryogels Based on Xylan Derived from Coffee Residues. *Membranes*, 14(5), 108.
<https://doi.org/10.3390/membranes14050108>
- Rahmati, M., Mills, D., Urbanska, A., Reza, M., Venugopal, J., Ramakrishna, S., & Mozafari, M. (2021). Electrospinning for tissue engineering applications. *Progress in Materials Science*, 117(100721).
- Rémond, C., Aubry, N., Crônier, D., Noël, S., Martel, F., Roge, B., Rakotoarivonina, H., Debeire, P., & Chabbert, B. (2010). Combination of ammonia and xylanase pretreatments: Impact on enzymatic xylan and cellulose recovery from wheat straw. *Bioresource Technology*, 101(17).

- Rodríguez, N., & Zambrano, D. (2010, marzo 1). LOS SUBPRODUCTOS DEL CAFÉ: FUENTE DE ENERGÍA RENOVABLE. *Avances técnicos Cenicafé*, 1–1.
- Romero-Sáez, M. (2022). Los residuos agroindustriales, una oportunidad para la economía circular. *TecnoLógicas*, 25(54).
- Sánchez, J., Álvarez, D., & Gelves, J. (2018). Cisco de Café como posible material sustituto de arcilla en la fabricación de materiales cerámicos de construcción en el área metropolitana de Cúcuta. *Dialnet*, 23(1), 27–31.
- Sargazi, G., Afzali, D., Mostafavi, A., Shadman, A., Rezaee, B., Zarrintaj, P., Saeb, M. R., Ramakrishna, S., Mozafari, M., & Mozafari, M. (2019). Chitosan/polyvinyl alcohol nanofibrous membranes: towards green super-adsorbents for toxic gases. *Heliyon*, 5, 1527. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019>
- Shibayama, M., & Tanaka, T. (1993). *Volume Phase Transition and Related Phenomena of Polymer Gels*.
- Sporck, D., Reinoso, F., Rencoret, J., Gutiérrez, A., del Rio, J., Ferraz, A., & Milagres, A. (2017). Xylan extraction from pretreated sugarcane bagasse using alkaline and enzymatic approaches. *Biotechnology for Biofuels*, 10(296).
- Swissinfo. (2023, febrero 7). *La producción del cacao en Colombia se disminuyó un 10 % en 2022*. Swissinfo.
- Ulibarry, P. G. (2019). *Consecuencias ambientales de la aplicación de fertilizantes Autor Resumen*. <http://bcn.cl/28ziq>
- UNEP. (2023, enero 16). *Cuatro razones para limitar la contaminación por nitrógeno*. Programa para el medio ambiente.

- Vargas Delgadillo, D. P. (2013). *Preparación, caracterización y funcionalización de materiales carbonosos para la adsorción de CO₂*. Universidad Nacional de Colombia.
- Vera, J., Jiménez, W., Naula, M., Villa, U., Zaruma, F., Montecé, G., Cabrera, W., Zambrano, F., & Astudillo, C. (2023). Residuos de la producción de cacao (*Theobromacacao* L.) como alternativa alimenticia para rumiantes. *Revista colombiana de ciencia animal Recia*, 13(2).
- Vilarrasa-García, E., Cecilia, J. A., Cavalcante, C. L., Jiménez-Jiménez, J., Azevedo, D. C. S., & Rodríguez-Castellón, E. (2014). *Materiales en Adsorción y Catálisis Núm* (Vol. 7).
- Wendorff, J. H., Agarwal, Seema., & Greiner, Andreas. (2012). *Electrospinning materials, processing, and applications* (1st ed.). John Wiley & Sons, Inc.
- Xue, J., Xie, J., Liu, W., & Xia, Y. (2017). Electrospun Nanofibers: New Concepts, Materials, and Applications. *Accounts of Chemical Research*, 50(8), 1976–1987. <https://doi.org/10.1021/acs.accounts.7b00218>
- Zainab, G., Babar, A. A., Ali, N., Aboalhassan, A. A., Wang, X., Yu, J., & Ding, B. (2020). Electrospun carbon nanofibers with multi-aperture/opening porous hierarchical structure for efficient CO₂ adsorption. *Journal of Colloid and Interface Science*, 561, 659–667. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.11.041>
- Zheng, W., Hu, J., Rappeport, S., Zheng, Z., Wang, Z., Han, Z., Langer, J., & Economy, J. (2016). Activated carbon fiber composites for gas phase ammonia adsorption. *Microporous and Mesoporous Materials*, 234, 146–154. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2016.07.011>

Apéndices

Apéndice A. *Protocolo de elaboración de soportes para la producción de fibras electrohiladas*

I. Materiales:

- Balanza
- Recipiente grande
- Malla y/o bastidor
- Esponja o telas para absorber agua
- Licuadora o triturador
- Papel para reciclar
- Bagazo de caña
- Cáscara de cacao seca
- Pergamino de café

II. Para la elaboración de los soportes se siguieron los siguientes pasos:

1. En un recipiente se pesan 100 g de papel para reciclar, 50 g de cáscara de cacao seca, 50 g de bagazo de caña y 50 g de pergamino de café. Se le agrega agua hasta cubrir todos los componentes. Se deja en remojo durante unas 12 horas.
2. Se llevan las materias primas a una licuadora agregando suficiente agua para facilitar el licuado, se licúan en intervalos cortos de máximo 1 minuto durante 5 minutos.
3. Terminado el licuado, se llevan a un recipiente grande para posteriormente introducir la malla y cubrir completamente con la fibra procurando dejar una capa uniforme y delgada.

4. Colocar la malla sobre una esponja que absorba suficiente agua y poner un peso encima para extraer el agua del soporte. Esto dura unas 48 horas.
5. Retirar el soporte de la malla y dejar al aire libre unas 72 horas, es importante que circule el aire para optimizar el secado del papel.
6. Una vez el papel esté seco se cortan rectángulos de 7.2x9.5 cm y se guardan en una bolsa cerrada herméticamente.

Apéndice B. *Protocolo de preparación de las soluciones para electrospinning*

I. Materiales:

- Xilano (XO's). El xilano usado fue obtenido mediante autohidrólisis de pergamino de café, el cual según investigaciones previas del grupo INTERFASE, es considerado uno de los residuos con mayor potencial para la obtención de xilano. El pergamino de café fue proporcionado por agricultores locales en San Gil, Santander, Colombia. El proceso se realiza en un reactor tipo batch modelo Star serie No. 2937 de 20 L con agitación en el laboratorio de procesos de la Escuela de Ingeniería Química. Con una proporción fija de 8 mL de agua:1 g de biomasa; el reactor se carga con 1080 g de biomasa y 8640 mL de agua destilada. La reacción se lleva a cabo a 160° C, temperatura máxima a 100 psi alcanzada por la caldera, durante 2 horas. Al detener la reacción, se separa el licor o hidrolizado con un filtro de tela para ser almacenado a -20°C. Luego, el licor es liofilizado a -42°C y -0.1 bar, de esta forma se obtiene el xilano en polvo sin afectar sus propiedades y estructura.
- Alginato de sodio. Se compró a Jinan Boss Chemical Industry Co. En Jinan, China.
- Bentonita. Comprado a Biocombustibles Sostenibles del Caribe SA en Santa Marta, Colombia.
- PVA. El alcohol polivinílico parcialmente hidrolizado fue comprado a SUQUIN en Bucaramanga, Colombia.
- Agua destilada.
- 2 vasos de precipitado.
- 2 vidrio reloj.
- 2 mezcladores.

- Balanza analítica de alta precisión.
- Baño de ultrasonido.
- Autoclave.

II. Preparación de las soluciones con concentración de XOs al 5% [p/v].

1. Pesar 2 g de PVA en un vaso de precipitado y agregar 10 mL de agua destilada.
2. Pesar en otro vaso de precipitado 0.1 g de alginato, 0.5 g de bentonita y 1 g de XO's, y agregar 10 mL de agua destilada.
3. Poner en el baño de ultrasonidos el vaso conteniendo la solución de alginato, bentonita y xilano durante 1 hora.
4. Agregar la solución del paso 3 a la solución de PVA y poner nuevamente en el baño de ultrasonidos durante 1 hora.
5. Poner en autoclave la solución resultante del paso 4 durante 2 horas. Para ello, es necesario precalentar el autoclave hasta llegar a 120°C (1.2 bar), momento a partir del cual se cuenta el tiempo especificado. Pasado este tiempo se despresuriza y deja enfriar la solución.
6. Agitar la solución y verter en frascos para muestras debidamente etiquetados. Dejar enfriar completamente.
7. Tapar herméticamente y guardar en el congelador para su conservación hasta su uso.
8. Repetir el procedimiento para cada concentración según las cantidades mencionadas en la metodología.

Apéndice C. Protocolo de operación del equipo de electrospinning**I. Materiales y equipos:**

- Fuente de voltaje.
- Estabilizador de voltaje.
- Cabina para electrospinning.
- Jeringa de 3 mL.
- Solución a electrohilar.
- Bases para disminuir distancias entre polos.

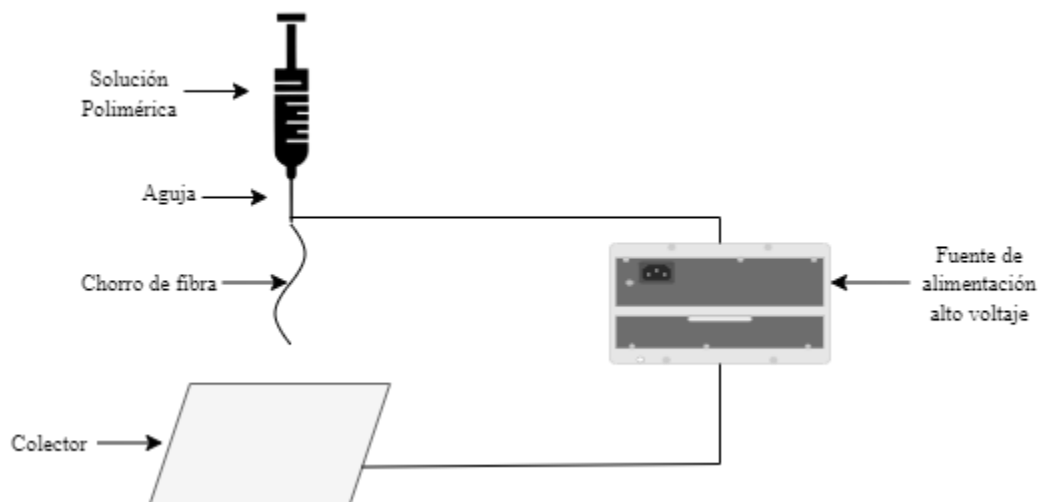


Figura C1. Diagrama esquemático electrospinning.

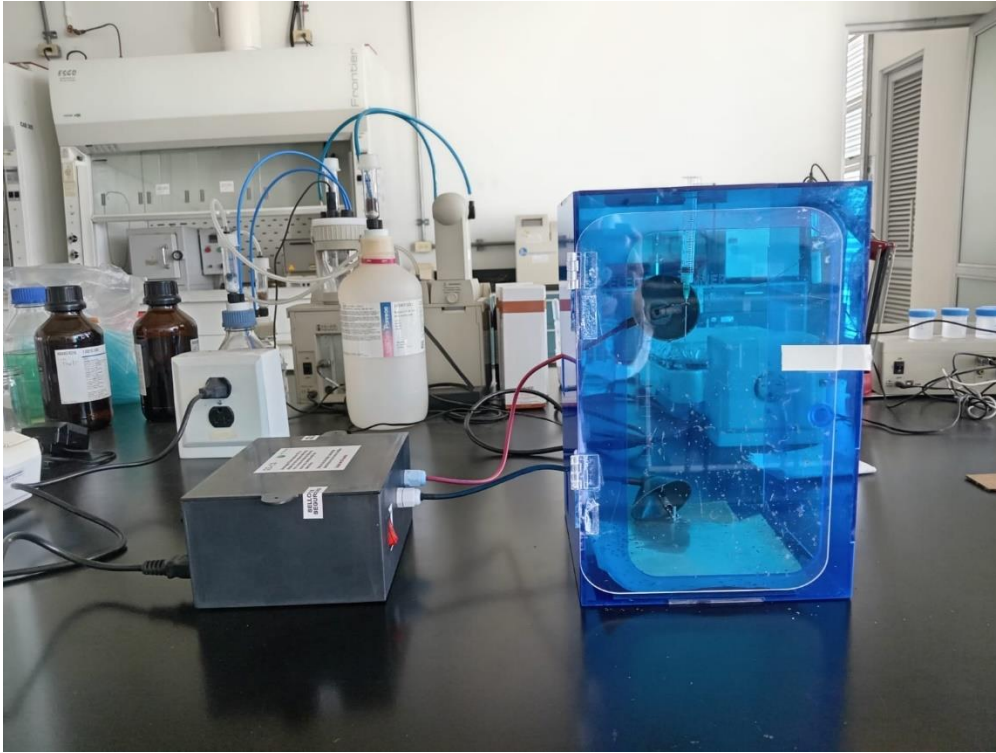


Figura C2. Montaje equipo de electrospinning.

II. Para la realización del electrohilado se siguen los siguientes pasos:

1. Sacar la solución a electrohilar del congelador y dejar descongelar a temperatura ambiente. Posteriormente tomar 2 mL con una jeringa para asegurar el hilado y controlar el goteo. Es necesario evitar que queden burbujas de aire por dentro.
2. Se ubica el soporte metálico o colector a la distancia a operar según el diseño de experimentos. Una vez ubicado se coloca un soporte de hecho con residuos de papel periódico y materia orgánica, los cuales portaran las fibras obtenidas, sobre el colector.
3. Conectar la pinza del polo negativo (negro) al colector.

4. Ubicar la jeringa en el orificio superior de la cabina de electrospinning y conectar la pinza del polo positivo (rojo) a la aguja.
5. Cerrar la puerta de la cabina asegurando con cinta aislante.
6. Conectar el estabilizador al tomacorriente y encenderlo, asegurando que marque el rango de 110 V.
7. Conectar la fuente de voltaje al estabilizador y encender el equipo. Se inicia el cronómetro para marcar la duración de la prueba.
8. Presionar ligeramente el émbolo de la jeringa para asegurar el caudal de solución y empezar el hilado.
9. Subir el voltaje de la fuente hasta 5 kV lentamente.
10. Asegurar un caudal constante durante toda la operación. Al transcurrir el tiempo de operación, disminuir de forma paulatina el voltaje de la fuente hasta llegar a cero y apagar el equipo.
11. Retirar el soporte con las fibras del colector para posteriormente guardar la muestra en bolsas con cierre hermético y etiquetadas correctamente.

Apéndice D. *Protocolo de operación de sensores MQ-137 para la detección de la concentración de amoníaco.*

I. Materiales y equipos:

- Balanza analítica de alta precisión.
- Caja de Petri.
- Montaje de captura de gases (deseCADador, sensor de lectura de concentración de amoníaco, plato, malla, placa de Arduino y computador).
- Cloruro de amonio. El NH_4Cl con una pureza del 99.9% se compró a Merck (Merck KGaA, Darmstadt, Alemania).
- Hidróxido de sodio.
- Agua destilada.
- Probeta de 20 mL.
- Espátulas.
- Muestra conteniendo soporte y fibras.



Figura D1. Montaje captura de gas amoniac

II. Procedimiento para la realización de las pruebas de adsorción.

12. En la balanza situar el plato Petri vacío y limpio, pesar 0.011 g de cloruro de amonio y 0.15 g de hidróxido de sodio, tapar inmediatamente para evitar que absorba humedad.
13. Llevar la caja de Petri a la cámara de extracción, agregar 20 mL de agua y dejar reposar durante 15 minutos.

- Ubicar el montaje de gases en la cámara de extracción, conectar el sensor a través de la tarjeta Arduino y el cable USB al computador, subir el programa Arduino a la tarjeta y abrir la aplicación para lectura de concentración de amoníaco.

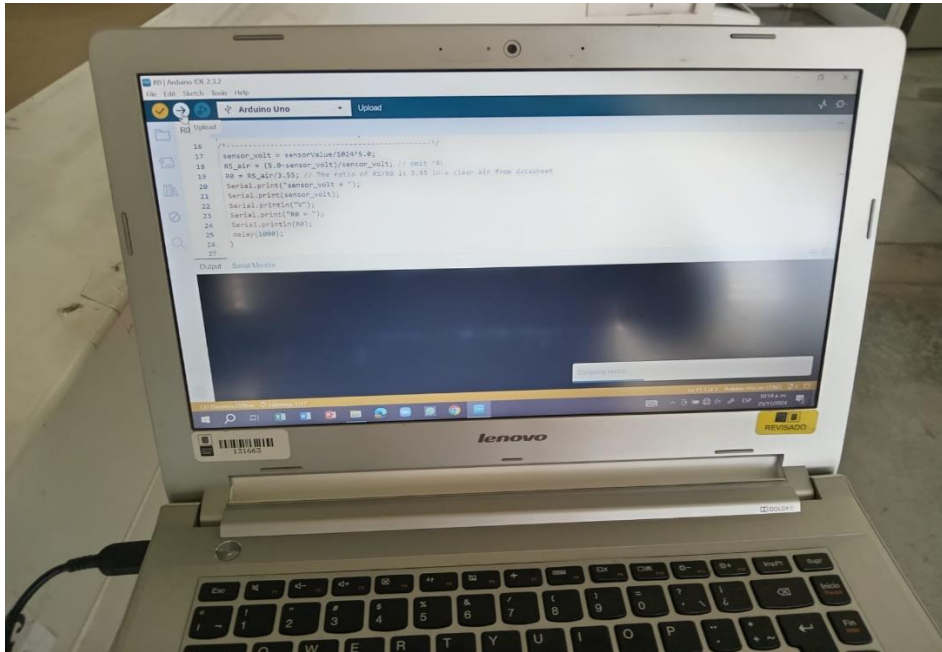


Figura D2. Programa Arduino.

- Tomar la muestra de soporte+fibras y pesarla, este peso será W_0 .
- Ubicar el plato de plástico dentro del desecador, y ubicar la placa de Petri conteniendo la solución de cloruro de amonio evitando derrames y retirando la tapa.
- Iniciar el programa en la aplicación de Matlab y esperar a que comiencen a realizarse lecturas de concentración de amoníaco [ppm] presente dentro del sistema. Para obtener las líneas de referencias para calcular la capacidad de adsorción primero se hace la prueba sin la presencia de adsorbente; se realiza su duplicado y luego de limpiar el sistema se realiza la prueba ubicando solo el soporte en la parte superior del plato; se realiza su duplicado y se limpia el sistema para realizar las pruebas con los conjuntos de soporte + fibra.

18. Ubicar el soporte+fibra en la malla dentro del desecador, en la parte superior del plato.
19. Cerrar el desecador, sellando con cinta de teflón.
20. Realizar el registro de datos de adsorción durante 10 horas.

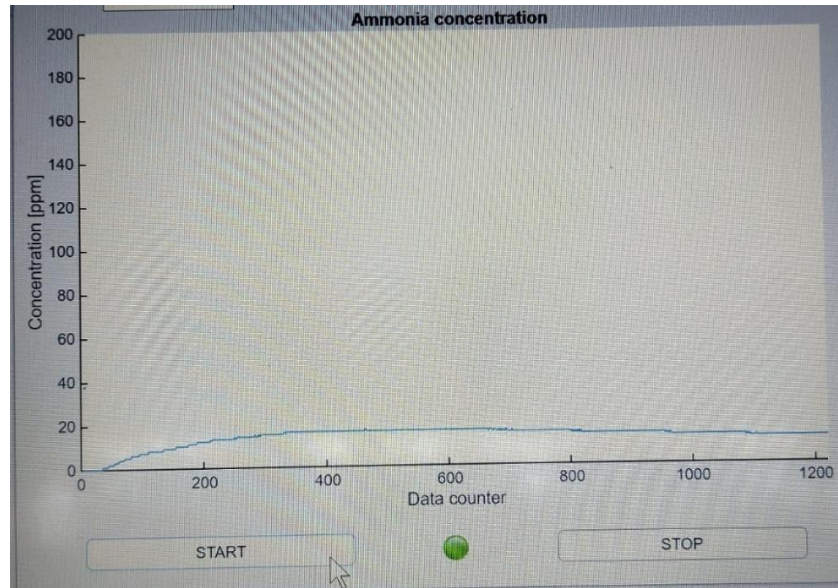


Figura D3. Registro de datos en Matlab.

Apéndice E. Gráficos de Viscosidad vs Tasa de corte con modelo de regresión y demás mediciones reológicas

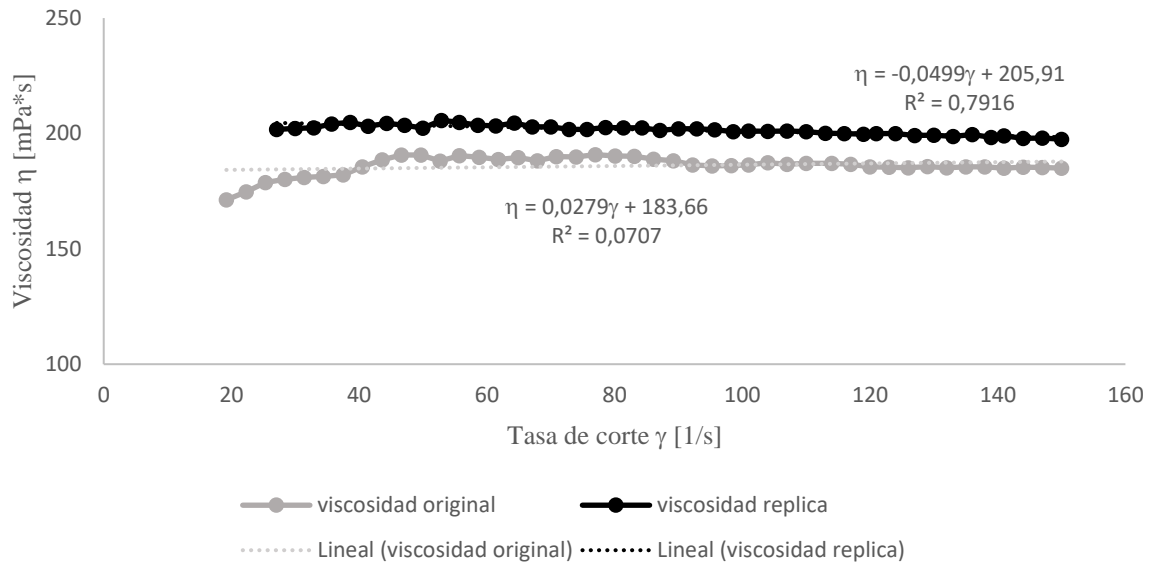


Figura E1. Relación entre la Tasa de Corte (γ) y la Viscosidad (η) para la solución al 2.5% p/v de XOs

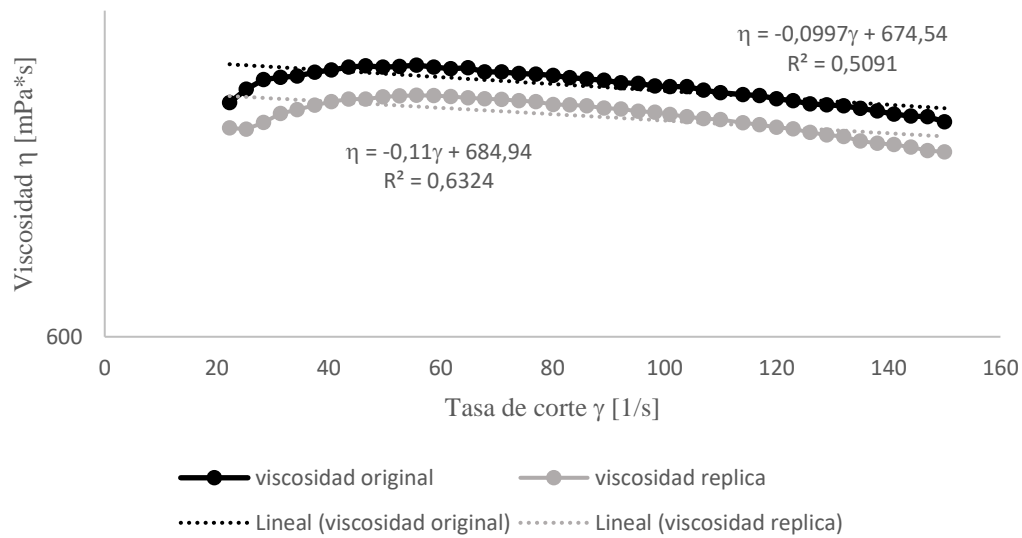


Figura E2: Relación entre la Tasa de Corte (γ) y la Viscosidad (η) para la solución al 5% p/v de XOs

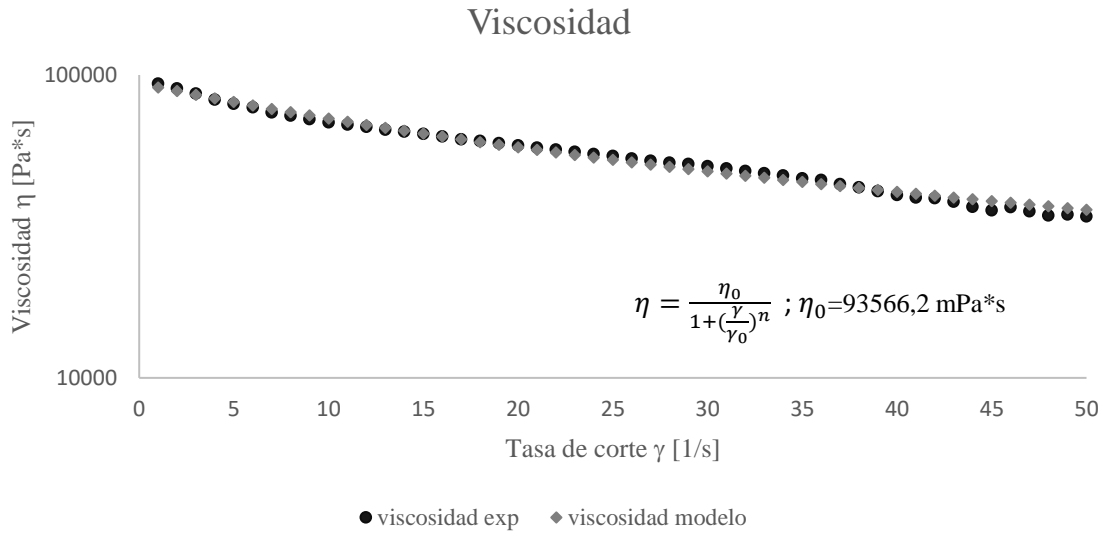


Figura E3: Relación entre la Tasa de Corte (γ) y la Viscosidad (η) para la solución al 7.5% p/v de XOs

Tabla E1 Conductividad eléctrica de las soluciones [$\mu\text{S}/\text{cm} \pm 20 \mu\text{S}/\text{cm}$]

	[XOs] 2.5% p/v	[XOs] 5% p/v	[XOs] 7.5% p/v
Conductividad eléctrica [$\mu\text{S}/\text{cm}$]	2400	2600	1865
	2410	2610	1869
	2420	2600	1862
	2410	2610	1843
Promedio	2410	2605	1859.75
Desviación	8.16	5.77	11.53

Apéndice F. Parámetros característicos de las soluciones de hilatura

Parámetros reportados por Wendorff et al. (2012)

Tensión superficial	20-75 mN/m
Conductividad eléctrica	0.05-30 mS/m
Permitividad dieléctrica	15-90
Viscosidad de corte	20-300000 cP
Tiempo de relajación viscoelástica	2-500 ms

Apéndice E. *Curvas de concentración y capacidad de adsorción de NH_3 experimentales de fibras, soporte y referencia*

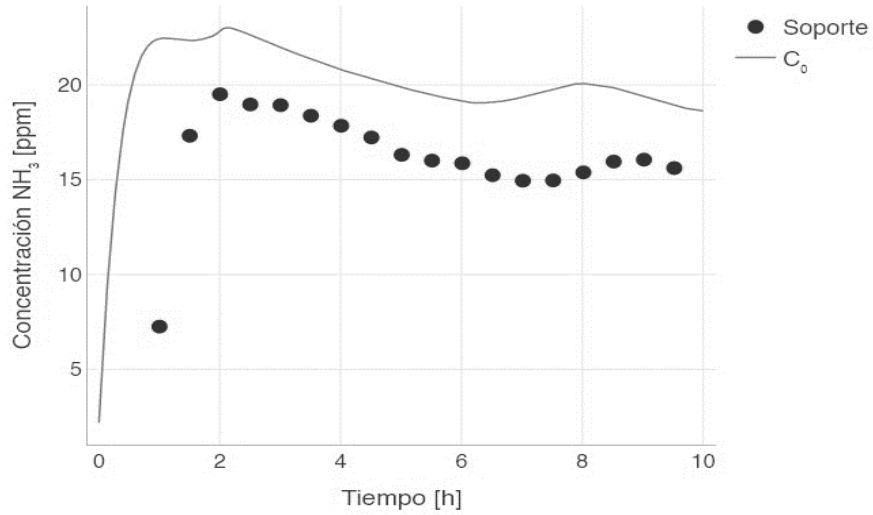


Figura G1. *Concentración de NH_3 en función del tiempo para el sistema de soporte sin fibra y referencia (C_0) sin ningún adsorbente.*

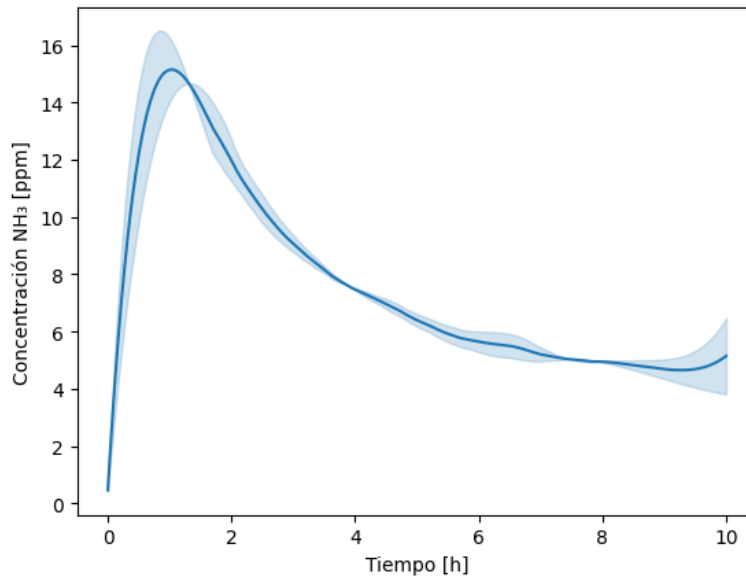


Figura G2. Concentración de NH_3 en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 2.5% XO's y distancia entre electrodos 10cm (B2.5).

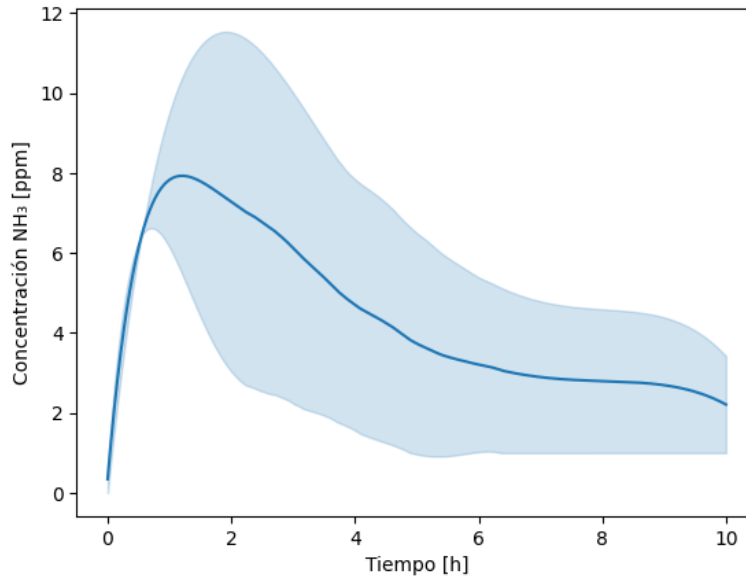


Figura G3. Concentración de NH_3 en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 2.5% XO's y distancia entre electrodos 16cm (A2.5).

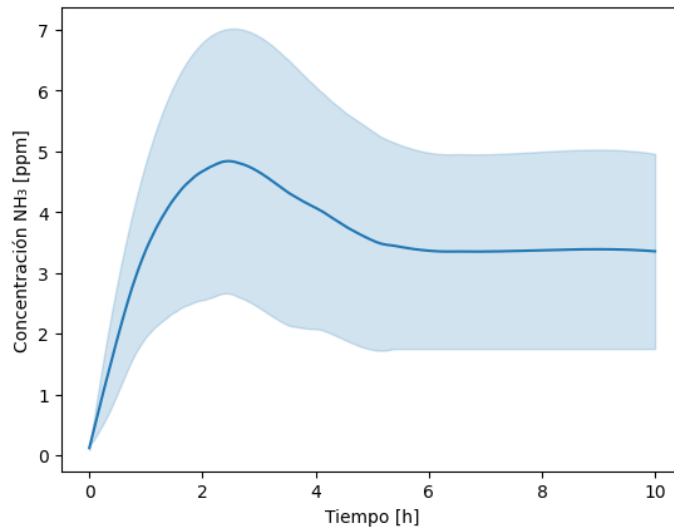


Figura G4. Concentración de NH_3 en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 5% XO's y distancia entre electrodos 16cm (B5.0).

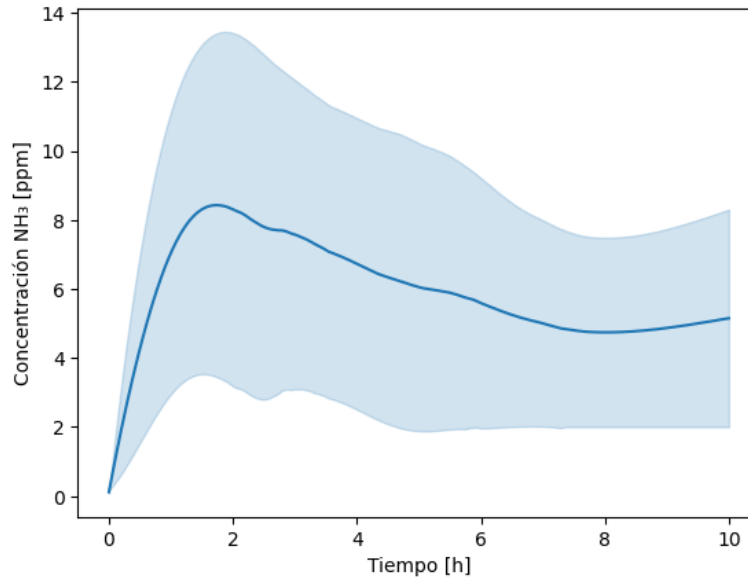


Figura G5. Concentración de NH_3 en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 5% XO's y distancia entre electrodos 16cm (A5.0).

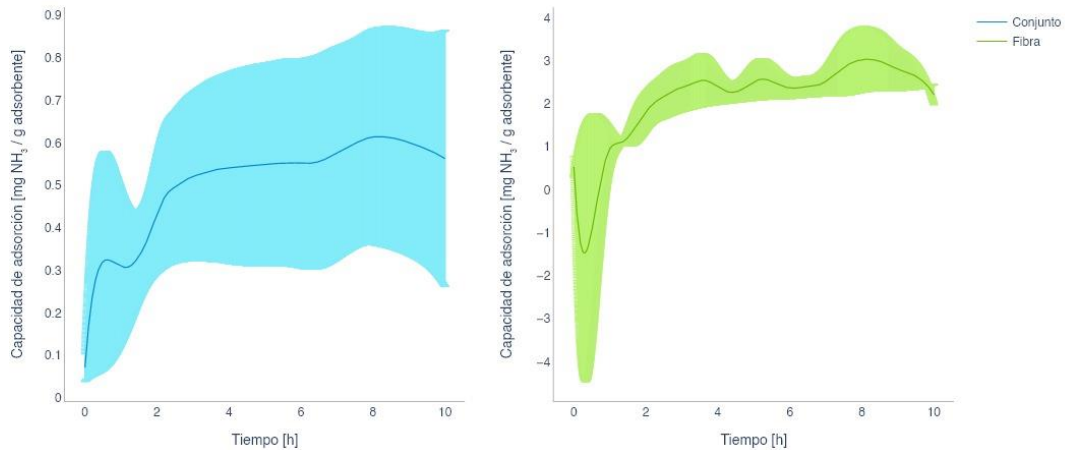


Figura G6. Capacidad de adsorción de NH_3 experimental en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 2.5% XO's y distancia entre electrodos 10cm (B2.5).

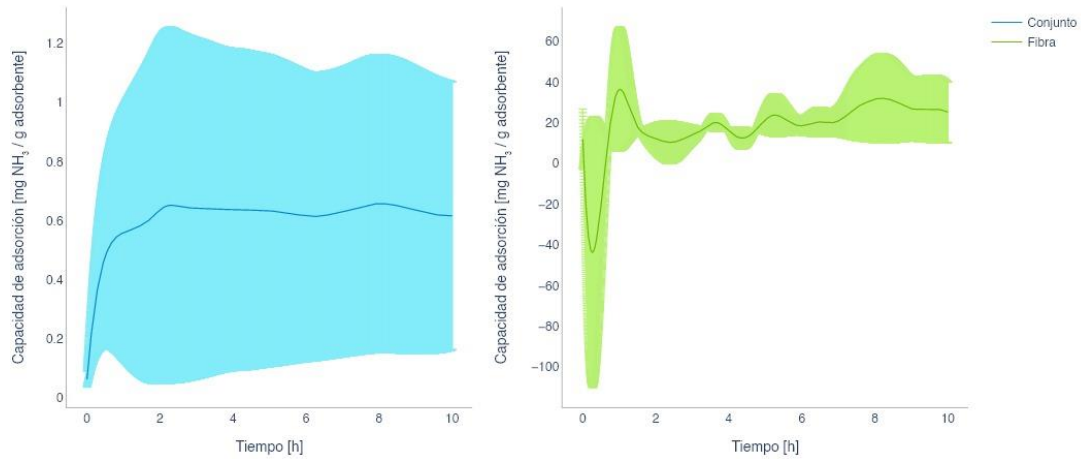


Figura G7. Capacidad de adsorción de NH_3 experimental en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 2.5% XO's y distancia entre electrodos 16cm (A2.5).

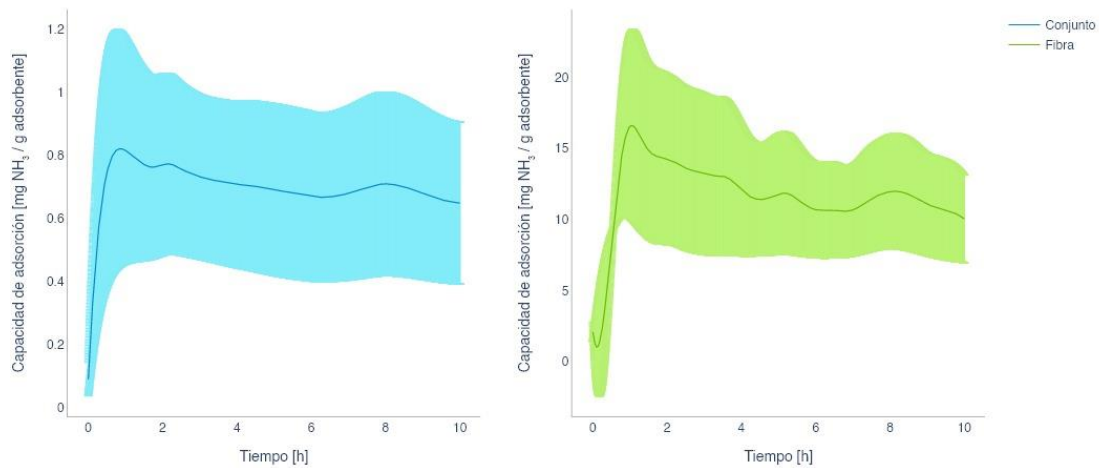


Figura G8. Capacidad de adsorción de NH_3 experimental en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 5% XO's y distancia entre electrodos 10cm (B5.0).

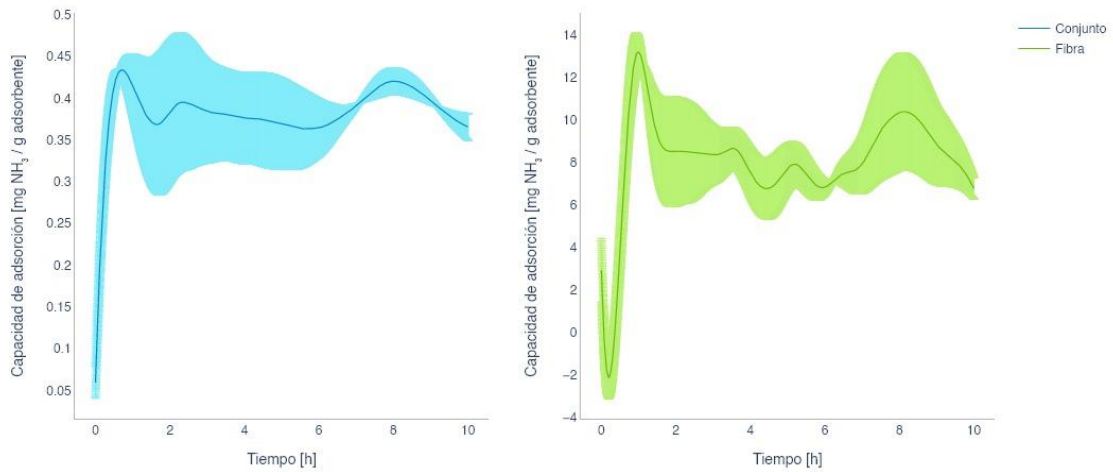


Figura G9. Capacidad de adsorción de NH_3 experimental en función del tiempo para el sistema de soporte y fibra de concentración 5% XO's y distancia entre electrodos 16cm (A5.0).

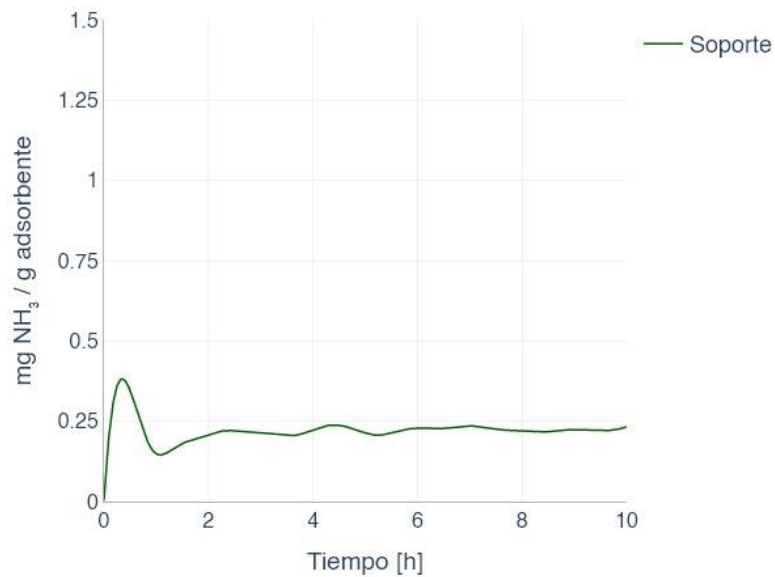


Figura G10. Capacidad de adsorción de NH_3 experimental en función del tiempo para el sistema de soporte sin fibra.

Apéndice F. Regresiones de capacidad de adsorción de conjuntos soporte+fibra y soporte**Tabla H1.***Resultados de las regresiones de cada réplica para el modelo cinético pseudo-primer orden PFO*

Fibra	k_1 [1/min]	q_e [mg NH ₃ / g ads]	R^2
Soporte	0.00051774	0.405569668	-5.398524702
B2.5-1	0.00014724	0.438192402	-115.3337224
B2.5-2	0.00020691	0.787937252	-52.27897181
B5.0-1	-0.00108507	1.338520006	-46.15879782
B5.0-2	0.00086517	0.698006924	-17.86430602
A2.5-1	0.00068043	1.283754525	-25.98700279
A2.5-2	0.00042964	0.327188032	-34.67423745
A5.0-1	0.0009618	0.576938236	-14.44431789
A5.0-2	0.00091292	0.695283297	-13.73513521

Tabla H2.*Resultados de las regresiones de cada réplica para el modelo cinético pseudo-segundo orden PSO*

Fibra	k_2 [mg NH ₃ / g _{ads} min]	q_e [mg NH ₃ / g _{ads}]	R^2
Soporte	1.128497698	0.336762776	-0.118081662
B2.5-1	1.798802417	0.414299446	0.318036873
B2.5-2	0.258615445	0.757986543	0.506900492
B5.0-1	1.89678252	1.009012292	0.022210673
B5.0-2	435.7347979	0.546624421	0.001570669
A2.5-1	0.356147636	1.07368055	0.21333051
A2.5-2	4.948187588	0.292837723	0.062067023
A5.0-1	347.8757649	0.440790463	0.001995198
A5.0-2	454.1462134	0.543034001	0.000953325

Tabla H3.

Resultados de las regresiones de cada réplica para el modelo cinético pseudo-segundo orden revisado rPSO

Fibra	k' [L / g _{ads} min]	q_e [mg NH ₃ / g _{ads}]	R^2
Soporte	150.000004	0.267418	0.005425
B2.5-1	8.453289	0.41956	0.557546
B2.5-2	179.460749	0.76367	0.478231
B5.0-1	1300.853007	1.00773	0.0755
B5.0-2	3733.074836	0.552533	0.119211
A2.5-1	141.810644	1.078588	0.339405
A2.5-2	355.77205	0.292719	0.164147
A5.0-1	892.083144	0.445574	0.139369
A5.0-2	483.864879	0.419439	0.054102

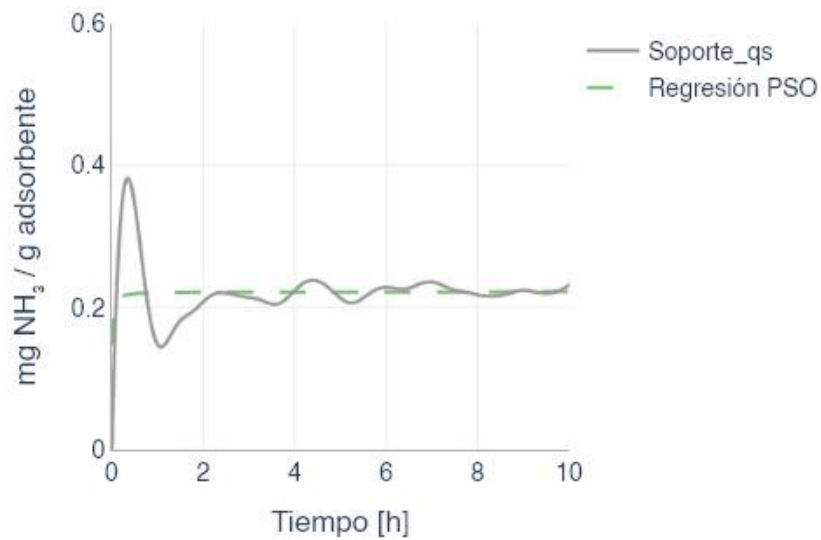


Figura H1. Capacidad de adsorción del soporte en función del tiempo y comparación con la regresión ajustada al modelo cinético PSO. Véanse los parámetros de regresión en la Tabla H2.

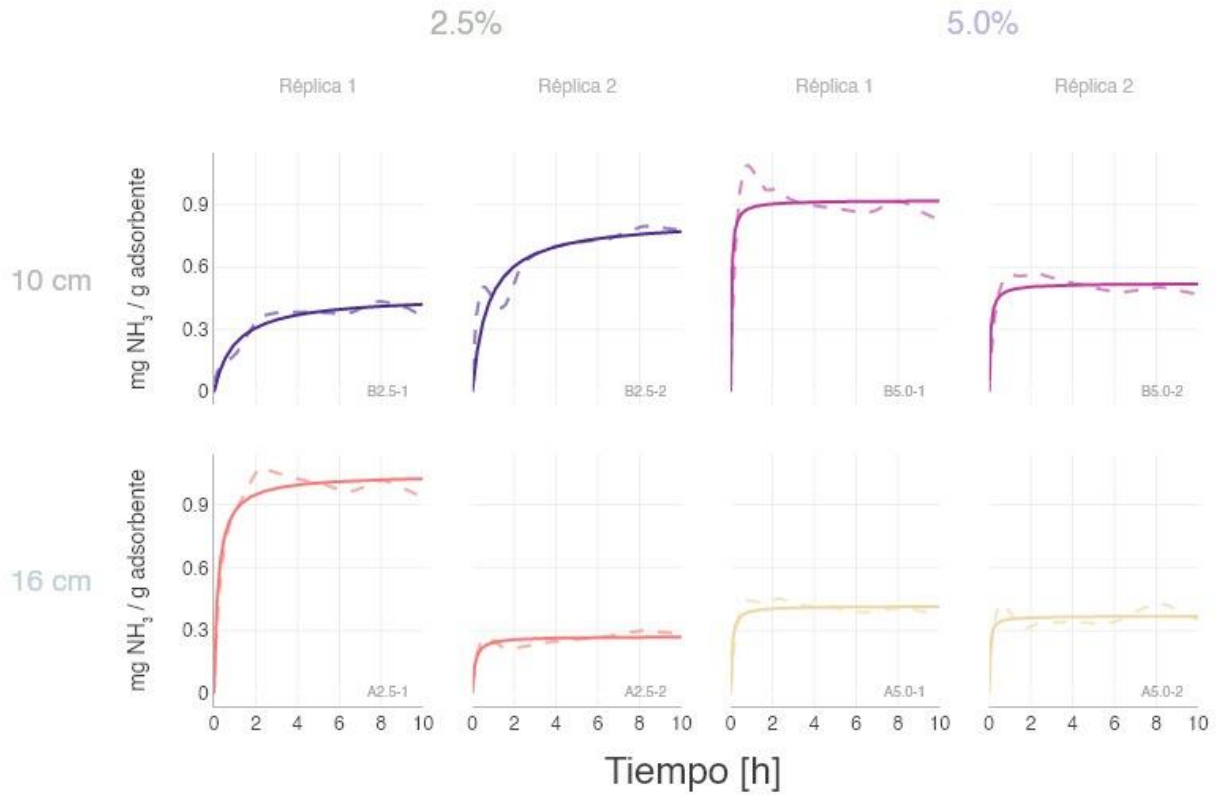


Figura H2. Comparación de las capacidades de adsorción de los conjuntos soporte+fibra en función del tiempo de cada réplica del experimento 2^2 (línea punteada) y su respectiva regresión ajustada al modelo cinético PSO (línea continua). Véanse los parámetros de regresión en la Tabla H2.

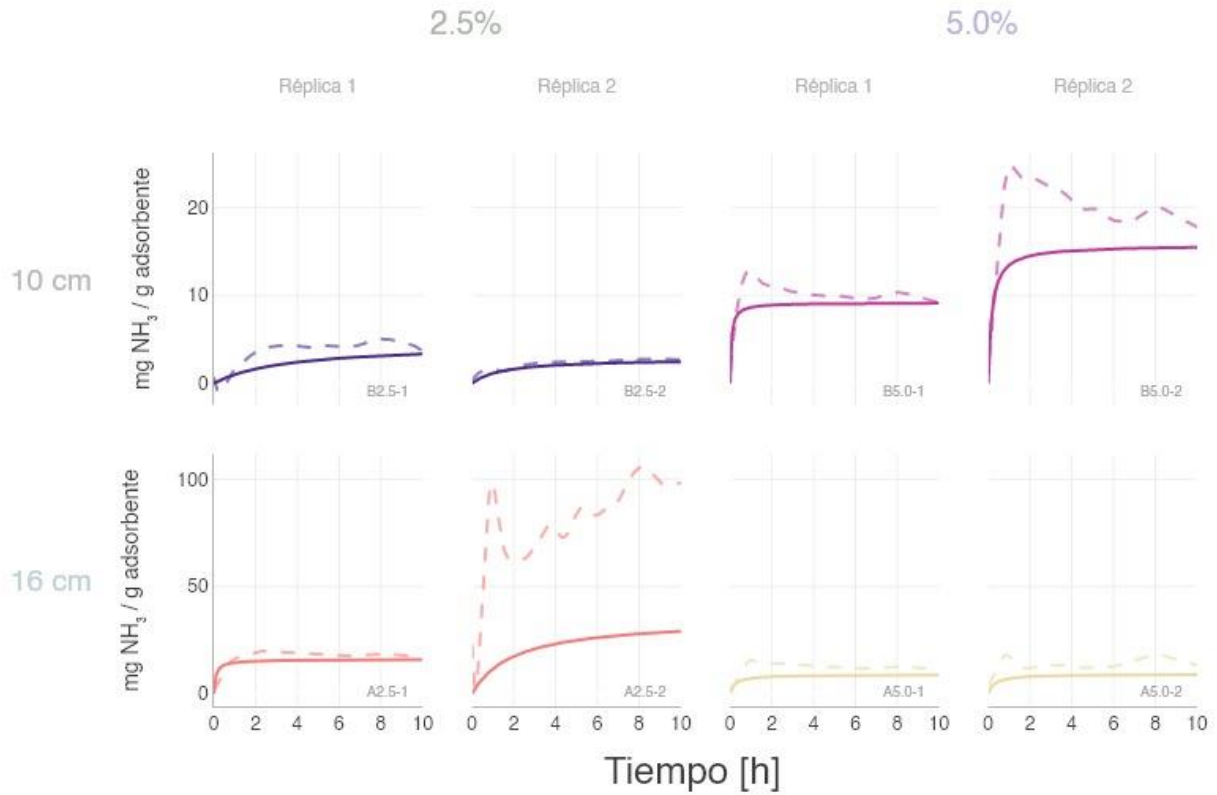


Figura H3. Comparación de las capacidades de adsorción de las fibras en función del tiempo de cada réplica del experimento 2^2 (línea punteada) y su respectiva regresión ajustada al modelo cinético PSO (línea continua). Véanse los parámetros de regresión en la Tabla H2.

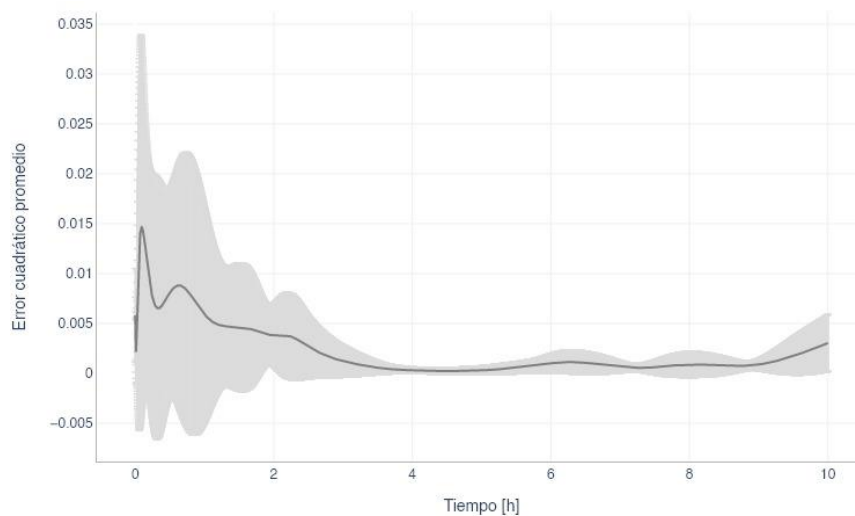


Figura H4. Errores cuadráticos promedio (línea oscura) de las regresiones ajustadas al modelo cinético PSO con respecto a las capacidades de adsorción experimentales con banda de error en función del tiempo (sombreado claro).

Apéndice G. Análisis de varianzas ANOVA

Luego de obtener los resultados, se llevó a cabo un análisis estadístico comparativo utilizando ANOVA de dos factores con un nivel de significancia de 0.05, incluyendo las estadísticas F, los valores de p y las conclusiones derivadas del análisis, siguiendo las bases matemáticas mostradas por (O. Melo et al., 2020).

El objetivo de este análisis es determinar como la distancia entre electrodos y la concentración de xilano XOs afectan varias propiedades de fibras obtenidas mediante el proceso de electrospinning. Las variables de respuesta incluyen el diámetro de las fibras, la capacidad de adsorción con soporte y sin soporte, y la formación de perlas en las fibras.

Para efectos de la lectura de la siguiente memoria de cálculos, considérese la siguiente nomenclatura

Tabla I1

Nomenclatura para la lectura del ANOVA

Tratamiento			Valores factores	
Nomenclatura propia	Nomenclatura ab	Réplicas	Distancia electrodos [cm]	Concentración XOs [%]
B2.5	(1)	2	10	2.50%
B5.0	b	2	10	5%
A2.5	a	2	16	2.50%
A5.0	ab	2	16	5%

Habrá de entenderse de esta nomenclatura que se ha llamado Factor A a la distancia entre electrodos en cm y Factor B a la concentración de XOs en %p/v, como serán escritos en adelante.

Antes del análisis de las variables de respuesta de las fibras, se recogen los resultados de las mediciones de las soluciones poliméricas preparadas para estudio previo, que incluyen la

viscosidad de tasa de corte cero medida por extrapolación del perfil reológico de la solución, la conductividad eléctrica medida con conductímetro electrónico, y el éxito del hilado entendido como el éxito en la obtención de fibras uniformes y suficientes al someter la solución al electrohilado. Los resultados se muestran en la Tabla I2.

Tabla I2

Parámetros de viscosidad, conductividad y éxito de hilado para diferentes concentraciones de solución de XOs

Concentración XOs		2.50%			5.00%			7.50%		
Réplica	Viscosidad cero [mPas]	Conductividad [μS/cm]	Éxito hilado [1 Sí 0 No]	Viscosidad cero [mPas]	Conductividad [μS/cm]	Éxito hilado [1 Sí 0 No]	Viscosidad cero [mPas]	Conductividad [μS/cm]	Éxito hilado [1 Sí 0 No]	
1	205.9	2400	1	684.9	2600	1	93566	1865	0	
2	183.6	2410	1	674.5	2610	1	93566.2	1869	0	
3	--	2420	--	--	2600	--	--	1862	--	
4	--	2410	--	--	2610	--	--	1843	--	
Promedio	194.8	2410	1	679.7	2605	1	93566.2	1859.75	0	
Desviación	16.1	8.2	0.0	130.0	5.8	0.0	22782.0	11.5	0.0	

Dado que la solución de concentración 7.5% p/v XOs no fue apta para la producción de fibras por electrospinning a las condiciones estudiadas, se descartó del estudio y se trabajó con las soluciones conteniendo 2.5% p/v y 5% p/v de XOs. Las cuatro fibras mostradas en la tabla I1 fueron medidas en tres variables de respuesta: el diámetro promedio de las fibras electrohiladas usando un microscopio SEM, la capacidad de adsorción de amoníaco en el equilibrio del conjunto soporte-fibra, usando una regresión ajustada al modelo cinético pseudo segundo orden revisado

rPSO y la capacidad de adsorción de amoníaco en equilibrio de la fibra usando el ponderado de la capacidad de los componentes del conjunto soporte-fibra. Con ello se obtuvieron los resultados mostrados en la tabla I3.

Tabla I3

Resultados de diámetro, y capacidad de adsorción para los tratamientos

Tratamiento				Variables de respuesta	
Nomenclatura propia	Nomenclatura ab	Réplicas	Diámetro [μm]	Capacidad adsorción conjunto [$\text{mg NH}_3 / \text{g soporte+fibra}$]	Capacidad adsorción fibra [$\text{mg NH}_3 / \text{g fibra}$]
B2.5	(1)	1	0.48	0.42	2.61
B2.5	(1)	2	0.97	0.76	2.23
B5.0	b	1	1.16	1.01	9.72
B5.0	b	2	1.16	0.55	14.75
A2.5	a	1	0.47	1.08	16.92
A2.5	a	2	1.05	0.29	14.52
A5.0	ab	1	1.25	0.45	7.89
A5.0	ab	2	1.11	0.42	8.86

A partir de estos resultados se realizaron los cálculos para el análisis de varianzas. Empezando por el cálculo de cada tratamiento, entendido como la suma de la variable de respuesta de todas las réplicas de cada tratamiento (combinación de niveles alto y bajo de los factores en el diseño de experimentos), mostrados de acuerdo a la nomenclatura de la tabla I1. Los valores de los tratamientos para las tres variables de respuesta se consignan en la tabla I4.

Tabla I4

Cálculo de los tratamientos

Tratamiento	Diámetro [μm]	Capacidad adsorción conjunto [mg NH ₃ /g soporte+fibra]	Capacidad adsorción fibra [mg NH ₃ / g fibra]
(1)	1.45	1.18	4.84
ab	2.36	0.87	16.75
a	1.52	1.37	31.44
b	2.32	1.56	24.46

Adicionalmente, se calculó el efecto de los factores en las variables de respuesta, entendiendo el efecto como el incremento o disminución de la variable de respuesta cuando el factor es incrementado en un nivel, teniendo en cuenta la interacción entre los dos factores (es decir, el efecto de aumentar o disminuir los factores a la vez)

Tabla I5

Cálculo de efectos de cada factor e interacción entre ambos

Efecto	Diámetro [μm]	Capacidad adsorción conjunto [mg NH ₃ /g soporte+fibra]	Capacidad adsorción fibra [mg NH ₃ / g fibra]
A	0.03	-0.13	4.72
B	0.43	-0.03	1.23
AB	-0.01	-0.22	-8.58

Así, fue posible ver que el diámetro de las fibras es ligeramente aumentado cuando se incrementa la distancia entre electrodos de 10cm a 16cm con una concentración de XOs constante, pero el efecto es mayor cuando se aumenta la concentración de XOs a una distancia entre electrodos constante. En cambio, si se aumentan o disminuyen al tiempo la distancia entre electrodos y la concentración de XOs, las fibras obtenidas son un poco más delgadas, lo que muestra que la interacción entre los factores es sinérgica, pues se desean obtener fibras delgadas.

En contraste, la capacidad de adsorción de amoníaco del conjunto soporte-fibra parece disminuir con el cambio de cualquiera de los factores por separado o en simultáneo, lo que sugiere que los factores estudiados tienen un efecto indeseable en la obtención de fibras para adsorción de amoníaco, sin embargo, en el caso de las fibras únicamente, el efecto de los factores es diferente, mostrando un incremento considerable cuando la distancia entre electrodos es aumentada de 10cm a 16cm a una concentración de XOs constante, al igual que un incremento cuando se aumenta la concentración de XOs de 2.5% p/v XOs a 5% p/v XOs con una distancia entre electrodos constante, aunque en este caso menor que el incremento visto con el factor A; pero al igual que en el conjunto soporte + fibra, la capacidad de la fibra también se ve disminuida con el aumento de las dos variables de estudio en simultáneo o su disminución, por lo que en este caso la interacción de los factores también es anti sinérgica.

Las diferencias entre la capacidad del conjunto soporte+fibra y la fibra solamente respecto al aumento de los factores estudiados son esperables dado que el soporte no se ve directamente influenciado por los mismos, pues tanto la concentración de XOs en la solución como la distancia entre electrodos son aspectos que afectan al electrospinning al que no está siendo sometido el soporte.

Los efectos calculados en este punto son especulativos, y deben ser sometidos a estadísticos de prueba para verificar que haya diferencias significativas con una hipótesis nula, donde los factores no tienen ninguna influencia en las variables de respuesta, lo cual se hace a partir de este punto.

En primer lugar, se calculó la suma de cuadrados de los efectos en cada variable de respuesta.

Tabla I6*Suma de Cuadrados*

Suma de cuadrados		
Efecto	Diámetro	Capacidad adsorción conjunto
Factor A	1.25E-03	3.22E-02
Factor B	3.64E-01	2.09E-03
Interacción (AB)	8.89E-05	9.75E-02
Total	6.59E-01	6.04E-01
Errores	2.94E-01	4.72E-01

A partir de las sumas cuadráticas se calculan los estadísticos de prueba F con un nivel de significancia 0.05, 4 grados de libertad en el error y uno en cada factor; de los que se obtienen los valores p desde una función de probabilidad de distribución normal de dos colas, que arroja las conclusiones sobre la relación entre los factores y las variables de respuesta, todo esto consignado en las tablas I7 a I8.

Tabla I7*Resultados estadísticos del ANOVA para el diámetro de las fibras*

Factor	Suma cuadrada	Grados libertad	Media cuadrados	F ₀	F _{crítico}	p
A	1.25E-03	1	1.25E-03	1.70E-02	7.71	0.9025
B	3.64E-01	1	3.64E-01	4.95E+00	7.71	0.0901
AB	8.89E-05	1	8.89E-05	1.21E-03	7.71	0.9739
Error	2.94E-01	4	7.35E-02			
Total	6.59E-01	7				

El análisis de varianza muestra aquí que no hay evidencia estadística para rechazar la hipótesis nula, por tanto, se concluye aquí que no existe una relación entre la distancia entre electrodos en el electrohilado, la concentración de XOs y el diámetro de las fibras obtenidas, al

menos en el intervalo de valores estudiado. Otras concentraciones de XOs en la solución polimérica y otras distancias entre electrodos podrían tener una incidencia, pero esas conclusiones se salen del alcance del presente trabajo.

Tabla I8

Resultados Estadísticos del ANOVA para la capacidad de adsorción de amoníaco del conjunto soporte-fibra

Factor	Suma cuadrada	Grados libertad	Media cuadrados	F ₀	F _{crítico}	p
A	0.03	1	0.03	0.27	7.71	6.29E-01
B	0.00	1	0.00	0.02	7.71	9.01E-01
AB	0.10	1	0.10	0.83	7.71	4.15E-01
Error	0.47	4	0.12			
Total	0.60	7				

Los valores p muestran que no hay evidencia para rechazar la hipótesis nula tampoco en el caso de las capacidades de adsorción de amoníaco de los conjuntos soporte + fibra. Por tanto, las afirmaciones que se hicieron anteriormente sobre los efectos de la distancia entre electrodos y la concentración de XOs sobre la capacidad de adsorción no tienen suficiente evidencia estadística para ser considerados y, en su lugar, se concluye que el soporte tiene una incidencia en el fenómeno suficientemente grande como para que el conjunto no se vea afectado por las diferencias entre las fibras producidas por los cambios en los factores A y B.