

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO

FACULTAD DE INGENIERIA QUÍMICA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**“TRATAMIENTO DEL AGUA RESIDUAL DEL
DESAMARGADO DEL TARWI (*lupinus mutabilis*)
MEDIANTE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO”**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE
INGENIERO QUÍMICO

HINDLER HUAMÁN TORREJÓN

ALFREDO CHOCCARE HUISA

ASESOR

ING. JUAN TAUMATURGO MEDINA COLLANA

Callao, Julio, 2017

PERÚ

PROLOGO DEL JURADO

El presente informe fue Expuesto por el bachiller **HUAMAN TORREJON HINDLER y CHOCCARE HUISA ALFREDO** ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes profesores ordinarios:

ING. LAZO CAMPOSANO ROBERTO	: PRESIDENTE
ING. GUTIERREZ CUBA CESAR	: SECRETARIO
ING. HERRERA SANCHEZ SONIA ELIZABETH	: VOCAL
ING. MEDINA COLLANA JUAN TAUMATURGO	: ASESOR

Tal como está asentado en el libro de actas N° 2 de Tesis Folio N°91 y Acta N° 274 de fecha **VEINTICINCO DE JULIO DE 2017**, para la obtención del título profesional de Ingeniero Químico en la modalidad de Titulación por Tesis, de conformidad establecido por el reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución N° 082-2011-CU de fecha 29 de abril de 2011, Resolución N° 221-2012-CU de fecha 19 de setiembre de 2012

DEDICATORIA

La investigación que presentamos es el resultado del enorme, arduo y constante sacrificio por mejorar nuestra condición personal en búsqueda de la superación personal y de la calidad profesional.

A nuestro Dios por regalarnos la dicha de vivir, por darnos la salud y la oportunidad de culminar esta etapa de nuestras vidas.

Dedicamos también el presente trabajo a todos los que participaron en cada fase del proyecto desde el planteamiento, desarrollo experimental e informe del proyecto, de manera especial a nuestros padres: Segundo Juan Huamán Mendoza, Sara Torrejón López, Alfredo Choccare Ccaccya y Luz Belia Huisa Solano.

Por ser nuestra fortaleza moral y espiritual para poder afrontar cada reto que la vida nos da, por el amor que nos dan y su apoyo incondicional.

AGRADECIMIENTO

Expresamos nuestros sinceros agradecimientos:

A la universidad Nacional del Callao (UNAC), presente a través del Laboratorio de Investigación de pregrado y al Laboratorio de Operaciones y Procesos Unitarios (LOPU) a representados por los profesores Q.F. Walter Armando Tapia Chacaltana, por habernos brindado sus conocimientos técnicos en el análisis de sustancias alcaloidales; e Ing. Bernardino Ramírez Durand , por permitirnos realizar las pruebas experimentales en LOPU. Al Instituto de Investigación de Especialización en Alimentos (IIEA), por intermedio del Laboratorio de Análisis Químicos y a la directora Ing. Carmen Mabel Luna Chávez por el apoyo con los equipos, materiales e instalaciones del instituto para los análisis fisicoquímicos concernientes al desarrollo del proyecto de tesis. A VIOPERU E.I.R.L representado por los Sres. Jorge Mayeda y Jorge Cabrera gracias al financiamiento del proyecto en convenio con el Fondo para la Innovación, la Ciencia y la Tecnología (FINCYT) del Ministerio de la Producción y la UNAC representado por la Ing. Zoila Margarita Díaz Córdova. Al Ing. Juan Medina Collana por su constante apoyo y valiosa colaboración mediante la asesoría, aportes técnicos y logísticos desde la creación del proyecto de tesis hasta la terminación del proyecto. A nuestros padres y familiares de manera especial por darnos la fortaleza durante todo el tiempo de estudios para lograr terminar la carrera y poder concluir el proyecto e informe de tesis. En general agradecemos enormemente a todos los practicantes del IIEA, colegas profesionales, e instituciones que nos permitieron terminar este trabajo de investigación.

ÍNDICE

I. PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACION	9
1.1. Identificación del problema.....	9
1.2. Formulación de problemas	11
1.2.1 Problema General.....	11
1.2.2 Problemas específicos	11
1.3. Objetivos de la investigación.....	11
1.3.1 Objetivo General	11
1.3.2. Objetivos Específicos	11
1.4. Justificación	12
1.4.1 Justificación legal.....	12
1.4.2 Justificación económica.....	12
1.4.3 Justificación teórica	13
1.5. Importancia	14
II. MARCO TEÓRICO	15
2.1. Antecedentes	15
2.1.1. Tratamiento del agua de desamargado del tarwi.....	15
2.1.2. Proyecto Bionitrate.....	15
2.2. Marco conceptual	17
2.2.1. Alcaloides principales en el tarwi (<i>lupinus mutabilis</i>)	17
2.2.2. Parámetros de calidad de aguas	18
2.2.3. Tecnologías de tratamiento de aguas residuales	19
2.2.4. Resinas de intercambio iónico	19
2.2.5. Principales tipos de resinas sintéticas	19
2.2.6. Propiedades de los intercambiadores iónicos y factores que los afectan...20	
2.2.7. Etapas del proceso en la columna de intercambio iónico.....	21
2.2.8. Determinación de la capacidad de resina	22
2.2.9. Descripción del proceso de desamargado del tarwi	22
2.2.10. Extracción y aislamiento de alcaloides	24
2.3. Definición de términos básicos.....	24
2.3.1. Alcaloides.....	24
2.3.2. Intercambio iónico.....	24
2.3.3. Selectividad de las resinas de intercambio iónico.....	24

2.3.4.	Capacidad de resina de intercambio iónico.....	25
2.3.5.	Cromatografía en capa fina.....	25
2.3.6.	Espectrofotometría UV-visible.....	25
2.3.7.	Espectrofotometría IR.....	26
III.	VARIABLES E HIPOTESIS	27
3.1	Variables de la investigación.....	27
3.2	Operacionalización de variables.....	28
3.3	Hipótesis General e Hipótesis Específicas.....	29
3.3.1	Hipótesis General.....	29
3.3.2	Hipótesis Específicas.....	29
IV.	METODOLOGÍA.....	30
4.1.	Tipo de investigación.....	30
4.2.	Diseño de la investigación.....	30
4.3.	Población y muestra.....	32
4.4.	Técnicas e Instrumentos de recolección de datos.....	32
4.4.1	Materiales.....	32
4.4.2.	Descripción de la generación de aguas residuales mediante el equipo experimental de desamargado (D-140).....	35
4.4.3.	Descripción de las etapas de recolección de aguas residuales del proceso de desamargado de tarwi.....	36
4.4.4.	Métodos de análisis.....	39
6.5.	Procedimientos de recolección de datos.....	51
6.6.	Procesamiento estadístico y análisis de datos.....	53
4.6.1	Procesamiento estadístico.....	53
4.6.2	Análisis de datos.....	54
V.	RESULTADOS	56
5.1.	Resultados en los parámetros de operación del equipo de desamargado de tarwi (equipo D-120 ver Anexo 9).....	56
5.2.	Niveles establecidos de las variables independientes.....	57
5.3.	Prueba cualitativa.....	57
5.3.1.	Con el reactivo de Dragendorff.....	57
5.3.2.	Con el reactivo de Mayer.....	58
5.3.3.	Con el reactivo de Wagner.....	59
5.4.	Resultados de los espectros FT IR del estándar de lupanina y de las muestras de agua tratadas mediante resinas de intercambio iónico.....	59

5.5.	Curva de calibración mediante espectrofotometría UV-visible usando patrón del alcaloide quinolizidínico Lupanina.	61
5.6.	Cuantificación de las concentraciones C1, C2 y C3 en ppm de lupanina de las aguas residuales del proceso de desamargado del lupino, mediante cromatografía de capa fina y espectrofotometría UV-visible.	63
5.6.1.	Resultaos de la cromatografía de capa fina.	63
5.6.2.	Resultados del espectrofotómetro UV-visible y cálculo de las concentraciones del agua residual C1, C2 y C3 en ppm de lupanina.	64
5.7.	Resultados de conductividad, sales, sólidos totales disueltos y pH en las muestras de agua residual de concentración C1, C2 y C3.	66
5.8.	Resultados de conductividad, pH, solidos totales disueltos de las nueve muestras de agua obtenidas del tratamiento de agua residual.	66
5.9.	Resultados de la dureza de las aguas residuales de concentración C1, C2, C3 y de las nueve muestras tratadas mediante resinas de intercambio iónico.	68
VI.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	69
6.1.	Contrastación de hipótesis con los resultados.	69
6.1.1.	Pruebas cualitativas.	69
6.1.2.	Concentración y parámetros físicoquímicos.	70
6.2.	Contrastación de resultados con otros estudios similares.	71
VII.	CONCLUSIONES.	72
VIII.	RECOMENDACIONES.	73
9.1.	En el Agua residual.	73
9.2.	En el empleo de carbón activado.	73
9.3.	En el empleo de resinas iónicas.	73
9.4.	En cromatografía.	74
9.5.	En espectrofotometría UV –visible.	74
9.6.	En espectrofotometría TF IR.	74
IX.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	76
X.	ANEXOS.	79

INDICE DE FIGURAS

CAPITULO II

FIGURA N° 2.1 Diagrama de bloques del proceso de desamargado del tarwi.....	28
---	----

CAPITULO III

FIGURA N° 3.2 Relación de las variables de investigación.....	32
---	----

CAPITULO IV

FIGURA N° 4.1 Diseño de Investigación.....	36
--	----

FIGURA N° 4.2 Equipo experimntal D-120 de desamargado de tarwi.....	41
---	----

FIGURA N° 4.3 Hidratación de granos de granos de tarwi en el equipo D-120.....	42
--	----

FIGURA N° 4.4 Cocción de granos de tarwi en el equipo D-120	43
---	----

FIGURA N° 4.5 Lavado de granos de tarwi en el equipo D-120.....	43
---	----

FIGURA N° 4.6 Placa silicagel F254.....	45
---	----

FIGURA N° 4.7 Espectrofotómetro FT IR.....	49
--	----

FIGURA N° 4.8 Espectrofotómetro UV-visible.....	51
---	----

CAPITULO V

FIGURA N° 5.1 Prueba con R. Dragendorff de aguas residuales tratadas	63
--	----

FIGURA N° 5.2 Prueba con R. Mayer de aguas residuales tratadas.....	63
---	----

FIGURA N° 5.3 Prueba con R. Wagner de aguas residuales tratadas	64
---	----

FIGURA N° 5.4 Espectro FT IR – ATR del estandar lupanina	64
--	----

FIGURA N° 5.5 Espectro FT IR – ATR de agua residual tratada muestras 1,2 y 3	65
--	----

FIGURA N° 5.6 Espectro FT IR – ATR de agua residual tratada muestras del 3 al 9.....	65
--	----

FIGURA N° 5.7 Placa de las muestras de agua residual revelada con R. Dragendorff.....	69
---	----

INDICE DE TABLAS

CAPITULO II

TABLA N° 2. 1 Rango de medición del equipo multiparámetro POCKETESTER.....	53
--	----

CAPITULO IV

TABLA N° 4. 1 Rango de medición del equipo multiparámetro POCKETESTER.....	53
TABLA N° 4.2 Propiedades fisicoquímicas de las resinas iónicas	56
TABLA N° 4.3 Definición de las variables y sus niveles	57
TABLA N° 4.4 Arreglo ortogonal de experimentos	58
TABLA N° 4.5 Tipo de las variables de investigación.....	59

CAPITULO V

TABLA N° 5. 1 Valores de los niveles de las variables	62
TABLA N° 5. 2 Disoluciones para obtener la curva de calibración estandar	66
TABLA N° 5. 3 Lecturas de concentración&absorbancia de las soluciones estandar de lupanina.....	67
TABLA N° 5. 4 Resultados de la concentración Vs absorbancia de las muestras de agua residual.....	70
TABLA N° 5. 5 Concentraciones C1, C2 y C3 del agua residual.....	71
TABLA N° 5. 6 Parámetros de conductividad, STD, sales y pH de agua residual	71
FIGURA N° 5.7 Parámetros de conductividad, STD, sales y pH de agua tratada	72
FIGURA N° 5.8 Dureza de las muestras de agua residual y tratada mediante resinas de intercambio iónico	73

RESUMEN

En el proceso de desamargado de tarwi se emplea grandes volúmenes de agua potable y las aguas residuales generadas son vertidas a los conductos de alcantarillado sin recibir ninguna clase de tratamiento previo, estas aguas contienen alcaloides quinolizidínicos desprendidos durante el proceso de desamargado. Por lo tanto como objetivo principal de nuestra investigación determinamos las condiciones de tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.

El diseño experimental consta de 3 variables independientes: concentración del alcaloide lupanina, flujo del agua residual y tipo de resina catiónica. Para el estudio consideramos solo la lupanina, puesto que es el principal alcaloide presente en el tarwi (60% de alcaloides totales). Para generar las muestras de agua residual usamos un equipo construido para el proceso de desamargado, el cual se realizó en 3 etapas: la hidratación 4h, la cocción 1h 30 min y la última etapa de lavado 18-20h. El agua residual se obtuvo en la etapa de cocción y lavados debido a que el agua de hidratación favorece la formación de carga microbiológica, impidiendo un óptimo tratamiento del agua residual.

El análisis de alcaloides en el agua tratada fue realizado por dos métodos. El primer método cualitativo, empleando reactivos de precipitación de alcaloides como: Dragendorff, Wagner y Mayer, sin obtener precipitado alguno en los diferentes casos. El segundo método fue por espectrofotometría FT IR, comparamos los espectros del agua tratada y de una solución patrón de lupanina, los resultados fueron diferentes espectros. Por lo tanto concluimos que las resinas catiónicas

eliminan los alcaloides del agua residual. Además, otros parámetros importantes que fueron modificados en el tratamiento del agua residual son: la dureza, la conductividad, el pH, las sales y los STD.

ABSTRACT

In the tarwi debarking process, large volumes of drinking water are used and the wastewater generated is discharged to the sewage ducts without receiving any kind of pretreatment. These waters contain quinolizidine alkaloids released during the desanding process. Therefore, as the main objective of our research, we determined the treatment conditions by ion exchange resins of the tarwi desamargado residual water.

The experimental design consists of 3 independent variables: lupanine alkaloid concentration, residual water flow and cationic resin type. For the study we consider only lupanine, since it is the main alkaloid present in tarwi (60% of total alkaloids). To generate the samples of waste water we used a team built for the desanding process, which was performed in 3 stages: hydration 4h, cooking 1h 30 min and the last washing stage 18-20h. The residual water was obtained in the cooking and washing stage because the water of hydration favors the formation of microbiological load, preventing an optimal treatment of the residual water.

Analysis of alkaloids in the treated water was performed by two methods. The first qualitative method, using precipitating reagents of alkaloids as: Dragendorff, Wagner and Mayer, without obtaining any precipitate in the different cases. The second method was by FT IR spectrophotometry, we compared the spectra of the treated water and a standard solution of lupanine, the results were different spectra. Therefore we conclude that the cationic resins remove the alkaloids from the wastewater. In addition, other important parameters that were modified in the treatment of residual water are: hardness, conductivity, pH, salts and STDs.

I. PLANTEAMIENTO DE LA INVESTIGACION

1.1. Identificación del problema

Como alternativa al vertido, la recuperación y reutilización del agua de los efluentes industriales se está viendo cada vez más como la mejor opción por muchas empresas. En la industria, en general, uno de los objetivos principales es el ahorro en el consumo del agua. Idealmente sería lo mejor reciclar toda el agua que se va utilizando, con el objetivo de evitar un gasto por el consumo de suministro agua en la planta; sin embargo, es necesario hacer varias consideraciones dentro de las cuales se encuentran las que se refieren a los costos de tratamiento del agua residual para eliminar los contaminantes y dejarla con la calidad necesaria para que pueda ser regresada al proceso. A medida que se requiere un agua con menos contaminantes las etapas del proceso de tratamiento serán más numerosas y probablemente implica un mayor costo. Por otro lado el agua residual debe ser tratada para cumplir con la legislación ambiental del lugar que norma la calidad del agua para luego ser dispuesta al drenaje municipal, ríos mares y otros cuerpos.

En la actualidad existen procesos de tratamiento de alimentos que tienen el propósito de eliminar sustancias tóxicas del tarwi, porque no permiten su consumo directo. Gade (1969) y Palma (1981) indican que el tarwi presenta inconvenientes por el contenido de un grupo de alcaloides quinolizidínicos, entre los que sobresalen la Lupanina y la esparteína. Se ha desarrollado tecnologías simples para librar de los alcaloides al tarwi, basados en técnicas que los mismos campesinos conocen, que seguramente seguirá utilizándose hasta que no se demuestre una tecnología

alternativa para el desamargado o se obtengan variedades del lupino libres de alcaloides.

En el Perú se desarrollaron investigaciones en una planta industrial en la granja k'aira- cuzco, el sistema investigado es bastante simple que incluye etapas como: hidratación, cocción (lejía), lavado mecánico, secado (energía solar).

Existen otras investigaciones que usan el mismo proceso de desamargado del tarwi que usan el agua como disolvente de los alcaloides, pero incorporando considerables mejoras en el tiempo y ahorro de energía en las etapas de hidratación, cocción y lavado. En la etapa de lavado se logra eliminar en un alto porcentaje los alcaloides del tarwi, debido a la estructura química que presentan los alcaloides (forma de sales) que permiten ser disueltos en solventes polares como el agua.

En la actualidad, el agua residual generada en la etapa del lavado del tarwi (*lupinus mutabilis*) en general, no recibe tratamiento en el Perú. En otros países como el Ecuador se realizaron investigaciones para reutilizar el agua residual del desamargado del tarwi, el cual consta de varias etapas: tratamientos primarios (sedimentación, floculación, filtración, separación de grasas y aceites, neutralización), tratamientos secundarios (sistemas aerobios, lagunas de estabilización, lagunas aireadas, filtros biológicos, lodos activados), para lograr obtener un agua de calidad para su reutilización en el proceso de desamargado. En esta investigación propusimos un tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi mediante resinas de intercambio iónico, para lo cual se estudiaron la capacidad de intercambio y el coeficiente de selectividad.

1.2 Formulación de problemas

1.2.1 Problema General

¿Cómo debe ser el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi (*lupinus mutabilis*)?

1.2.2 Problemas específicos

- a) ¿Cuál es la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi?
- b) ¿cuál es el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi?
- c) ¿Cuál es el tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi?

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo General

Determinar las condiciones del tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.

1.3.2. Objetivos Específicos

- a) Determinar la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.

- b) Determinar el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambió iónico del agua residual del desamargado del tarwi.
- c) Determinar el tipo de resina de intercambió iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.

1.4. Justificación

Las razones que justifican la investigación propuesta son las siguientes:

1.4.1 Justificación legal

Según el DECRETO SUPREMO N° 021-2009-VIVIENDA

Que las descargas de aguas residuales no domesticas en la red de alcantarillado sanitario contienen concentraciones elevadas de sustancias contaminantes o toxicas que deben ser reguladas, controladas y fiscalizadas, a fin de evitar el deterioro de las instalaciones, infraestructura sanitaria, maquinarias y equipos, disminuyendo los costos de su operación y mantenimiento, y evitando el deterioro de los proceso de tratamiento de las aguas residuales

Que por otro lado la presencia de sustancias nocivas en concentraciones elevadas en las aguas residuales que descargan a las redes de alcantarillado pone en peligro la salud de los seres humanos

1.4.2 Justificación económica

Actualmente la recuperación de materias primas es un objetivo de las empresas, cada vez más preocupadas por aumentar su productividad y minimizar sus pérdidas. En el sector de las industrias agroalimentarias se presenta por lo general un elevado

volumen de aguas residuales, el consumo de grandes cantidades de agua debido a las múltiples etapas de lavado también es significativo, en lo que respecta a sus posibilidades de reutilización en los procesos industriales son muy variados y diversos, la no reutilización de aguas residuales provenientes del desamargado de tarwi significan una gran pérdida económica por lo que reutilizarla y recircularla en el proceso un sin número de veces representan una forma sostenible de administrar los recursos y elementos de servicio .

1.4.3 Justificación teórica

En el proceso de desamargado se elimina un gran porcentaje de alcaloides, por lo que al ser eliminadas estas sustancias toxicas indiscriminadamente en los diferentes cuerpos acuíferos, contribuyen al proceso de contaminación ambiental, sin embargo, la mayoría de instituciones involucradas con las aguas residuales, aún no han incorporado la opción del reusó por diversas razones. El tratamiento de aguas residuales mediante resinas de intercambio iónico es una tecnología que se empleó para aislar y purificar el agua de compuestos orgánicos, así como para recuperar dichos componentes de las aguas residuales que los contienen, reduciendo drásticamente su carga contaminante. Constituye por lo tanto una tecnología que bien puede clasificarse dentro de las llamadas tecnologías “sostenibles”, tecnologías que permiten hermanar el desarrollo industrial con la preservación del Medio Ambiente, fuente primaria de todo bienestar.

1.5 Importancia

Con la necesidad de desarrollar nuevas tecnologías para la recuperación de recursos empleados en las industrias y mantener un equilibrio entre los recursos renovables y no renovables, el tratamiento y reutilización de aguas residuales viene siendo una alternativa muy aceptada en la actualidad, corresponde tomar medidas para el tratamiento del agua residual puesto que de lo contrario su uso desmedido representaría una acumulación excesiva de desechos vertidos en las masas de agua contribuyendo a la contaminación y al actual estado de escases en recursos hídricos. Debido a la composición de aguas residuales y su carácter tóxico además de la biodegradación típica que sufren, generando emanaciones de gases desagradables, y la preocupación por aminorar la contaminación de estos aumenta el interés por parte de autoridades públicas e industrias, ya que su futura escasez es el principal temor y preocupación social. El empleo de aguas tratadas para diversos usos es posible debido a los avanzados métodos existentes, como los realizados con filtros de arena carbón activado, lagunas de oxidación, coagulación, electrodiálisis cloración osmosis inversa y deionización. Por lo antes indicado, nos centramos en la presente investigación en el tratamiento del agua residual de desamargado de tarwi (*lupinus mutabilis*) con el objetivo de obtener un efluente de mejor calidad fisicoquímica y organoléptica para ser reutilizado en los subsiguientes procesos de desamargado, contribuyendo en la mejora de la productividad de la nascente industria de tarwi.

II. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes

2.1.1. Tratamiento del agua de desamargado de tarwi

Jarrin (2003) realizó el Tratamiento del agua de desamargado de tarwi (*Lupinus mutabilis sweet*), en el que se planteó como objetivo investigar las propiedades toxicológicas de los alcaloides quinolizidínicos del tarwi, buscar un tratamiento adecuado para reutilizar el agua utilizada y evitar la contaminación del ambiente. En base a métodos de la AOAC, complexométrico, colorimétrico, espectrofotométrico, se realizó la caracterización físico - química del agua de desamargado de tarwi, con lo que se concluye que no es apta para ser utilizada en forma permanente como agua de riego debido a su pH ligeramente ácido, elevada dureza, contenido de bicarbonatos, cloruros, y un valor de 3.17 ppm para la relación DQO/DBO5.

A través de diferentes tratamientos aplicados al agua de cocción del tarwi, se determinó que el tratamiento de aguas residuales con resinas de intercambio iónico, permitió disminuir notablemente el contenido de alcaloides. La relación DQO/DBO, en el agua tratada disminuyó a un valor de 1.35, mostrando una recuperación en la disponibilidad de oxígeno. El beneficio ambiental alcanzado es inestimable, puesto que se logra retener el 99.8% de alcaloides generados en el proceso.

2.1.2. Proyecto Bionitrate

Arellano (2009) en el Proyecto Bionitrate estudió una nueva tecnología para la eliminación de nitratos en aguas mediante resinas de intercambio iónico, las resinas de intercambio iónico empleadas para la eliminación de nitratos del agua que

generan un residuo tras su agotamiento el cual contiene una mezcla de cloruro sódico, más los nitratos retenidos, y que condiciona su gestión en forma de residuo. En este proyecto se modifica la forma iónica de la resina regenerándola con productos distintos a la sal común y que interesan por su composición en elementos nutritivos para los organismos autótrofos. Con el proyecto Bionitrate, los nitratos son recuperados y el eluato de regeneración es apto para su uso como fertilizante, para fertirriego, o como aportación complementaria de nutrientes en procesos de depuración biológica. La eliminación de nitratos en agua es complicada mediante sistemas químicos de precipitación debido a que es un ión altamente soluble y estable en disolución.

Los parámetros óptimos de operación para obtener un máximo rendimiento de la resina, como hemos visto son la concentración y el volumen de disolución regenerante así como la velocidad del flujo a través de la resina. El principal problema derivado de este proceso de desnitrificación es la generación de un residuo (eluato), tras el proceso de regeneración, que contiene una mezcla salina de cloruro sódico con nitratos y que, por todo lo visto, no puede emplearse como fertilizante para las plantas, condicionado su gestión en forma de residuo. Durante el mes de diciembre de 2007 se procedió a la desnitrificación del agua, mezcla de diferentes pozos, en las instalaciones de Aigües de Mataró, en el municipio de Mataró, Barcelona. El proceso de desnitrificación se llevó a cabo con una planta piloto formada por 1 columna de 305mm de diámetro y 1220 mm de altura, cargada con 50L con una resina de intercambio iónico Purolite, intercambiador aniónico fuertemente básico.

2.2. Marco conceptual

2.2.1. Alcaloides principales en el tarwi (*lupinus mutabilis*)

La Lupanina y esparteína son los principales alcaloides presentes en casi todas las especies de lupinos silvestres (Wink, 1993).

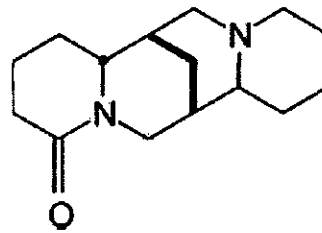
TABLA N° 2.1
RELATIVO DE ALCALOIDES INDIVIDUALES CONTENIDO EN
MUESTRAS DE LEGUMINOSAS

sample	Total alkaloids g/100 g seed	relative alkaloids contents (% of total alkaloids)			
		Sparteine	Lupanine	4-Hydroxy-lupanine	13-Hydroxy-lupanine
555-10*	0.163	15.3	41.7	8.6	24.5
557-11*	0.217	21.7	44.7	7.8	16.6
Castañal*923	0.288	31.9	36.8	4.2	21.9
SA 140-*7-2-7 D	0.323	6.2	56.3	5.3	20.1
142-7-11-*4 C	0.332	7.5	66.0	5.4	13.0
582-4*	0.371	2.7	64.2	4.0	19.7
558-2*	0.370	3.8	62.7	4.9	20.3
582-2*	0.400	2.3	70.5	3.8	18.3
SCG-9*	3.206	7.2	70.2	7.0	9.5
Line 12**	3.500	21.2	42.7	15.5	10.3
Huancayo*** (1976)	3.249	11.3	49.3	9.5	20.2
South-Peru*** (1978)	4.539	4.5	70.4	10.8	7.3
Origin of samples:	* Campex, Temuco-Chile				
	** Inra, Lusignan-France				
	*** Proyecto Lupino, Lima-Perú				

Fuente: Institut fuer Humanernaehrung und Lebensmittelkunde Christian-Albrechts-Universitaet.

- **Lupanina**

La Lupanina es un alcaloide que se encuentra en mayor concentración en el tarwi, su fórmula estructural $C_{15}H_{24}N_2O$, tiene un peso molecular de 248.36 g/mol, es soluble en agua, cloroformo, éter y alcohol e insoluble en éter de petróleo (Jarrín P, 2003).



Estructura molecular de la Lupanina

2.2.2. Parámetros de calidad de aguas

Antes de proceder a una descripción de los procesos disponibles para mejorar la calidad de las aguas, es conveniente revisar los parámetros utilizados para definir su calidad. Los parámetros se pueden clasificar en cuatro grandes grupos: físicos, químicos, biológicos y radiológicos (Rigola, 1989).

CUADRO N° 2.1

PARAMETROS FISICOS Y QUIMICOS DEL AGUA

Parámetros físicos:	Parámetros químicos:
Color	pH
Turbidez	dureza
Conductividad y resistividad	Sulfatos, nitratos
Sabor y olor	Bicarbonatos, carbonatos, etc.

Fuente: elaboración propia

2.2.3. Tecnologías de tratamiento de aguas residuales

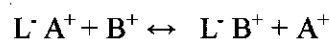
Cualquier proceso puede ser útil en la separación o eliminación de uno o más contaminantes presentes en el agua. Los podemos clasificar en dos grandes grupos (Nachod F. C., 2012).

- Tecnologías de tipo físico: filtración, decantación, ultrafiltración, ósmosis inversa, evaporación, stripping, etc.
- Tecnologías de tipo químico: oxidación, reducción, insolubilización.

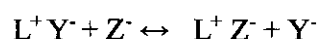
2.2.4. Resinas de intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico están formadas por esferas de 0,3 a 1,2 mm de diámetro. Su material de fabricación suele ser un copolímero de estireno y divinilbenceno, y que tiene en su estructura molecular, radicales con naturaleza ácida o alcalina que son capaces de permutar iones fijados previamente a estos puntos activos por atracciones electrostáticas (Gruyter, 1991).

- Intercambiador catiónico, tiene sitios aniónicos negativos con cationes A^+ electrostáticamente ligado pero libre de someterse a intercambio con cationes B^+ , de acuerdo a la siguiente ecuación:



- Intercambiador aniónico, tienen sitios de cationes positivos con aniones Y^- otra vez ligado electrostáticamente, pero libre a someterse a intercambio con aniones Z^- , de acuerdo a la siguiente situación.



2.2.5. Principales tipos de resinas sintéticas

- a) Resinas catiónicas fuertes

Son capaces de eliminar todos los cationes del agua, presentan una máxima selectividad para los cationes trivalentes. La velocidad de intercambio es rápida y de poca fuga iónica. Son muy estables y pueden durar hasta 20 años o más. Las resinas catiónicas aguantan temperaturas de más de 100°C.

b) Resinas catiónicas débiles

Captan el calcio y el magnesio de la alcalinidad bicarbonatada. No operan a pH inferior a 7, necesitando una acción tamponante. Su capacidad es aproximadamente el doble de la catiónica fuerte.

c) Resinas aniónicas fuertes

Son capaces de eliminar todos los aniones de ácidos débiles o fuertes operando a cualquier pH. Su selectividad para los aniones divalentes es superior a los monovalentes. Son menos estables que las homologas catiónicas, su duración bastante inferior y resisten temperaturas límites inferiores.

d) Resinas aniónicas débiles

Eliminan los aniones de los ácidos fuertes, pero no de los ácidos débiles y no funcionan a pH superior a 6. Su capacidad es el doble de las aniónicas fuertes y resisten el ensuciamiento orgánico.

2.2.6. Propiedades de los intercambiadores iónicos y factores que los afectan

Los materiales del intercambio iónico de origen diferente, composición y estructura a menudo tienen muy diferentes propiedades (Inczédy, 1966):

- a) Ellos tienen alta capacidad
- b) Ellos tienen una estructura de gel hidrofílica.
- c) Ellos tienen buena resistencia, tanto en el aspecto químico y mecánico.

- d) Ellos no se disuelven en agua.
- e) Ellos mantienen su capacidad (su propiedad de intercambio iónico) incluso después de un largo uso.
- f) Ellos operan rápidamente, es decir, el equilibrio es alcanzado rápidamente.

2.2.7. Etapas del proceso en la columna de intercambio iónico

a) Empaquetamiento de la columna

Se introduce la resina de intercambio iónico en el interior de la columna evitando la formación de bolsas de aire entre sus partículas para obtener un lecho uniforme (FECYT, 2001).

b) Acondicionamiento del intercambiador

En la etapa de acondicionamiento se procede a cambiar el contraión de la resina poniéndola en contacto con una disolución concentrada del ión que se desea tener (Grágeda y Grágeda, 2006).

c) Etapa de carga

En esta etapa tiene lugar el intercambio de iones entre la disolución a tratar y la resina. La disolución a tratar se introduce en la columna y fluye gradualmente a través de la resina.

d) Regeneración de intercambiadores iónicos

Ventajas de la regeneración en contracorriente: baja filtración y mejora la calidad del fluente, menor regenerante, enjuague y consumo de retrolavado, y finalmente, una reducción en la cantidad de residuo regenerante (Gruyter, 1991).

2.2.8. Determinación de la capacidad de resina

La determinación de la capacidad máxima de una resina catiónica se realiza intercambiando ésta con una disolución básica, se produce una reacción irreversible entre el catión saliente de la resina con los iones OH⁻ de la disolución de tal forma que si existe suficiente concentración de soluto llega a agotarse la capacidad total de la resina (Gilarranz, 2006).

$$q_0 = \frac{\text{Área sobre la curva de ruptura}(L) \times C_0 \left(\frac{\text{meq}}{l}\right)}{\text{Peso de resina (g)}}$$

2.2.9. Descripción del proceso de desamargado del tarwi

a) Selección y clasificación del grano

La clasificación del grano se realiza en zarandas de 8 y 7 mm de diámetro, se retira toda clase de semillas rotas, dañadas y materiales extraños (Gavilanes, 2003).

b) Hidratación

La temperatura apropiada para la hidratación es de 40°C ^[17]. Remojo, Una vez que el agua alcanza la temperatura indicada, se introducen los sacos de polietileno en el tanque de hidratación. El remojo se lleva a cabo por 14 horas (Gavilanes, 2003).

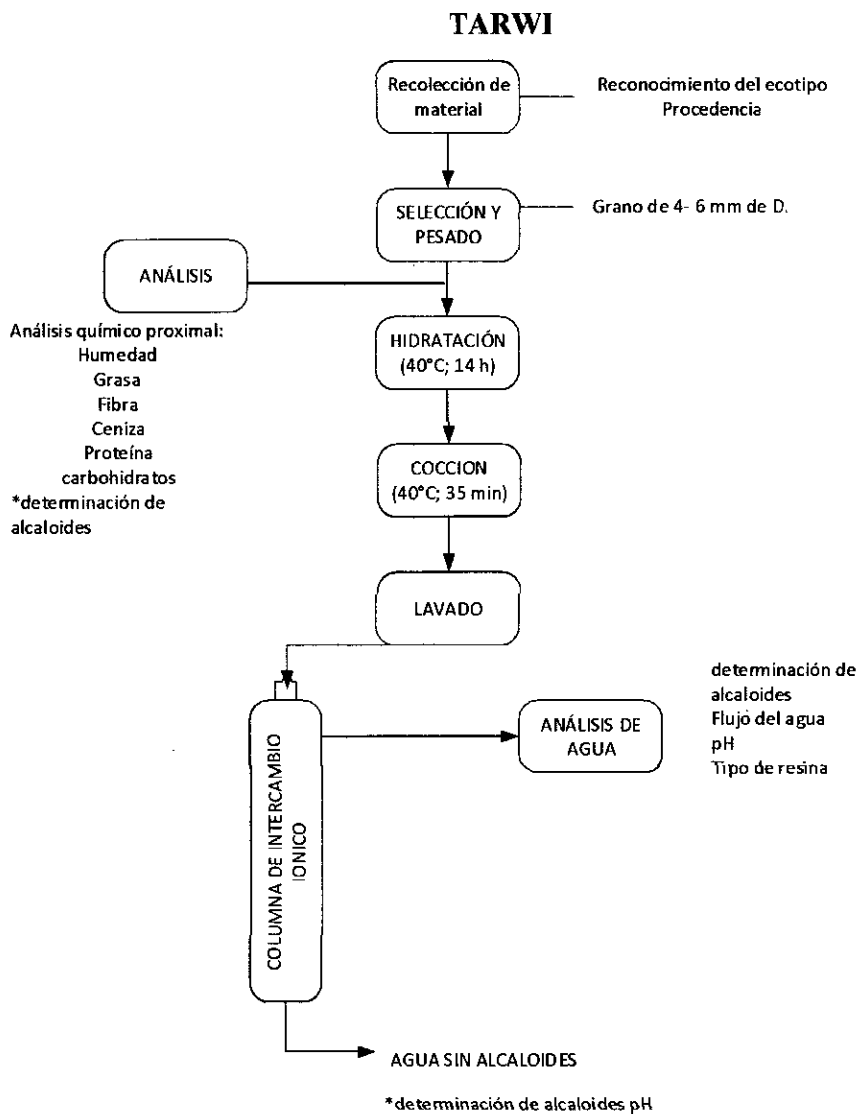
c) Cocción

El tarwi hidratado se dispone en recipientes para ser cocido durante 40 minutos. La textura del grano al cabo de este tiempo fluctúa entre 6.6 a 6.8 mm de penetración, (Gavilanes, 2003).

d) Lavado (eliminación de alcaloides)

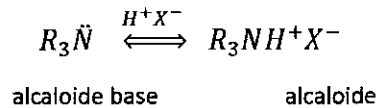
Calentamiento del agua, el grano cocido es transferido al tanque de lavado, este proceso se realiza con agua a 40°C, calentada con energía solar y eléctrica [18]. (Gavilanes, 2003).

FIGURA N°2.1
DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO DE DESAMARGADO DEL



Fuente: Elaboración propia en base al procedimiento a nivel de laboratorio descrito por Caicedo et al. (2001)

2.2.10. Extracción y aislamiento de alcaloides



Puesto que los alcaloides son compuestos de carácter básico, su solubilidad en los diferentes solventes varía en función del pH, es decir según se encuentre en estado de base o de sal. En forma de base, son solubles en solventes orgánicos no polares como benceno, éter etílico, cloroformo, diclorometano, etc. En forma de sales, son solubles en solventes polares agua, soluciones ácidas e hidroalcohólicas (Universidad de Antioquia, 2008).

2.3. Definición de términos básicos

2.3.1. Alcaloides

Los alcaloides son bases nitrogenadas, y como aminas reaccionan con los ácidos formando sales solubles en agua. La mayor parte de sus átomos de nitrógeno están en anillos heterocíclicos, parecidos a los álcalis (Cawley, 1985).

2.3.2. Intercambio iónico

Capacidad de permutar iones fijados previamente a puntos activos por atracciones electrostáticas. Esta capacidad de permutación (o de intercambio de iones) permite modificar la composición iónica de un fluido a su paso por ellas (lanzas, 2012).

2.3.3. Selectividad de las resinas de intercambio iónico

La afinidad típicamente incrementa con: (a) un incremento de carga sobre el catión intercambiable y (b) un incremento del número atómico (Z) del intercambio catiónico (International Atomic Energy Agency, Vienna, 2002):

2.3.4. Capacidad de resina de intercambio iónico

Se define como capacidad de la resina al valor de la concentración de iones que pueden ser retenidos por una unidad de peso de resina. Suele expresarse como *meq* de soluto retenido/g de resina seca (Aguilar, 2002).

2.3.5. Cromatografía en capa fina

La cromatografía en capa fina (en inglés thin layer chromatography o TLC) es una técnica analítica rápida y sencilla, muy utilizada en un laboratorio de Química Orgánica. Entre otras cosas permite:

Determinar el grado de pureza de un compuesto. Comparar muestras, si dos muestras corren igual en la placa de silicagel podría ser idéntico. Si, por el contrario, corren distinto entonces no son la misma sustancia. La muestra a analizar se deposita cerca de un extremo de una placa de vidrio que previamente ha sido recubierta de una fina capa de adsorbente (fase estacionaria). Entonces, la lámina se coloca en una cubeta cerrada que contiene uno o varios disolventes mezclados (eluyente o fase móvil). A medida que la mezcla de disolventes asciende por capilaridad a través del adsorbente, se produce un reparto diferencial de los productos presentes en la muestra entre el disolvente y el adsorbente.

2.3.6. Espectrofotometría UV-visible

La espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración. Para hacer este tipo de medidas se emplea un espectrofotómetro, en el que se puede seleccionar la longitud

de onda de la luz que pasa por una solución y medir la cantidad de luz absorbida por la misma.

2.3.7. Espectrofotometría IR

La espectrofotometría infrarroja es un método de medida de la absorción de la radiación en un rango de longitudes de onda, cuando ésta pasa a través de una capa delgada de sustancia. La espectrofotometría de infrarrojo es un ensayo de identificación por excelencia siendo capaz de distinguir sustancias con diferencias estructurales. De las tres regiones de infrarrojo (cercano, medio y lejano), la región comprendida entre 4000 a 400 cm^{-1} es la más empleada para fines de identificación.

III. VARIABLES E HIPOTESIS

31. Variables de la investigación

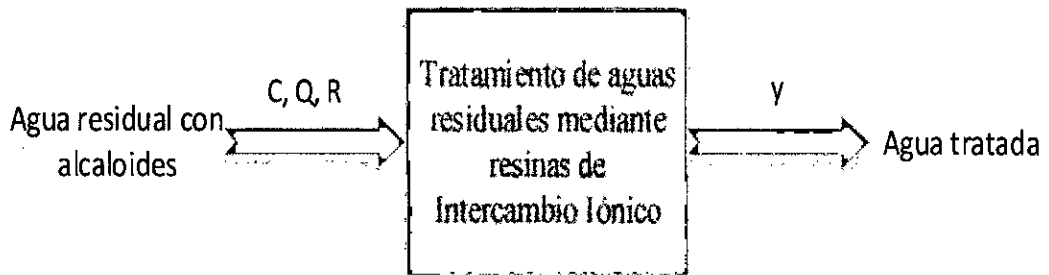
La presente investigación se caracteriza por ser longitudinal estudiando la variable a lo largo del tiempo establecido, por ser éste el determinante en la relación causa efecto.

Por su naturaleza, las variables identificadas C, Q, R son del tipo cuantitativo. Por su dependencia Y es dependiente, y las variables C, Q y R son independientes.

Vale decir se representa por la notación: $Y=f(C, Q, R)$. La figura 3.1 muestra la relación entre las variables.

FIGURA N° 3.1

RELACIÓN DE LAS VARIABLES DE LA INVESTIGACIÓN



Fuente: Elaboración propia

3.2 Operacionalización de variables

CUADRO N° 3.1

OPERACIONALIZACION DE VARIABLES

VARIABLES	NOTACIÓN	DIMENSIONES	INDICADORES
condiciones de tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi	Y	concentración de alcaloides, conductividad, pH, STD	ppm alcaloide, uS, pH, ppm solidos
Concentración de alcaloides en el agua residual del desamargado del tarwi	C	concentración de alcaloides	ppm alcaloide
flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual	Q	caudal del agua residual	L/min.
tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi	R	tipo de resina catiónica	Capacidad de intercambio

Fuente: Elaboración propia

3.3 Hipótesis General e Hipótesis Específicas

3.3.1 Hipótesis General

Es posible establecer las condiciones de tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi (*lupinus mutabilis*).

3.3.2 Hipótesis Específicas

- a) Es posible determinar la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.
- b) Es posible determinar el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico con forma iónica Na^+ del agua residual del desamargado del tarwi.
- c) Es posible determinar el tipo de resina de intercambio iónico tipo gel con forma iónica Na^+ para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.

IV. METODOLOGÍA

4.1. Tipo de investigación

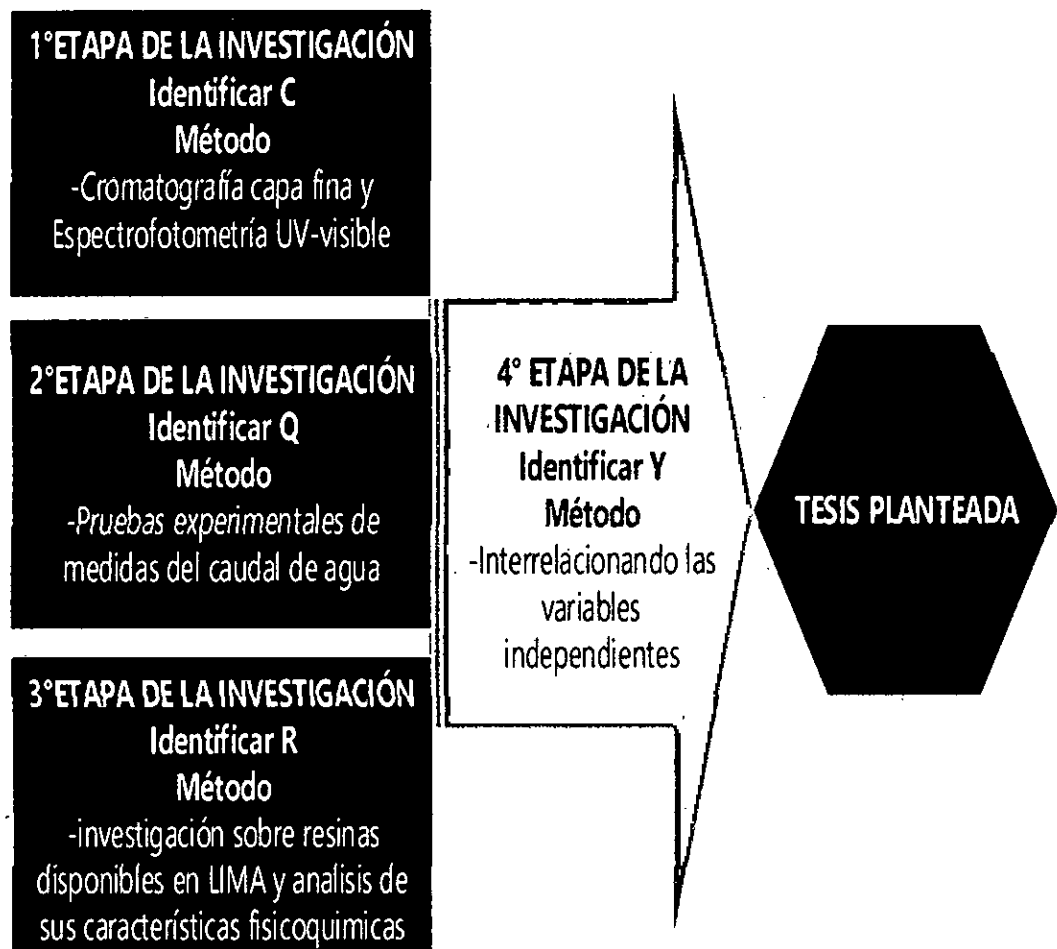
Los tipos de investigación que se realizarán en el presente trabajo de tesis son:

- a) Por su finalidad es de tipo exploratorio, puesto que busca identificar nuevos rumbos para la investigación en campos del conocimiento no estudiados o poco estudiados.
- b) Por su diseño interpretativo es experimental, porque permitirá manipular el factor causal para determinar el efecto deseado.
- c) Por el énfasis de la naturaleza de los datos manejados es del tipo cuantitativo porque las variables de la investigación en general son cuantitativas.

4.2. Diseño de la investigación

El diseño de la presente investigación ha considerado tres momentos, el primero es determinar las variables independientes C1, Q2, R3 mediante pruebas experimentales e investigación, el segundo es identificar la variable dependiente Y, el tercero corresponde a plantear la tesis, los momentos mencionados se presenta en la figura 4.2.

FIGURA N°4.1
DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN



4.3. Población y muestra

La población está representada por el volumen de agua residual acopiado del trabajo de investigación “Desarrollo de un protocolo de desamargado de tarwi (*lupinus mutabilis*) mediante el uso de resinas catiónicas y diseño de un equipo de extracción de alcaloides del tarwi”.

La muestra fue tomada a partir de un tanque de almacenamiento de 1m³ de agua residual del desamargado de tarwi cuyas características fisicoquímicas fueron medidas (conductividad, pH, STD, alcaloides) después de un proceso completo de desamargado (cocción, lavado). Todas las etapas del desarrollo experimental se desarrollaron en: las instalaciones del Laboratorio de Operaciones y Procesos Unitarios (LOPU), el Laboratorio de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao y el laboratorio de Análisis Químico del Instituto de Investigación en Especialización de Alimentos (IIEA), ubicados en el campus de la Universidad Nacional del Callao, en la provincia constitucional del Callao.

4.4. Técnicas e Instrumentos de recolección de datos

4.4.1. Materiales

Equipos

- Refrigeradora congeladora, 15 pies³
- Columnas con resinas de intercambio iónico de 1 L
- Baño de agua, 15 L capacidad
- Estufa Incubadora, Temperatura máxima 65 °C sensibilidad 1 °C

- Estufa Esterilizadora, Temperatura máxima 250 °C, sensibilidad 1 °C
- Potenciómetro, rango de pH 1–14
- Plancha (control de temperatura)
- Centrifugadora rpm 5,00 g
- Flujómetro en línea
- Balanza precisión 0,1g
- Balanza analítica precisión de 0,0001g
- Bomba al vacío
- Equipo extractor de grasas
- Campana extractora de gases
- Medidor portátil LaMotte TDS/SAL/CONDUCTIVIDAD
- Espectrofotómetro Infrarrojo FT SHIMADZU
- Espectrofotómetro UV-Visible VARIAN
- Cámara cromatográfica UV CAMAG 254 nm-366 nm

Materiales

- Matraces erlenmeyer de 250mL y 500mL
- Pipeta graduada de 1mL, 5mL
- Bureta de 25mL, 50mL
- Soporte universal y pinzas Mohr
- Embudo Buchner
- Matraz erlenmeyer tipo Pírex de 1000mL
- Vasos de bohemia de 50mL, 250mL y 1L

- Matraz aforado de 50mL, 100mL y 1L
- Lunas de reloj
- Tubos de ensayo 20x200 c/tapa rosca
- Tubos de ensayo 15 x 100
- Tubos de centrifuga cónico graduados 1/10 con tapa
- Pipetas de 10 mL div. 1:10
- Pipeta 1 mL, div 1: 10
- Placas de porcelana y Petri
- Placas de vidrio silicagel F254 MERCK 10x20cm
- Succionador para pipetas
- Cuba cromatográfica CF
- Revelador de luz UV
- Capilares de laboratorio
- Papel Filtro de 150 mm
- Envases de plástico de 1L
- Baguetas de laboratorio
- Embudos de decantación
- Embudos de filtración
- Pissetas y espátulas

Reactivos

- Etanol 69%
- Reactivo de Dragendorff

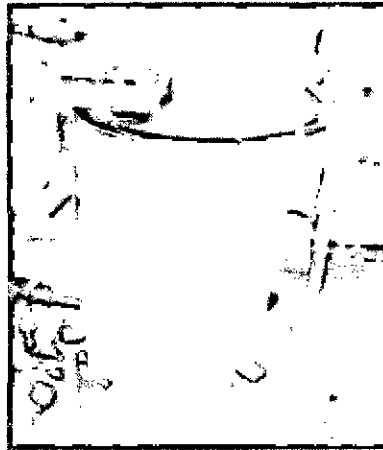
- Reactivo de Mayer
- Reactivo de Wagner
- Agua destilada
- Amoniaco
- Éter etílico
- Cloroformo
- Ácido Clorhídrico 0.01M, 0.1M
- Ácido Sulfúrico 0.01M
- Hidróxido de sodio 0.01M, 0.1M
- Hidróxido de amonio
- Hidróxido de potasio
- Patrones de los alcaloides Lupanina, esparteína y Lupinina

4.4.2. Descripción de la generación de aguas residuales mediante el equipo experimental de desamargado (D-140)

Se usó un equipo de desamargado construido para este proyecto (equipo FIQ-BHC 01), se dispuso el módulo de desamargado en el Laboratorio de Operaciones y Procesos Unitarios (LOPU)-Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Callao. El diseño fue echo de acuerdo a los resultados preliminares de laboratorio en los que fueron encontrados los factores que se deseaba controlar. Para las dimensiones del equipo usamos como referencia: la cantidad de tarwi que se deseaba desamargar, la ganancia de agua en la etapa de Hidratación y la relación cantidad de agua/kg de tarwi seco que es de 6/1 correspondiente a la etapa de

lavado (Caicedo et al, 2001). La forma del equipo es un tanque cilíndrico de 0.15 m³ con fondo esférico en el que la relación de altura/diámetro es de 3/1, el material con el que fue construido es acero inoxidable 304 con espesor de 2 mm, para colocar las muestras de tarwi el equipo tiene una canastilla de acero inoxidable 304 que fue hecho de láminas perforadas con huecos de 5mm de diámetro. Se suma al equipo el sistema de calentamiento mediante una resistencia de 9kw con sensores para el control de temperatura y el sistema de agitación mediante un aspensor de acero tubería de ¾ plg. Generado mediante una bomba centrífuga Pedrollo CPM660M de 2HP. Para todas las etapas del proceso se usó agua potable.

FIGURA N° 4.2
EQUIPO EXPERIMENTAL D-120 DE DESAMARGADO DE TARWI



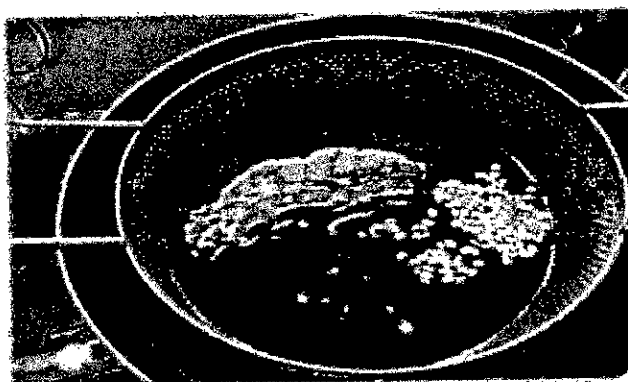
4.4.3. Descripción de las etapas de recolección de aguas residuales del proceso de desamargado de tarwi (Carrión, 2006)

La recolección de agua de desamargado se llevó a cabo durante las tres etapas de procesamiento que recibe el tarwi.

- **Hidratación**

El tiempo de hidratación del proceso tradicional es de 14-20 horas (Villacrés et al., 2000). Usando el equipo de desamargado para tarwi a diferentes temperaturas (30°C, 40°C, 50°C y 60°C) las que eran programadas usando el sistema de control de temperatura del equipo. El factor de agitación se añadió porque demostramos que este factor por si solo mejora la velocidad de hidratación y combinando ambos factores se lograría que esta etapa sea en menos tiempo aún.

FIGURA N° 4.3
HIDRATACION DE GRANOS DE TARWI EN EL EQUIPO D-120



- **Cocción**

La cocción es la etapa esencial del proceso de desamargado dado que se produce la inactivación de la capacidad de germinación de los granos, sus enzimas (lipasa, lipoxigenasa), para eliminar la carga microbiana y lograr un producto saludable, para producir la pérdida de sus proteínas a través de la coagulación y para facilitar la lixiviación de los alcaloides por incrementar la permeabilidad de la pared celular (Gross et al., 1982; Jiménez-Martínez et al., 2003). Establece la temperatura de

cocción de 100°C, pero no en base a conservar las sustancias nutricionales (proteína, aceites esenciales) del grano.

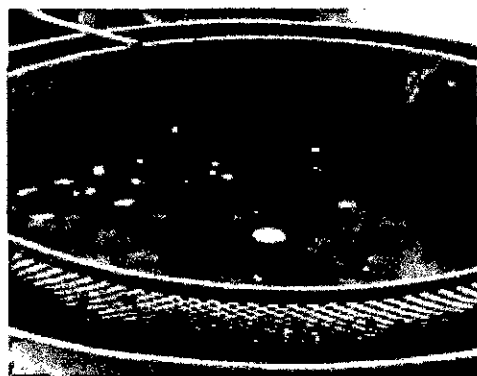
FIGURA N° 4.4
COCCION DE GRANOS DE TARWI EN EL EQUIPO D-120



- Lavado

Esta etapa es la menos estudiada de todo el proceso de desamargado de los granos de tarwi, planteamos que el factor que facilita el contacto del agua con la pared de los granos es la agitación continua durante cada uno de los lavados. Después de la hidratación y cocción de lupino se procedió a realizar el lavado n° 1 durante dos horas con agitación (ver Anexo 7).

FIGURA N° 4.5
LAVADO DE TARWI EN EL EQUIPO D-120



4.4.4. Métodos de análisis

- a) Análisis cualitativo para alcaloides en muestras de aguas usando los reactivos de Dragendorff, Mayer y Wagner.

Se realizaron primero pruebas cualitativas rápidas para reconocimiento de la presencia de los alcaloides. Usando los reactivos para identificación de alcaloides según formación de sólidos precipitados.

En caso del reactivo Dragendorff los alcaloides se detectan si hay un precipitado naranja, para el reactivo Wagner observamos si hay un precipitado marrón y en caso del reactivo Mayer si hay un precipitado blanco.

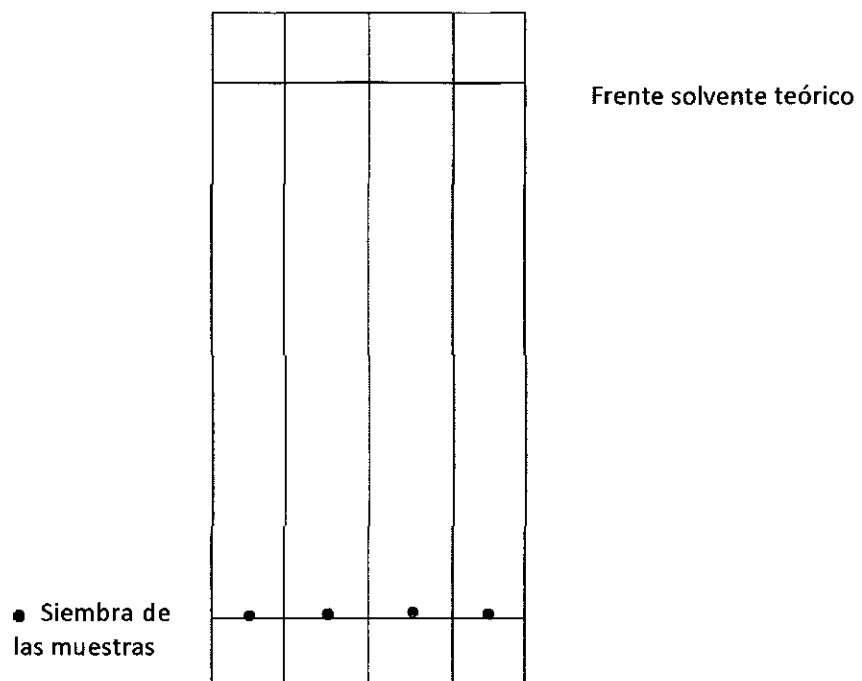
- b) Cromatografía de capa fina para análisis cualitativo de los alcaloides en las muestras de las aguas residuales del desamargado del tarwi.

En la cromatografía de capa fina, la fase estacionaria se dispone en forma de una capa de adsorbente finamente dividido, extendido sobre una capa de vidrio. La placa se divide en 4 o 5 columnas equidistantes a cada lado del ancho con líneas tenues y usando un lápiz. Las líneas verticales de las columnas son más profundas, se hacen así para evitar que una sustancia cubra otra columna que no le corresponde cuando ascienda por la placa. Las líneas horizontales se hacen a 10 cm del filo empezando por cada extremo de la placa.

- **Siembra de las muestras en la placa de silicagel F254:** las soluciones acuosas de sustrato a analizar y las soluciones estándar de la Lupanina, Esparteína y Lupinina (soluciones acuosas bien diluidas) se colocan

cerca del borde de la superficie adsorbente (silicagel F254) en forma de una pequeña mancha circular, obtenida aplicando una gota de la solución de la muestra y dejándola secar en una estufa (la temperatura de secado depende del punto de volatilización del sustrato analizado), el paso anterior se repite varias veces hasta concentrar el sustrato y las sustancias estándar el que puede variar de 40 a más siembras, esto depende de la concentración del sustrato en cada muestra de la solución acuosa.

FIGURA N°4.6
PLACA SILICAGEL F254



- **Preparación de la cuba cromatográfica:** después de verter la mezcla de solventes en la cuba y antes de sumergir la placa de silicagel F254, se cierra herméticamente y se deja reposar para que la atmosfera dentro de la cuba se sature de vapor de solventes. Luego se sumerge la placa en una

cuba con 20 mL de la siguiente mezcla de solventes en la proporción: Cloroformo (80)-Metanol (20)-Hidróxido de amonio (gotas). Otra vez se cierra la cuba y se deja reposar hasta que la mezcla de solventes ascienda aproximadamente hasta el frente del solvente.

- **Revelado de la placa de silicagel F254:** después de sacar la placa de la cuba esperar hasta que se evapore todo el solvente, usamos una cámara ultravioleta para el revelado de la placa usando la longitud de onda 254 nm. Otra forma de revelar la placa consiste en usar un aspersor para echar el reactivo de Dragendorff en toda la superficie de la placa, que también funciona como revelador de la placa de silicagel y se logra observar manchas color naranja en caso la muestra sembrada tenga alcaloides.
- **Interpretación de las manchas en las placas de silicagel F254:** después del revelado de la placa usando un lápiz podemos marcar las manchas de cada columna en la placa, esto permitirá calcular el factor de retención (R_f) que es un valor característico y constante para cada sustancia, reproducible bajo las mismas condiciones. Calculado el R_f para cada columna de la placa donde se sembró las muestras, podremos identificar si las sustancias que están en la muestra de agua son las mismas que las sustancias Estándar de Lupanina, Esparteína y Lupinina.

$$R_f = \frac{D_a}{D_z}$$

Dónde:

D_a = distancia de la línea de partida (punto de siembra) al centro de la mancha.

Dz = distancia de la línea de partida al frente solvente (final del recorrido del solvente)

- c) Determinación cualitativa de existencia de alcaloides quinolizidínicos por Espectrofotometría Infrarroja FT IR.

Usando un espectrofotómetro infrarrojo de transformadas de Fourier, se obtiene un espectro IR (para cada estándar de alcaloides: Lupanina, Esparteína, Lupinina y para las muestras de agua residual) al pasar una radiación a través de una muestra y determinar que fracción de esta radiación incidente ha sido absorbida. La energía particular a la que aparece cada pico en un espectro guarda relación con la frecuencia de vibración de una parte de la molécula.

- **carga de la muestra en el lente del equipo:** en primer lugar limpiar con cuidado el lente del espectrofotómetro IR de sustancias extrañas (con un isopo de oído), luego las muestras de las sustancias estándar (sales sólidas alcaloidales) como las muestras del agua residual del desamargado del tarwi, deben ser soluciones de metanol o metanol-agua. Usando un capilar diferente para cada muestra se coloca sobre el lente de la celda desmontable dos o tres gotas en el centro del lente. Hay que cerrar con cuidado la celda, evitando atrapar burbujas de aire y apretando los tornillos lo suficientemente. De la misma forma se coloca cada una de la muestras y se va obteniendo los espectros del IR.
- **Blanco para el método cualitativo por espectrofotometría IR:** del método de análisis consiste del espectro solo del metanol, pues para la

interpretación de los espectros de los posibles alcaloides en el agua residual del desamargado se debe eliminar los picos o puntas correspondientes al metanol.

- **Interpretación de los espectros:** después que se registra los espectros de las muestras patrón o estándares (Lupanina, Esparteína, lupinina) y las de las muestras del agua residual del proceso de desamargado del lupino, se puede hacer la comparación de cada espectro perteneciente a las muestras del agua residual de concentración C1, C2 y C3 con los espectros pertenecientes a las sustancias estándar. Otra opción del software del espectrofotómetro IR permite guardar los espectros en la memoria de la PC tanto los estándares y para cada una de las muestras del agua residual, para luego hacer el montaje de espectros y hacer la comparación más precisa de los espectros, por ejemplo del espectro del patrón de Lupanina con el espectro de la muestra problema y se comparan las frecuencias de grupo, estas permiten establecer si está presente o ausente en la muestra problema la Lupanina.

FIGURA N° 4.7

ESPECTROFOTOMETRO IR



d) **Análisis Cuantitativo** mediante combinación de la cromatografía de capa fina y la espectrofotometría UV de los principales alcaloides contenidos en las muestras de las aguas residuales de desamargado del lupino.

El método consiste en la combinación de dos métodos: la cromatografía de capa fina y la espectrofotometría UV-visible (Castañeda et al, 2002)

- **Cromatografía de capa fina:** el procedimiento es el mismo que se detalló en la parte (b) de los métodos usados en este trabajo de investigación. Con la siguiente modificación. Usamos solamente la sustancia estándar de la Lupanina para compararla con las tres muestras de agua residual de desamargado, esto debido a que queríamos expresar las concentraciones de alcaloides C1, C2 y C3 como concentración solamente de la Lupanina en ppm, pues es el que está en mayor porcentaje en el tarwi (*lupinus mutabilis*) y también en el agua residual. La siembra entonces se hizo en cuatro columnas de la placa de silicagel F254 la primera corresponde a la solución estándar de la Lupanina (sembramos 60 veces) y las tres columnas adyacentes a las muestras de agua residual de concentración C3, C2 y C1.
- **Disoluciones del raspado de las manchas obtenidas mediante la cromatografía de capa fina:** Luego de revelar las manchas de la placa, con cuidado raspamos el polvo de silicagel del área marcada con lápiz (se realiza la operación para cada columna donde sembramos agua residual de concentración C3, C2 y C1) y lo disolvemos con un volumen

conocido de agua destilada (p.ej. 5mL) en vasos de precipitado para cada columna, filtramos usando papel filtro de 150um a flujo lento, hasta obtener el líquido filtrado.

- **Espectrofotometría UV:** calibramos el equipo a 282 nm de longitud de onda y usando 4mL de agua destilada en la celda o cuba de muestra del equipo, el blanco también es el agua destilada. Se preparó cinco soluciones estándar de concentraciones en ppm de 20, 40, 60, 80 y 100 con estas soluciones estándar obtenemos la CURVA DE CALIBRACIÓN. A Continuación realizamos la lectura de las muestras llenando en la celda 4mL de las soluciones filtradas anteriormente, debe de enjuagarse bien la celda con agua destilada después de cada lectura y empezar con la muestra de agua residual que tenga la mayor concentración de alcaloide (se determina por la intensidad del color naranja con el reactivo Dragendorff) para evitar lecturas erróneas de la concentración.

- **Cálculo de las concentraciones de Lupanina en las muestras de agua residual:** para determinar C3, C2 y C1 procedemos:
Primero a multiplicar la concentración hallada usando la curva de calibración de la Lupanina para cada una de las tres muestras de agua residual del desamargado del tarwi por el volumen de agua medido (p. ej. 5 mL) para disolver el polvo seco de las placas.

Segundo, calculado la masa de Lupanina dividimos entre el volumen aproximado de muestra del agua residual sembrado (60 gotas de siembra en la placa de silicagel equivalen a 3mL), así se obtendrá las concentraciones de Lupanina (C1, C2 y C3) en cada una de las tres muestra de agua residual del desamargado del tarwi.

FIGURA N° 4.8

ESPECTROFOTOMETRO UV-VISIBLE



- e) Determinación de la conductividad, sales, solidos totales disueltos mediante el medidor portátil PockeTester. Norma de Referencia para: conductividad SM Part 2510 B, 22nd Edition 2012 ; STD SM Part 2540 C, 22nd Edition 2012. Según NTP - ISO / IEC 17025:2006

La determinación de la conductividad, sales y STD se realiza in situ, antes del uso del medidor pockeTester se debe calibrar usando el estándar de calibración especial que viene junto con el equipo.

- **Colección, preservación y almacenaje de muestras:** Usamos frascos blancos de un litro para guardar las aguas residuales y el agua tratada mediante resinas de intercambio iónico para poder coleccionar las muestras. Los frascos deben ir bien cerrados y llenos para evitar el intercambio de

gases. Las medidas deben hacerse lo antes posible una vez recogida la muestra, aunque estas pueden conservarse hasta 28 días en refrigeración.

- **Procedimiento:** las condiciones de medición se realizan a condiciones ambientales. Para mediciones in situ, estas deben realizarse directamente en el cuerpo de agua. Al analizar muestras en el laboratorio, debe dejarse que las muestras almacenadas en frascos y congelados previamente adquieran la temperatura ambiental. Para aguas residuales, donde la probabilidad de contaminar el electrodo puede ser importante, debe verificarse el funcionamiento correcto del equipo con el estándar de calibración.
- **Parámetros de calidad del equipo PockeTester:**

TABLA N° 4. 1

PARAMETROS DE EQUIPO POCKETESTER

Rango de STD	0.00 a 9999 ppm
Rango de salinidad	0.00 a 9999 ppm
Rango de conductividad	0 a 199.9 uS/ 200 a 1999 uS/ 2 a 19.99 mS
Rango de temperatura	32° a 149°F (0° a 65°C)
Resolución de temperatura	0.1 a 99.9
Precisión	Conductividad: +-2%/ STD: +-2%/ salinidad: +-2%

- f) Determinación del pH mediante el método Potenciométrico de las aguas tratadas mediante resinas de intercambio Iónico. Norma de Referencia SM Part 4500-H+ B, 22nd Edition 2012. Según NTP - ISO / IEC 17025:2006.

La medida del pH es una de las pruebas más importantes y frecuentes usadas en el análisis químico del agua.

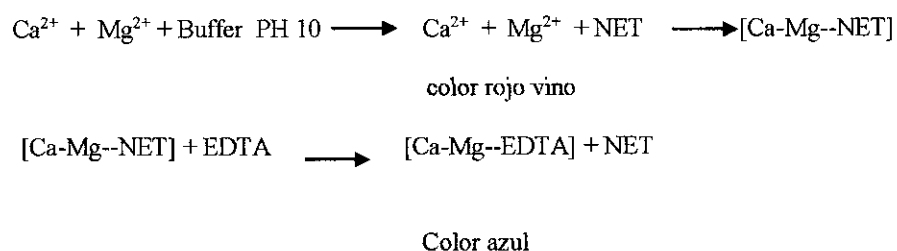
- **Procedimiento del método potenciométrico:** se mantiene el electrodo en agua destilada por lo menos durante 4 horas si la membrana de vidrio está seca. Si la solución de referencia interna del electrodo está en un nivel inferior a 5cm de altura, llene con KCl 3M, hasta un centímetro por debajo del hueco de llenado. Examine si hay burbujas de aire atrapadas. En caso de estar presentes, agite el electrodo suavemente hasta hacerlas desaparecer. Lavar el bulbo de vidrio del electrodo con agua destilada, eliminar el exceso de agua del bulbo con agitación suave, no secar con un papel o tela ni toque con los dedos la superficie del electrodo. Conectar el electrodo al pH-metro y calibrar el equipo usando las soluciones buffer 7 y 4 de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Para leer las muestras se usa vasos de precipitado de 250 mL, se sumerge el electrodo y se espera que la lectura del equipo este estable. Finalmente anotar el pH de la lectura que indique el equipo.

pH =..... unidades de pH

- g) Determinación de la dureza total de las aguas mediante el método Complexométrico (quelatométrico).

El método supone el uso de soluciones de ácido etileno diaminotetraacético o de sus sales de sodio como agente titulador. Dichas soluciones forman “iones complejos solubles” con el calcio, magnesio y otros iones causantes de dureza.

- **Procedimiento del análisis de dureza:** A la muestra de agua que contiene los iones calcio y magnesio se le añade 1,5 mL del buffer de PH 10, posteriormente, se le agrega 8 gotas del indicador negro de ericromo T (NET), que hace que se forme un complejo de color rojo vino, enseguida se procede a titular con EDTA 0.01M hasta la aparición de un color azul. Las reacciones químicas del EDTA con el NET y los iones calcio y magnesio son:



- **Calculo de la dureza total como concentración de carbonato de calcio:**

$$\text{DUREZA (ppm de CaCO}_3) = \left(\frac{M * V * \text{PM} * 10^3}{V_{\text{alícuota}}} \right)$$

Dónde:

M = Molaridad de la solución de EDTA.

V = volumen de la solución gastada del EDTA.

PM = Peso molecular del carbonato de calcio.

V_{alícuota} = volumen de la muestra alícuota titulada.

- h) Determinación del caudal o flujo del agua residual a la entrada de la columna de intercambio iónico.

Para poder establecer los niveles de la variable del flujo de agua residual que ingresa a la columna de intercambio iónico (Q) utilizamos corridas experimentales con un flujómetro en línea (capacidad de 1-7 LPM) y una electrobomba de 0.5HP y válvulas de ½ pulg para controlar la velocidad de la entrada del agua. Establecimos así los valores alto, medio y bajo: 2; 1.5 y 1 LPM respectivamente para los niveles de la variable flujo.

- i) Determinación del tipo de resina catiónica de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del proceso de desamargado del lupino.

Usamos tres tipos de resinas catiónicas tipo gel, esto debido a que los alcaloides quinolizidínicos del tarwi están en la forma de sales, es decir son solubles en solventes polares como el agua. Las sales de alcaloides se disocian en cationes y mediante el intercambio de iones con las resinas catiónicas tipo gel se podría eliminar del agua residual de desamargado. Consultamos con varias empresas proveedoras pidiendo tres resinas catiónicas con diferente capacidad de intercambio iónico, de acuerdo a las fichas técnicas recibidas optamos por las resinas que se muestran en la Tabla N° 4.2.

TABLA N° 4. 2

PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE RESINAS IONICAS

CARACTERÍSTICA	TIPO DE RESINA		
	Canature 01x8FM	Lewatit S 108	Lewatit S 1567
Capacidad de intercambio	≥ 2eq/L min	2.2 min.eq/L	2.1 min.eq/L
Forma iónica inicial	Na+	Na+	Na+
Grupo funcional	R-SO3	R-SO3H	R-SO3H
Temperatura máxima	120 °C	120 °C	120 °C
Regenerante	NaCl, HCl, NaOH, H2SO4	HCl, NaCl, H2SO4	HCl, NaCl, H2SO4
Tamaño de partículas	0.3 mm - 1.2 mm	0.62 mm	0.60
Coefficiente de uniformidad	1.6	1.05	1.1
Apariencia	perlas de color gris	negro-pardo	marrón claro, translucido

6.5. Procedimientos de recolección de datos

Para el proceso de recolección de datos tenemos definidas las variables, los niveles y sus combinaciones para su interpretación, tal como se muestra en la figura 4.3:

TABLA N° 4. 4**ARREGLO ORTOGONAL DE EXPERIMENTOS**

Orden Corrida	VARIABLES		
	C	Q	R
1	C1 (186.048 ppm)	Q1 (2 L/min)	R3 (2.1 eq/L.min)
2	C1 (186.048 ppm)	Q2 (1.5 L/min)	R2 (2.0 eq/L.min)
3	C1 (186.048 ppm)	Q3 (1 L/min)	R1 (2.2 eq/L.min)
4	C2 (180.157 ppm)	Q1 (2 L/min)	R2 (2.0 eq/L.min)
5	C2 (180.157 ppm)	Q2 (1.5 L/min)	R1 (2.2 eq/L.min)
6	C2 (180.157 ppm)	Q3 (1 L/min)	R3 (2.1 eq/L.min)
7	C3 (178.603 ppm)	Q1 (2 L/min)	R1 (2.2 eq/L.min)
8	C3 (178.603 ppm)	Q2 (1.5 L/min)	R3 (2.1 eq/L.min)
9	C3 (178.603 ppm)	Q3 (1 L/min)	R2 (2.0 eq/L.min)

Fuente: Elaboración propia

6.6. Procesamiento estadístico y análisis de datos**4.6.1 Procesamiento estadístico**

Debido a que la investigación contiene solo variables cuantitativas, es necesario el procesamiento de los de datos experimentales obtenidos a través de una matriz de datos, en tablas y gráficos usando softwares como Excel o MINITAB.

4.6.2 Análisis de datos

Para encontrar resultados y cumplir con los objetivos de esta investigación se planteó el uso de la Estadística descriptiva e Inferencial.

De acuerdo al tipo de variables se tomara en cuenta el tipo de análisis a seguir conociendo las características de cada variable, como se presenta en la tabla N° 4.5.

TABLA N° 4. 5

TIPO DE VARIABLES DE LA INVESTIGACION

N°	VARIABLES	NOTACIÓN	TIPO DE VARIABLE
1	Concentración de alcaloides del agua residual del desamargado del tarwi.	C	cuantitativo
2	Flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual.	Q	cuantitativo
3	Tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.	R	cuantitativo

Fuente: Elaboración propia

A. Estrategia de análisis estadístico

- Exploración de las variables y creación de variables transformadas o derivadas
- Análisis simple de relación
- Descripción de variables

B. Descripción de estrategia de análisis

Para las variables cuantitativas se calcularan medidas de tendencia central (media, mediana) y dispersión (desviación estándar, percentil, mínimo y

TABLA N° 4. 3

DEFINICION DE VARIABLES Y SUS NIVELES

N°	VARIABLE	NOTACION	NIVEL 1	NIVEL 2	NIVEL 3
1	Concentración de alcaloides del agua residual del desamargado del tarwi.	C	C1	C2	C3
2	Flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual.	Q	Q1	Q2	Q3
3	Tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.	R	R1	R2	R3

Fuente: Elaboración propia

Las fuentes teóricas y el conocimiento respecto a las variables independientes: C, Q, R permitirán entender mejor los resultados obtenidos con respecto a la variable dependiente Y, de manera que puedan ser explicados con un respaldo y no solamente desde nuestra apreciación empírica. El número de experimentos a realizar

$$(N^{\circ}niveles)^{(N^{\circ}variables)} = 3^3$$

Empleamos la metodología de Taguchi lo que nos permite reducir el número de casos de combinación de niveles por cada variable, así solo se tendrá un arreglo ortogonal de 9 experimentos por duplicado, como se aprecia en la tabla N° 4.2.

máximo) se calculara un intervalo de confianza para las variables de interés asumiendo la normalidad y utilizando el método exacto para proporciones pequeñas.

C. Exploración de variables

La descripción de cada una de las variables cuantitativas nos permitirá conocer

- Su aproximación a la distribución normal
- Valores mínimos y máximos
- Posibles valores atípicos y valores extremos
- Estadísticos de tendencia y dispersión tales como mediana, media, etc.

V. RESULTADOS

5.1. Resultados en los parámetros de operación del equipo de desamargado de tarwi (equipo D-120 ver Anexo 9)

Se realizó el desamargado del lupino con un tiempo de optimización de 4 horas para la etapa de hidratación, el proceso de cocción demora 1 hora con 30 minutos y para la etapa de lavado para el desamargado de 10 kilos de tarwi entre 18-20h. Obteniendo un tiempo total de 24 horas continuas por corrida aproximadamente.

- Hidratación

Se realizaron curvas de cinética en la que los granos de lupino se hidratan más rápido es a la temperatura de 40°C por eso es el valor óptimo para este factor a escala de planta piloto como a escala de laboratorio reportado por Caicedo et al. (2001).

- Cocción

En la fase de cocción de acuerdo a los análisis y resultados del contenido de proteínas en el grano después del proceso de desamargado para seis casos diferentes que toman los factores de temperatura y tiempo de cocción las condiciones a las que se conserva mejor el contenido de proteínas corresponde a la muestra se obtuvo de un proceso de cocción durante 30 min. Y a 85°C.

- Lavado

Para determinar el número total de lavados necesarios y el lavado enésimo para asegurar que el contenido de alcaloides es mínimo en el grano (para el consumo humano el contenido de alcaloides en el grano debe estar entre 0.02-0.07% según la norma técnica Ecuatoriana NTE INEN 2 390:2004)

5.2. Niveles establecidos de las variables independientes.

TABLA N° 5. 1

VALORES DE LOS NIVELES DE LAS VARIABLES

VARIABLE	NIVELES		
	1	2	3
Concentración (ppm)	186,048	180,157	178,603
Flujo del agua residual (L/min)	2	1,5	1
tipo de resina (eq/L.min)	2,2	2	2,1

Fuente: Elaboración propia

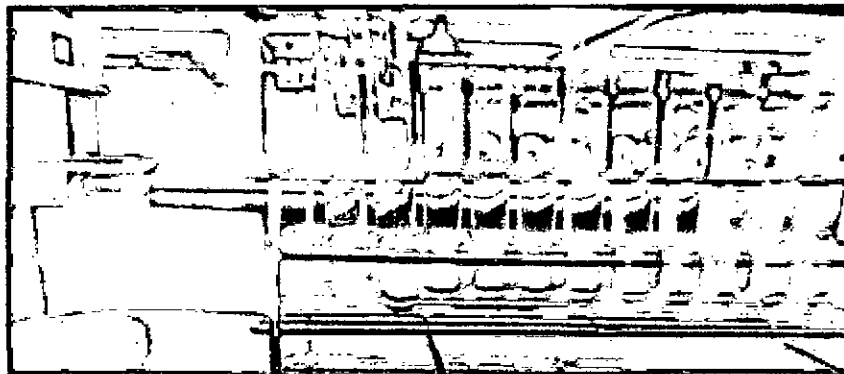
5.3. Prueba cualitativa

Para determinar la existencia de alcaloides en las muestras de agua residual tratada mediante resinas de intercambio iónico, se usaron muestras de aguas residuales del proceso de desamargado del lupino de concentraciones C1, C2 y C3, que dan positivo (forman precipitado) frente a los reactivos de identificación.

5.3.1. Con el reactivo de Dragendorff

Usamos 1 mL de reactivo Dragendorff para adicionar a 10 mL de cada una de las nueve muestras de agua tratada, las cuales serán comparadas con un positivo (agua de desamargado de concentración C3) y un negativo (agua destilada).

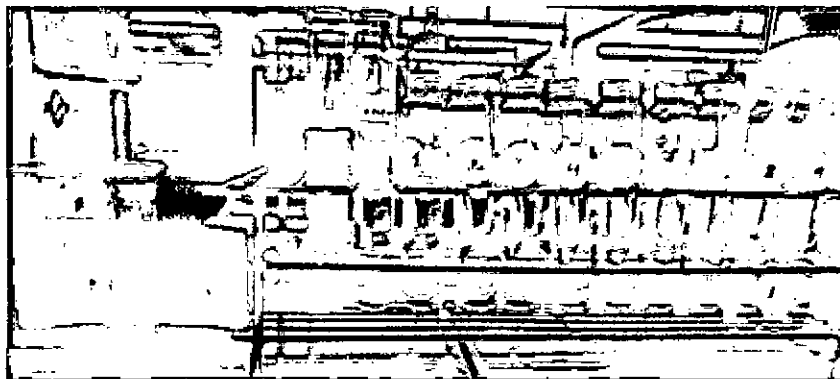
FIGURA N° 5.1
PRUEBA R. DRAGENDORFF DE AGUAS RESIDUALES
TRATADAS



5.3.2. Con el reactivo de Mayer

Usamos 1 mL de reactivo Mayer para adicionar a 10 mL de cada una de las nueve muestras de agua tratada incluyendo el blanco y un positivo en tubos de ensayo. Para el blanco se usó agua destilada y para la muestra positiva agua residual de concentración C2.

FIGURA N° 5.2
PRUEBA R. MAYER DE AGUAS RESIDUALES TRATADAS

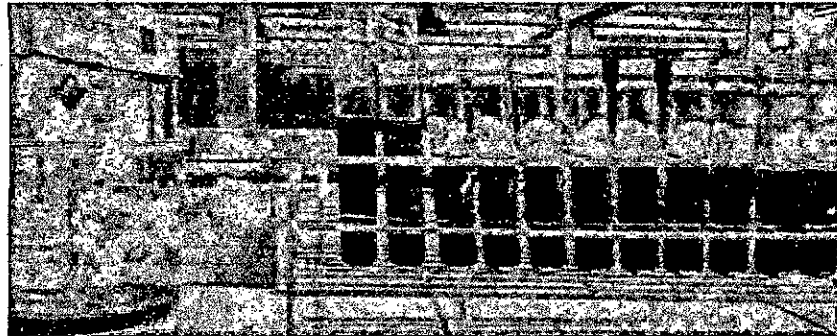


5.3.3. Con el reactivo de Wagner

Usamos 1 mL de reactivo Dragendorff y se adiciona a 10 mL de cada una de las nueve muestras de agua tratada incluyendo el blanco y un positivo en tubos de ensayo. Para el blanco se usó agua destilada y para la muestra positiva agua residual de concentración C1.

FIGURA N° 5.3

PRUEBA R. WAGNER DE AGUAS RESIDUALES TRATADAS



5.4. Resultados de los espectros FT IR del estándar de lupanina y de las muestras de agua tratadas mediante resinas de intercambio iónico.

FIGURA N° 5.4

ESPECTRO INFRARROJO FT IR – ATR DEL ESTANDAR LUPANINA

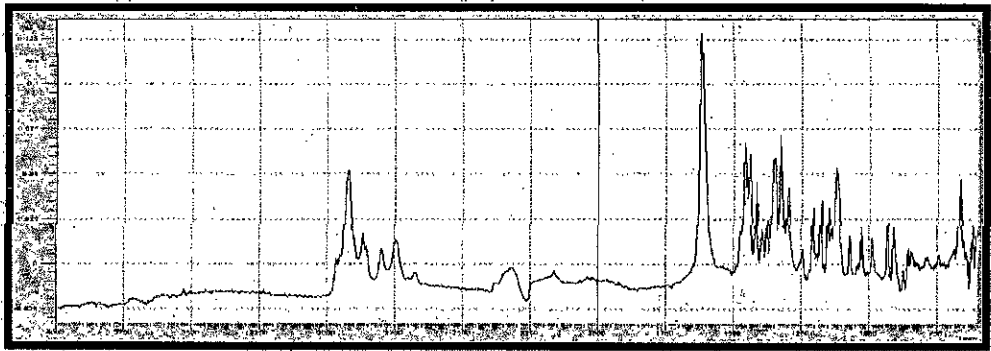


FIGURA N° 5.5

ESPECTRO INFRARROJO FT IR – ATR DE AGUA RESIDUAL

TRATADAS MUESTRAS 1,2 y 3

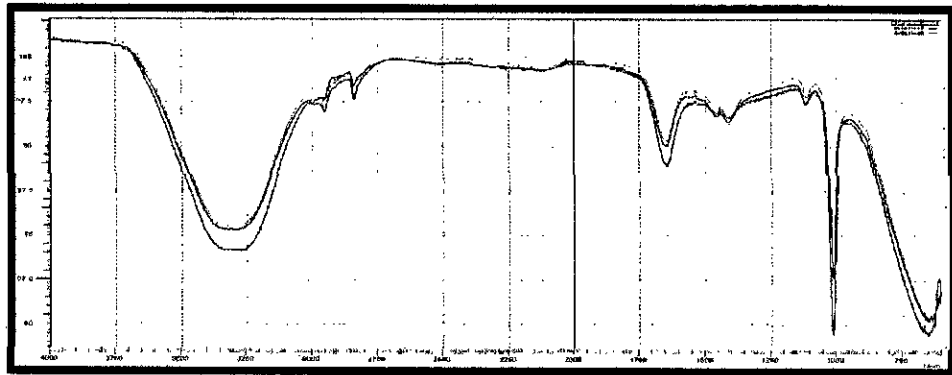
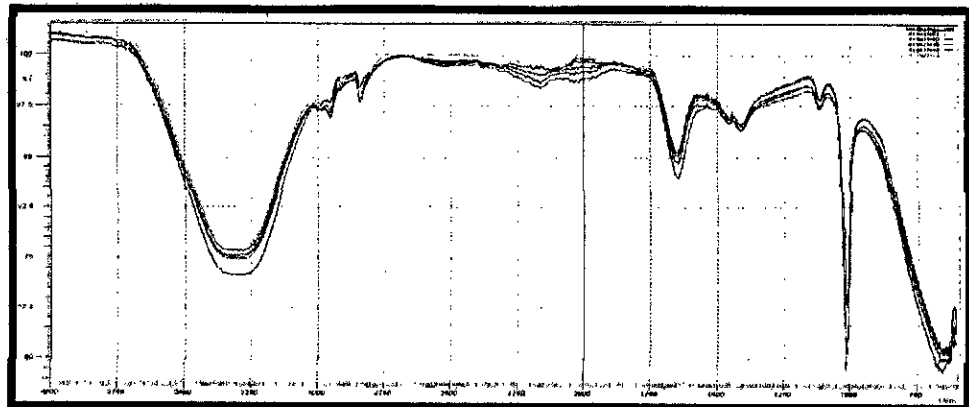


FIGURA N° 5.6

ESPECTRO INFRARROJO FT IR – ATR DE AGUA RESIDUAL

TRATADAS MUESTRAS DEL 3 AL 9



5.5. Curva de calibración mediante espectrofotometría UV-visible usando patrón del alcaloide quinolizidínico Lupanina.

Pesamos 4.8 mg de lupanina y se obtuvo disoluciones acuosas estándar de lupanina de varias concentraciones (ver tabla 5.2). Construimos la curva de calibración del patrón de la lupanina con los datos de la lectura de las soluciones de concentración 20, 40, 60, 80 y 100 ppm de lupanina (ver tabla 5.3). Para referencia alrededor de que valores de las concentraciones preparar se hizo de acuerdo a la concentración de la lupanina en el grano de lupino. La cantidad de alcaloides totales en el tarwi es 3% y el de la lupanina es el 60% de los alcaloides totales. Se asumió también que el agua residual proviene del proceso de desamargado de 5kg de lupino, y en el proceso hacen uso de 1m³ de agua potable. De los cálculos según los datos descritos la concentración promedio de lupanina que se desprende en el proceso de desamargado es 100 ppm.

TABLA N° 5. 2

DISOLUCIONES PARA OBTENER LA CURVA DE CALIBRACION

V1	C1	V2	C2
20	240	40	120
30	120	36	100
26	100	32,5	80
22,5	80	30	60
20	60	30	40
20	40	40	20

Dónde:

V1 = volumen preparado de concentración C1.

V2 = volumen preparado de concentración C2.

V3 = volumen sacado para preparar las demás soluciones.

C1 = concentración uno en ppm de la disolución de lupanina.

C2 = concentración dos en ppm de la disolución de lupanina.

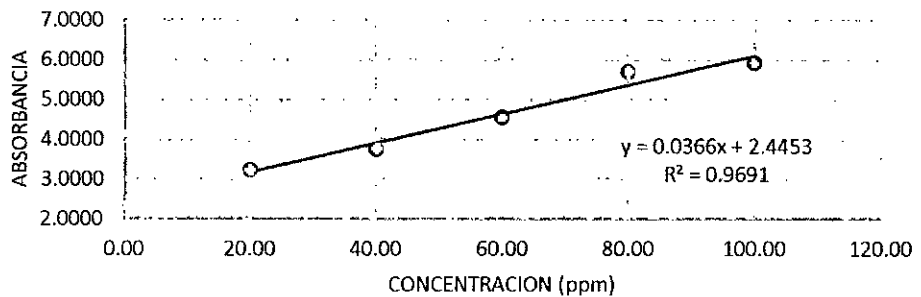
TABLA N° 5. 3

**LECTURAS DE CONCENTRACION&ABSORVANCIA DE LAS
SOLUCIONES ESTANDAR DE LA LUPANINA**

N° PATRÓN	CONCENTRACIÓN (PPM)	ABSORVANCIA
0	0,00	3,2102
1	20,00	3,2431
2	40,00	3,7598
3	60,00	4,5713
4	80,00	5,7040
5	100,00	5,9323

GRÁFICO N° 5.1

CURVA DE CALIBRACIÓN DEL ESTANDAR DE LUPANINA



Del ajuste de regresión lineal para los datos de concentración en ppm de lupanina estándar, se obtiene la ecuación de la curva de calibración para las muestras de agua residual del proceso de desamargado del lupino.

$$Y = 0,0366X + 2,4453$$

Dónde:

Y = es la absorbancia de las muestra de agua leída.

X = es la concentración de las muestra leída en ppm de lupanina.

5.6. Cuantificación de las concentraciones C1, C2 y C3 en ppm de lupanina de las aguas residuales del proceso de desamargado del lupino, mediante cromatografía de capa fina y espectrofotometría UV-visible.

5.6.1. Resultaos de la cromatografía de capa fina.

Se observa de izquierda a derecha primero la mancha del patrón de lupanina seguida de las manchas de las muestras de agua residual de concentración C3, C2 y C1

respectivamente. Es importante saber el número de siembras para poder calcular las concentraciones de las muestras de aguas residuales.

FIGURA N° 5.7

**PLACA DE LAS MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL REVELADA
CON REACTIVO DE DRAGENDORFF**



5.6.2. Resultados del espectrofotómetro UV-visible y cálculo de las concentraciones del agua residual C1, C2 y C3 en ppm de lupanina.

Después de obtener las manchas de las muestras de agua residual sembradas en la placa de silicagel de concentración C1, C2 y C3, se raspa la placa de silicagel y disolver el polvo en 25mL de agua destilada; leemos cada muestra de 25mL de solución acuosa preparada con el espectrofotómetro UV-visible para encontrar las absorbancias y con ello después se calcula las concentraciones (c1, c2, c3) de cada muestra leída usando la ecuación de la curva de calibración.

TABLA N° 5. 4

**RESULTADOS DE CONCENTRACION VS ABSORBANCIA DE
MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL**

MUESTRA	ABS.1	ABS.2	ABS.3	ABS. PROMEDIO
C1	3,315	3,257	3,902	3,535
C2	3,436	3,679	3,386	3,500
C3	3,421	3,337	3,846	3,535

Usando la ecuación de la curva de calibración del patrón de la lupanina, calculamos las concentraciones (c_1 , c_2 , c_3) de las muestras leídas en el espectrofotómetro UV-visible usando como dato las absorbancias promedio (ver Tabla 5.4), luego se calcula la masa de alcaloides sembrados en la placa de silicagel (80 gotas sembradas que equivale a 4mL), finalmente se procede a calcular la concentración de las aguas residuales del proceso de desamargado del lupino de concentración C1, C2 y C3 en ppm de lupanina (dividiendo la masa del alcaloide entre el volumen sembrado de muestra, ver Tabla 5.5).

$$\text{Masa alcaloide (mg)} = c_i * V$$

Dónde:

c_i = concentración hallada con la ecuación estándar de lupanina.

V = volumen de agua en el que se disolvió el raspado de la placa de silicagel.

TABLA N° 5. 5

CONCENTRACION C1, C2 Y C3 DE LAS AGUAS RESIDUALES

MUESTRA	Y	X	MASA (mg)	CONCENTRACION (ppm de lupanina)
C1	3,535	29,768	0,744	186,048
C2	3,500	28,825	0,721	180,157
C3	3,491	28,577	0,714	178,603

5.7. Resultados de conductividad, sales, sólidos totales disueltos y pH en las muestras de agua residual de concentración C1, C2 y C3.

A continuación se muestran los parámetros del agua residual de concentraciones C1, C2 Y C3 del proceso de desamargado del tarwi, son los valores que las caracterizan antes de ser tratadas mediante el sistema de filtros de sedimentos, de carbón y las resinas de intercambio iónico.

TABLA N° 5. 6

PARAMETROS CONDUCTIVIDAD, STD, SALES Y PH DE AGUAS RESIDUALES

MUESTRA DE AGUA RESIDUAL	RESULTADO			
	Conductividad (uS)	STD (ppm)	pH	sales (ppm)
CONCENTRACION C1	765	510	6,721	310
CONCENTRACION C2	788	540	5,995	330
CONCENTRACION C3	1406	980	7,846	610

5.8. Resultados de conductividad, pH, sólidos totales disueltos de las nueve muestras de agua obtenidas del tratamiento de agua residual.

Todos los parámetros se midieron por duplicado para todas las muestras de agua obtenidas del tratamiento mediante resinas de intercambio iónico.

TABLA N° 5. 7**PARAMETROS DE CONDUCTIVIDAD, STD, SALES Y PH DE LAS
MUESTRAS DE AGUA TRATADA**

TRATAMIENTO	REPETICION	RESULTADO			
		Conductividad (uS)	STD (ppm)	pH	sales (ppm)
1	PRIMERO	650	460	3.125	280
	SEGUNDO	653	460	3.129	280
2	PRIMERO	580	410	5.583	240
	SEGUNDO	583	400	5.587	240
3	PRIMERO	531	370	4.928	220
	SEGUNDO	533	370	4.925	220
4	PRIMERO	655	450	5.661	270
	SEGUNDO	660	450	5.693	270
5	PRIMERO	567	390	3.949	240
	SEGUNDO	569	390	3.942	240
6	PRIMERO	572	400	5.235	240
	SEGUNDO	572	400	5.237	240
7	PRIMERO	652	450	6.080	270
	SEGUNDO	653	450	6.083	270
8	PRIMERO	620	430	5.741	260
	SEGUNDO	622	430	5.747	260
9	PRIMERO	814	570	7.051	340
	SEGUNDO	814	570	7.049	340

5.9. Resultados de la dureza de las aguas residuales de concentración C1, C2, C3 y de las nueve muestras tratadas mediante resinas de intercambio iónico.

En la tabla 5.8 se muestra los valores de la dureza de las aguas residuales de código AR y la dureza de las aguas residuales ya tratadas de código ART, según el arreglo ortogonal de experimentos.

TABLA N° 5. 8

DUREZA DE LAS MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL Y DE AGUA TRATADAS MEDIANTE RESINAS DE I.I.

MUESTRA AGUA	CÓDIGO	DUREZA (ppm)
RESIDUAL	AR-01	83,072
RESIDUAL	AR-02	79,869
RESIDUAL	AR-03	118,103
TRATADA	ART-01	24,021
TRATADA	ART-02	28,024
TRATADA	ART-03	28,825
TRATADA	ART-04	25,822
TRATADA	ART-05	6,205
TRATADA	ART-06	7,406
TRATADA	ART-07	4,604
TRATADA	ART-08	4,003
TRATADA	ART-09	14,012

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1. Contratación de hipótesis con los resultados

6.1.1. Pruebas cualitativas

A. Con el reactivo de Dragendorff

Se observó en las nueve muestras tratadas la ausencia de precipitado de color naranja característico del reactivo de Dragendorff ya que al reaccionar con alcaloides se forma una sal compleja de este color, el cual si se formó con el positivo (agua residual de desamargado del tarwi) el cual como se sabía si tenía alcaloides presentes en su composición, mientras que con el blanco (muestra de agua destilada) dio un resultado de coloración amarillento semejante a la coloración de las nueve muestras tratadas, evidenciando a simple vista ausencia de alcaloides en las 9 muestras tratadas mediante las resinas catiónicas de intercambio iónico.

B. Con el reactivo de Mayer

Se observó en las nueve muestras tratadas la ausencia de precipitado de color blanco característico del reactivo de Mayer ya que al reaccionar con alcaloides se forma una sal compleja de este color, el cual si se formó con el positivo el cual como se sabía si tenía alcaloides presentes en su composición, mientras que con el blanco (muestra de agua destilada) dio un resultado incoloro semejante a las nueve muestras tratadas, evidenciando a simple vista ausencia de alcaloides en las 9 muestras tratadas.

C. Con el reactivo de Wagner

Se observó en las nueve muestras tratadas la ausencia de precipitado de color marrón característico del reactivo de Wagner ya que al reaccionar con alcaloides se

forma una sal compleja de este color ,el cual si se formó con el positivo el cual como se sabía si tenía alcaloides presentes en su composición ,mientras que con el blanco (muestra de agua destilada) dio un resultado de coloración amarillento semejante a la coloración de las nueve muestras tratadas ,evidenciando a simple vista ausencia de alcaloides en las 9 muestras tratadas.

6.1.2. Concentración y parámetros fisicoquímicos

- Espectros FT IR del estándar de Lupanina y de las muestras de agua tratadas mediante resinas de intercambio iónico.

Comparando ambos espectros se evidencia notoriamente la diferencia debido a que como se evidencio en las pruebas cualitativas, con reactivos de precipitación de alcaloides, la ausencia de alcaloides en las muestras de agua tratadas es evidente, por lo que la lectura del espectro IR de las muestras tratadas aumentan la validez y veracidad de poder afirmar una ausencia de alcaloides y el cambio en la composición del agua residual tratada.

- Espectrofotómetro UV-visible y cálculo de las concentraciones en ppm de Lupanina de C1, C2 y C3.

Se obtuvo un rango de concentración en alcaloide Lupanina entre 186 y 178 ppm, se puede afirmar entonces que la concentración de Lupanina deberá oscilar entre estos valores para garantizar un óptimo tratamiento del agua residual.

- Conductividad, pH, solidos totales disueltos de las nueve muestras de agua obtenidas del tratamiento de agua residual.

Otros parámetros fisicoquímicos como la conductividad, pH, sólidos totales y dureza también sufren un cambio significativo favoreciendo el reúso del agua tratada, los valores medios reportados son: 627.8 uS de conductividad, 436.1 ppm de STD, 5.264 de pH y 15.88 ppm de dureza. Por otro lado la disminución de conductividad indica la disminución de concentración de iones que puedan saturar el agua en futuros reusos, así como los sólidos totales, además de evitar la formación de caliche en los equipos donde se utilice el agua tratada debido a la baja dureza que posee (ver gráfico 5, Anexo 11).

6.2. Contratación de resultados con otros estudios similares

Debido a la poca difusión en cuanto a trabajos de investigación relativos al desamargado de tarwi (*lupinus mutabilis*) a una escala de planta piloto o similares existe pocos estudios para poder realizar una contrastación significativa, sin embargo como antecedentes se tomó en cuenta un trabajo de investigación similar pero que a diferencia del presentado en esta investigación consta de etapas más complejas y costosas representando una alternativa de poco interés a simple vista por la naciente industria de procesamiento de tarwi a nivel nacional.

VII. CONCLUSIONES

- a) El tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi debe realizarse de inmediato se acopie el agua de la etapa de cocción y lavado. Así solo usamos un sistema que consta de: un filtro de grava con 7 kilos de carbón activado, seguido de un filtro de sedimentos y por último las columnas con 1 litro de resinas catiónicas.
- b) Logramos que para las 3 muestras de agua residual usadas de concentraciones en alcaloides: 178.60, 180.15 y 186.04, expresados en ppm de lupanina; el método de tratamiento propuesto en esta investigación elimina los alcaloides del agua, porque los resultados por cromatografía de capa fina y por espectrofotometría FT-IR de las muestras del arreglo ortogonal de experimentos nos muestran que no existen alcaloides en las 9 muestras tratadas mediante las resinas de intercambio iónico.
- c) Establecemos el flujo adecuado para el tratamiento del agua residual de 1,5 y 1 L/min de acuerdo a los tratamientos 2, 3, 5 y 6 en los que obtuvimos agua tratada con características fisicoquímicas (conductividad, STD y sales) parecidas a los valores del agua potable usada (ver gráfico 1, Anexo 5).
- d) El tipo de resina de intercambio iónico más adecuado es la resina catiónica Lewatit S108, teniendo en cuenta los resultados de las dureza y la conductividad cuyos valores son más adecuados para el tratamiento tres del arreglo ortogonal de experimentos, es importante recordar que el tratamiento del agua residual depende de la interacción de las tres variables independientes

VIII. RECOMENDACIONES

8.1. En el Agua residual

- Evitar almacenar el agua de hidratación del proceso de desamargado del tarwi, puesto que el contenido de bacterias y partículas suspendidas aceleran el tiempo de descomposición del agua total recolectada.
- Almacenar el agua de desamargado durante un tiempo no mayor a 2 días debido al desprendimiento de olores desagradables y cambio de color con aumento considerable de turbiedad.
- Tratar el agua en el menor tiempo posible con el fin de aumentar la efectividad del carbón activado y evitar el uso de tratamientos previos del agua residual.

8.2. En el empleo de carbón activado

- En lo posible realizar el lavado del filtro de carbón activado al culminar un proceso de tratamiento de agua de desamargado.
- Dejar correr el agua un tiempo de 5 minutos por el filtro antes de usarse

8.3. En el empleo de resinas iónicas

- Emplear un filtro de sedimentos previo al ingreso de la columna de resina iónica.
- Utilizar un conductímetro de medición rápida para las salidas del agua tratada.
- Las resinas catiónicas nuevas se deben lavar y enjuagar durante una hora empleando una cantidad de agua proporcional a la cantidad de resina,

debido a que las resinas tiene un pegamento el cual debe de retirarse para su utilización.

- Las resinas nuevas deben de activarse, el proceso de activación es el mismo que se sigue cuando se regenera la resina usando de preferencia soluciones diluidas de ácido clorhídrico, cuya concentración esta especificada en las fichas técnicas de las resinas catiónicas.

8.4. En cromatografía

- Para el marcado de las placas emplear únicamente lápiz para los trazos.
- Realizar el sembrado la cantidad de veces que sea necesaria de tal forma que no sea tan difusa o desborde la mancha del componente separado.
- Realizar siempre el sembrado en el punto central para evitar lecturas erróneas al revelar la placa con el reactivo.
- Al verter los solventes dentro de la cuba agitar bien los solventes de tal forma que entren en contacto con las paredes de la cuba.
- Una vez introducida la placa en la cuba de cromatografía no mover ni destapar la cuba.

8.5. En espectrofotometría UV –visible

- Lavar adecuadamente la cuba donde se dará la lectura de absorbancia.
- Hacer la lectura de absorbancia como mínimo por triplicado.

8.6. En espectrofotometría TF IR

- Asegurarse de limpiar adecuadamente con metanol el lector ir del equipo de espectrofotometría.

- Realizar una prueba previa de calibración para cuando se quiera leer el espectro ir de alguna sustancia.
- Evitar leer sustancias diluidas en soluciones acuosas, se recomienda que sean soluciones alcohólicas ya sean diluidas con metanol o etanol.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Aguilar J. & S. Jacobsen. 2002. *Resúmenes de investigaciones en Tarwi (Lupinus mutabilis Sweet)*. UNA, Puno. 87 p.
2. Arellano, J. (2009). *Proyecto Bionitrato*. Tecnología del agua captación, tratamiento, distribución y depuración del agua y su impacto medio ambiental, 314, p.76.
3. Caicedo, C. & Peralta. (2000). *Zonificación Potencial, Sistemas de Producción y Procesamiento Artesanal del Chocho (lupinus mutabilis sweet)*. Recuperado de http://www.iniap.gob.ec/nsite/images/documentos/Zonificacion_potencial_sistemas_produccion_procesamiento_artesanal_chocho_Ecuador.pdf
4. Castañeda, C.B., Manrique M.R., Ibáñez V.L., Gamarra, C.F., Galan L.D & Quispe, H.P. (2002). *Evaluación del Efecto Antiinflamatorio del Extracto Acuoso de las Semillas de Lupinus mutabilis Sweet (Tarwi, Chocho), en Animales de Experimentación*. Recuperado de http://www.revistasacademicas.usmp.edu.pe/_uploads/articulos/519cc-art3_vol2_n1-2.pdf
5. Carrión, M. J. (2006). *Reutilización del Efluente del Desamargado del Chocho (lupinus mutabilis sweet)*. (Tesis de pregrado). Universidad Técnica de Ambato, Ecuador.
6. Cawley, E. (1985). *Cardioactive alkaloids, In: the alkaloids, chemistry and physiology*. Ed. Manske, R. Academic Press. New York, USA.
7. FECYT. (2001) *Tecnociencia: Especial Resinas de Intercambio Iónico* (en línea).714-720. Disponible en: <http://www.fecyt.es/>.
8. Grágeda-Zegarra, M., Grágeda-Zegarra, M. 2006, *Desarrollos actuales en tratamientos de riles por métodos electroquímicos*. Ciencia Abierta .Santiago de Chile, Chile.

9. Gambetta, J. M. (2007). *Estudio Comparativo de Tres Métodos Para Reducir el Contenido de Cobre y Plomo en el Pisco*. (Tesis de pregrado). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.
10. Gavilanes, M. K. (2003). *HACCP Para la Planta de Desamargado de Chocho (lupinus mutabilis sweet) y Especificaciones de Calidad del Grano*. (Tesis doctoral, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo). Recuperado de <https://books.google.com.pe/books?id=6d8iAgAAQBAJ&hl=es&authuser=1>
11. Gennaro R. (2000). *Remington: Farmacia*. Recuperado de https://books.google.com.pe/books?id=Av4IIsyH-qcC&pg=PA575&lpg=PA575&dq=metodo+gravimetrico+para+determinacion+de+alcaloides&source=bl&ots=VocxR0Lti8&sig=fUDV3WXa_llmHKgiyyP9Ikj1o3w&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwiaz-fd4frTAhUDGZAKHaK-BtgQ6AEIKzAB#v=onepage&q=metodo%20gravimetrico%20para%20determinacion%20de%20alcaloides&f=false
12. Gruyter, W. (1991). *Ion Exchangers*. Recuperado de <https://books.google.com.pe/books?id=wFpP7mbfhrMC&hl=es&authuser=1>
13. Gross, R. (1982). *Agricultural and Nutritional Aspects of Lupines; Proceedings of the First International Lupine Workshop. Lima-Cuzco*. Perú: Eschborn German Agency for Technical Cooperation.
14. Harris, D. C. (2007). *Análisis Químico Cuantitativo*. España: Editorial Reverte.
15. International Atomic Energy Agency. (1998-2010). IAEA Scientific & Technical Publications. Vienna, Austria: IAEA. Recuperado de http://www-pub.iaea.org/MTCD/publications/PDF/TRS408_scr.pdf
16. International Lupin Association. (1990). *6th Proceedings of the International Lupin Conference*. Chile: Temuco GTZ.
17. Inczedy, J. (1966). *Analytical Applications of Ion Exchangers*. Recuperado de <https://books.google.com.pe/books?id=cpz9BAAAQBAJ&hl=es&authuser=1>
18. Instituto Nacional de Calidad. (2016). INACAL - Instituto Nacional de Calidad. Perú: 2016 Inacal. Recuperado de <http://www.inacal.gob.pe/inacal/files/acreditacion/Rev-424-Directorio-LE-Acreditados-24-08-2015.pdf>

19. Jarrín, M. P. (2003). *Tratamiento del Agua de Desamargado de Chocho (lupinus mutabilis sweet), proveniente de la planta piloto de la estación Santa Catalina INIAP.* (Tesis doctoral, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo). Recuperado de <http://repositorio.iniap.gob.ec/bitstream/41000/353/1/iniapsctJ37t.pdf>
20. Lanzas, J. (2012). *Recuperación y Reutilización del Agua en la Industria.* Tratamiento de Agua, 320, pp.62-68.
21. MINAGRI. (2010). *Reglamento de la Ley de Recursos Hídricos.* Lima, Perú. Recuperado de http://www.iproga.org.pe/download/reglamento_29338.pdf
22. Nachod, F. C. (Ed.). (2012). *Ion Exchange: Theory and Application.* New York. New York: Academic Press INC.
23. Rigola, M. (1989). *Tratamiento de Aguas Industriales: Aguas de Proceso y Residuales.* España: Marcombo Editores.
24. Universidad de Antioquia. (2008). *Alcaloides y Compuestos Nitrogenados.* Medellín, Colombia. Recuperado de <http://farmacia.udea.edu.co/~ff/alcaloides2001.pdf>

X. ANEXOS

ANEXO 1

MATRIZ DE CONSISTENCIA

TEMA: TRATAMIENTO DEL AGUA RESIDUAL DEL DESAMARGADO DEL TARWI (*lupinus mutabilis*) MEDIANTE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.

FORMULACION DEL PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	VARIABLE DEP.	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Cómo debe ser el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi (<i>lupinus mutabilis</i>)?	Determinar las condiciones del tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.	Es posible establecer las condiciones de tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.	Y			-Revisión bibliográfica
PROB. ESPECÍFICOS	OBJ. ESPECÍFICOS	HIP. ESPECÍFICAS	VARIABLES INDEP.	-velocidad flujo	-mg Alcaloides/ L	
a) ¿Cuál es la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi?	a) Determinar la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.	a) Es posible determinar la concentración de alcaloides para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.	X1	-Concentración alcaloides	- L/seg	-cuantificar alcaloides: cromatografía, espectrofotometría volumétrica.
b) ¿Cuál es el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi?	b) Determinar el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.	b) Es posible determinar el flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi	X2			-corridos experimentales después de conocer las variables X, Y mediante resinas de intercambio iónico.
c) ¿Cuál es el tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi?	c) Determinar el tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.	c) Es posible determinar el tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del desamargado del tarwi.	X3	-tipo de resina Catiónica	-Fuerte , débil	

RELACIÓN DE VARIABLES: $Y = f(x_1, x_2, x_3, x_4)$

Y= condiciones de tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual del desamargado del tarwi.

X₁= concentración de alcaloides del agua residual del desamargado del tarwi.

X₂= flujo de alimentación para el tratamiento mediante resinas de intercambio iónico del agua residual.

X₃= tipo de resina de intercambio iónico para el tratamiento del agua residual del

ANEXO 2

ESPECTROS OBTENIDOS POR ESPECTROFOTOMETRÍA FT-IR DE LOS ESTANDARES DE ESPARTEÍNA Y LUPININA

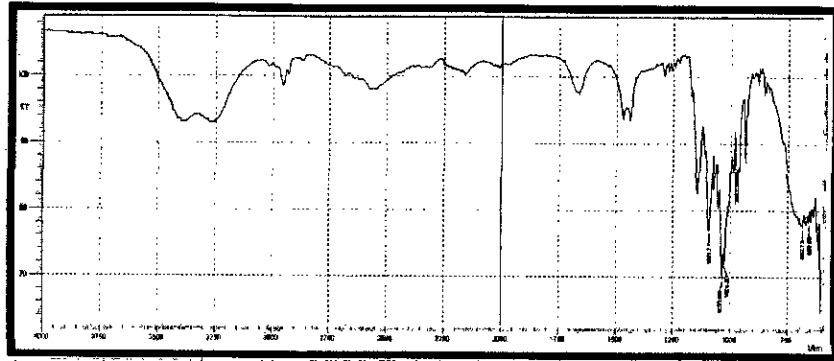


FIGURA 1. Espectro Infrarrojo FT IR – ATR de la esparteína.

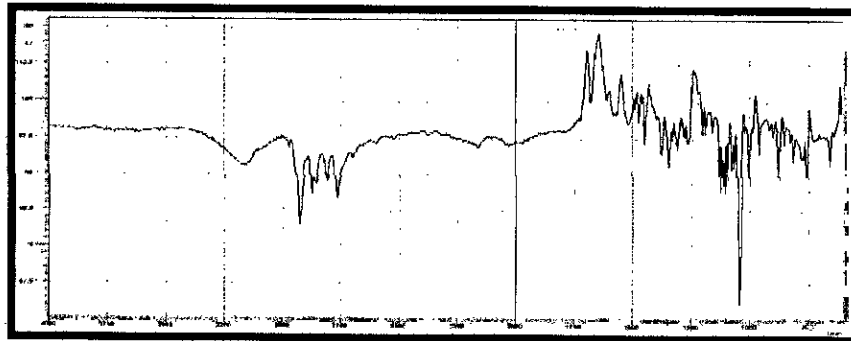


FIGURA 2. Espectro Infrarrojo FT IR – ATR de la lupinina

Fuente: elaboración propia

ANEXO 3

PUEBAS CUALITATIVAS DE DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES EN LAS AGUAA RESIDUALES

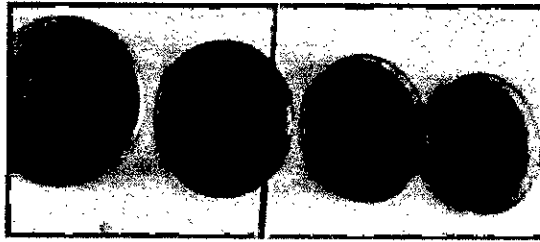


FIGURA 3. Identificación de alcaloides en muestras de agua residual C1, C2 y C3 del proceso de desamargado de tarwi con reactivo Dragendorff.

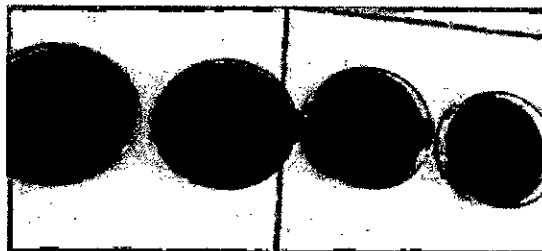


FIGURA 4. Identificación de alcaloides en muestras de agua residual C1, C2 y C3 del proceso de desamargado de tarwi con reactivo Wagner.

Fuente: elaboración propia

ANEXO 4

PRUEBA CUALITATIVA POR CROMATOGRAFIA DE CAPA FINA PARA TRES MUESTRAS DE AGUA TRATADA CON RESINAS DE INETRCAMBIO IONICO.

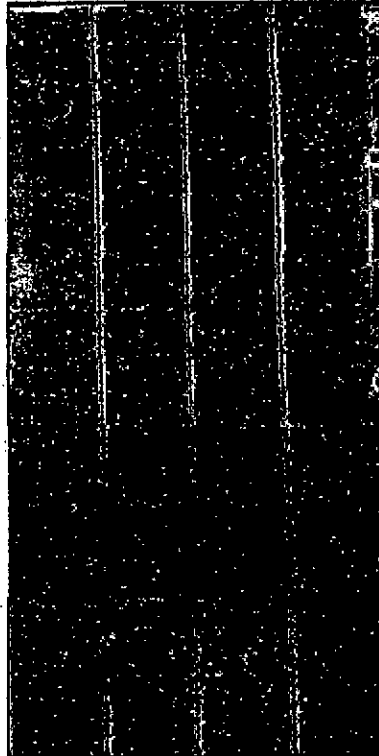
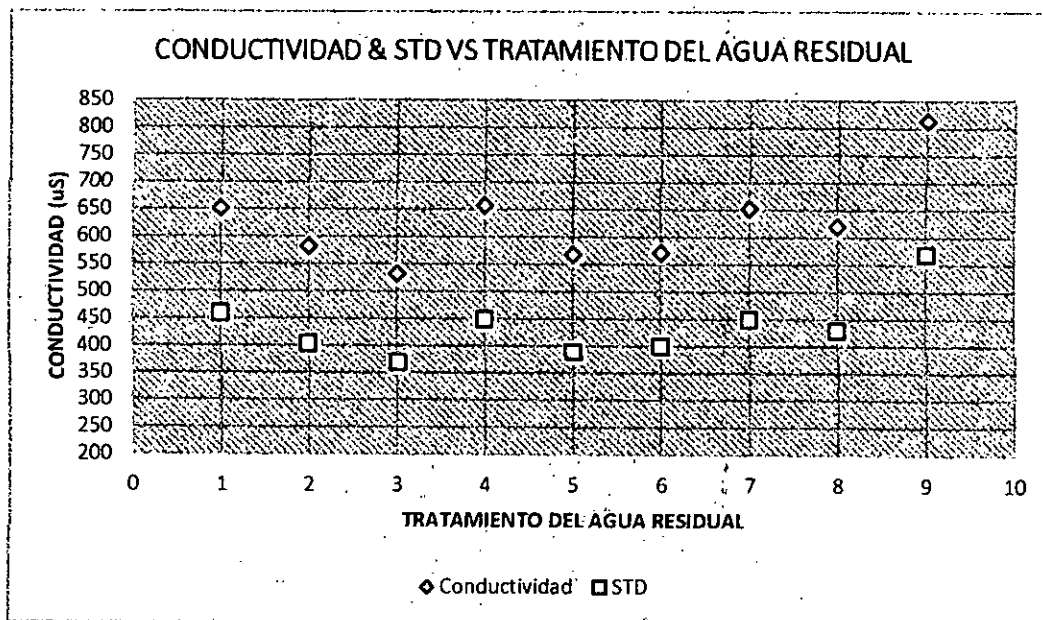


FIGURA 5. Prueba que la concentración de alcaloides quinolizidínicos es nulo o mínimo (no existe mancha en las columnas donde se sembró las muestras de agua tratada al revelar la placa) solo se aprecia mancha del patrón de lupanina más no así de las tres muestras de agua obtenidas después del tratamiento mediante resinas de intercambio iónico.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 5

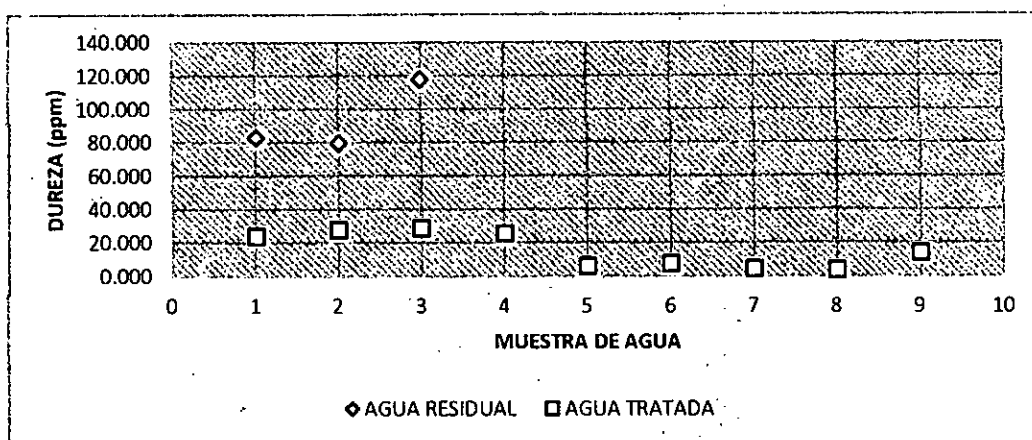


GRÁFICA 1. Comparación de los valores promedios de conductividad y STD obtenidos del análisis de las 9 muestras de agua tratada obtenidas de los 9 tratamientos del agua residual, como referencia los valores de la conductividad y los STD del agua potable usada en el proceso de desamargado del lupino son: 610 μS y 560 ppm respectivamente. El tratamiento número 3 es el que resulta el más adecuado para la obtención de agua tratada con menos sólidos totales disueltos y con menor conductividad incluso que el agua potable.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 6

GRAFICA DE LA DUREZA VS LAS NUEVE MUESTRAS TRATADAS OBTENIDAS & TRES MUESTRAS DE AGUA RESIDUAL



GRÁFICA 2. Distribución de los datos de la dureza del agua en las muestras de agua residual y en las 9 muestras obtenidas después del tratamiento del agua residual mediante resinas de intercambio iónico según el arreglo ortogonal de experimentos.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 7

MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE CUANTIFICACIÓN DE ALCALOIDES EN EL AGUA DE LA ETAPA DE LAVADO DEL PROCESO DE DESAMARGADO DEL TARWI

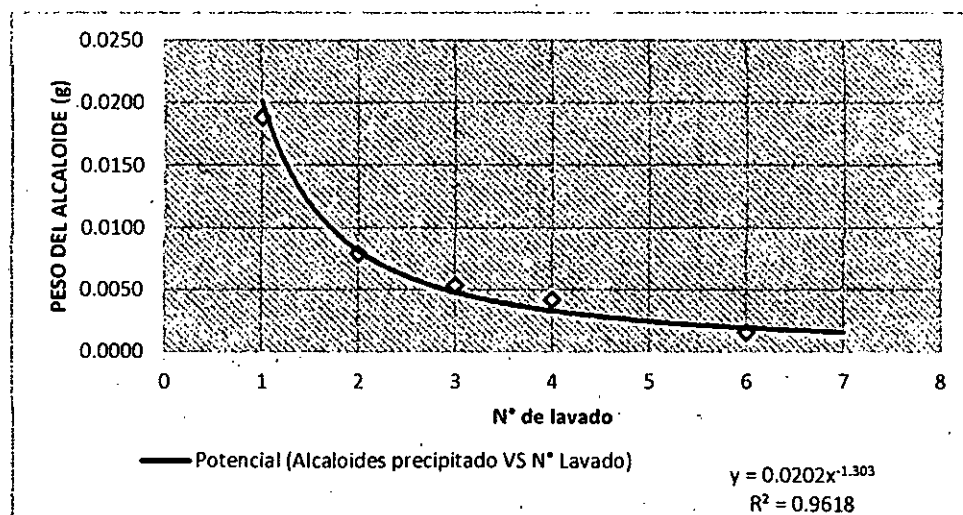
Este método (Gennaro R., 2000) proporciona una forma de cuantificar los alcaloides en soluciones acuosas. Se procede a realizar el lavado n° 1 durante dos horas con agitación, luego se recolecto 1L de muestra de agua del primer lavado, así se continuo hasta el lavado n°7, obtuvimos 7 muestras de agua. El Segundo paso consistió en tomar 10mL de cada muestra y colocar cada una en una placa Petri (secamos y se anota el peso de cada placa vacía) adicionamos 2mL de reactivo de Dragendorff el cual precipita los alcaloides al reaccionar con estos y formar complejos metálicos. Después se deja todas las placas en la estufa a 100°C para evaporar toda el agua. El reporte de la cantidad de alcaloides se da como peso del complejo alcaloidal precipitado. El blanco usado es 10mL de agua destilada y 2mL de reactivo Dragendorff (Ver Tabla 1- Anexo 7).



FIGURA 6 Precipitación de los alcaloides en forma de complejos metálicos, la concentración de alcaloides en cada lavado del proceso de desamargado del tarwi va disminuyendo. Fuente: elaboración propia.

MUESTRA	W placa vacía (g)	W complejo alcaloidal y placa (g)	W complejo alcaloidal (g)
blanco	42,768	42,815	0,0000
L-001	42,861	42,926	0,0188
L-002	33,266	33,321	0,0079
L-003	34,298	34,350	0,0053
L-004	35,770	35,821	0,0042
L-005	34,927	34,979	0,0050
L-006	36,278	36,326	0,0016
L-007	35,072	35,123	0,0040

TABLA 1 Datos experimentales y resultado de la prueba de gravimetría del lavado de 10 kg de tarwi.

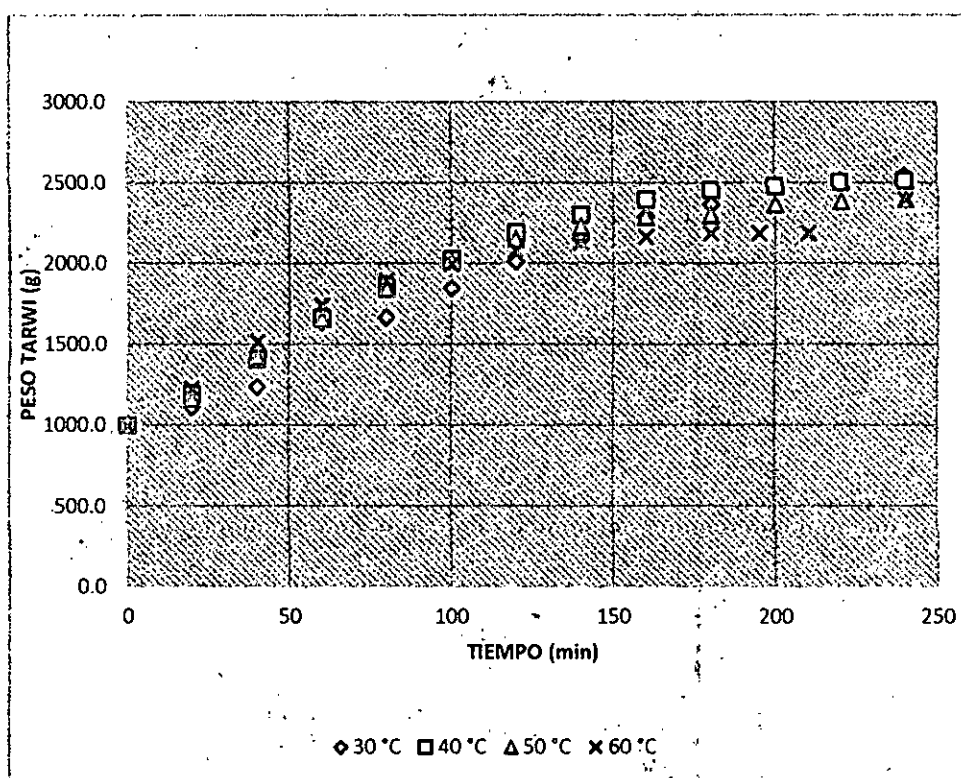


GRÁFICA 3. Curva de disminución de los alcaloides (disminuye el peso de los alcaloides precipitados como complejos metálicos) en el agua conforme aumenta el número de lavados del proceso de desamargado del tarwi.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 8

CURVAS CINÉTICAS DE HIDRATACIÓN DEL GRANO DE TARWI PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE DESAMARGADO



GRAFICA 4. Se muestra las curvas de las velocidades de hidratación del lupino mutabilis con agitación constante del agua, realizada usando el equipo de desamargado D-120 para varias Temperaturas de 30, 40, 50, 60 ° C. A partir de esta gráfica podemos localizar el mejor valor del factor de temperatura que es de 40°C, con el cual el tiempo en la etapa de hidratación se reduce.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 9

REGISTRO DE DATOS DEL CONTENIDO DE PROTEÍNAS EN EL GRANO DE TARWI A DIFERENTES TEMPERATURAS DE COCCIÓN

tiempo (min)	T (°C)	muestra	% proteínas
60	75	VIOPERU A1	48.38
30	75	VIOPERU A2	48.46
60	85	VIOPERU B1	48.54
30	85	VIOPERU B2	49.05
60	95	VIOPERU C1	48.95
30	95	VIOPERU C2	48.83

TABLA 2 Las pruebas de determinación de proteínas se realizaron en SGS Del Perú S.A.C.

Según relación de laboratorios acreditados (Instituto Nacional de la Calidad, 2016)

Método: NTP 205.005; 1979 (Revisada el 2011) AD1:2012 CEREALES Y MENESTRAS

.Determinación de proteínas totales (Método kjeldahl)

Fuente: SGS del Perú S.A.C

ANEXO 10

EQUIPOS DEL PROCESO DEL DESAMARGADO DEL TARWI

Equipos principales:

- a. Tanques Desionizadores (TK-110)
- b. Equipo de desamargado del tarwi (D-120)
- c. Secador de granos de tarwi desamargados (E-130)

Equipos auxiliares:

- a. Tanque de carbón activado (TK-111)
- b. Filtro de grava (TK-112)
- c. Bomba centrífuga (P-113)
- d. Bomba centrífuga (P-122)
- e. Bomba centrífuga (P-161)
- f. Recipiente de almacenamiento de granos (D-140)
- g. Tanque de almacenamiento de agua residual del desamargado (TK-150)
- h. Tanque de almacenamiento de agua tratada (TK-160)

DATOS TÉCNICOS DE EQUIPOS PRINCIPALES:

1. Tanques Desionizadores (TK-110)

Conformado por 4 columnas de 12 litros de capacidad, 2 de las cuales contiene resinas catiónicas y las otras dos resinas aniónicas

Equipo desionizador manual 14 LPM

Marca: merinsac

Modelo: DIM - 06

Capacidad: 14 LPM

Rendimiento: 1000 galones por regeneración 179 PPM DE DUREZA

Conexiones: ¾"

Presión de trabajo: 20 - 40 PSI

Megómetro: analógico

Nº de columnas: 04 de 6" × 32"

12 litros de resina catiónica por columna: TOTAL 24 L

12 litros de resina aniónica por columna: total 24 L

Válvulas completas para la regeneración

Pre filtro de sedimentos de 5µ

Manual de instrucciones

Procedencia: PERU

2. Equipo de desamargado del tarwi (D-120)

El equipo es un tanque cilíndrico de 0.15 m³ con fondo esférico en el que la relación de altura/diámetro es de 3/1, el material con el que fue construido es acero inoxidable 304 con espesor de 2 mm, para colocar las muestras de tarwi el equipo tiene una canastilla de acero inoxidable 304 que fue echo de láminas perforadas con huecos de 5mm de diámetro. Se suma al equipo el sistema de calentamiento mediante una resistencia de 9kw con sensores para el control de temperatura y el sistema de agitación mediante un aspensor de acero tubería de ¾ plg. Generado mediante una bomba centrífuga Pedrollo CPM660M de 2HP.

3. Secador de granos de tarwi desamargado (E-130)

Secador industrial de lecho fluidizado de 50 kg de capacidad.

ANEXO 11

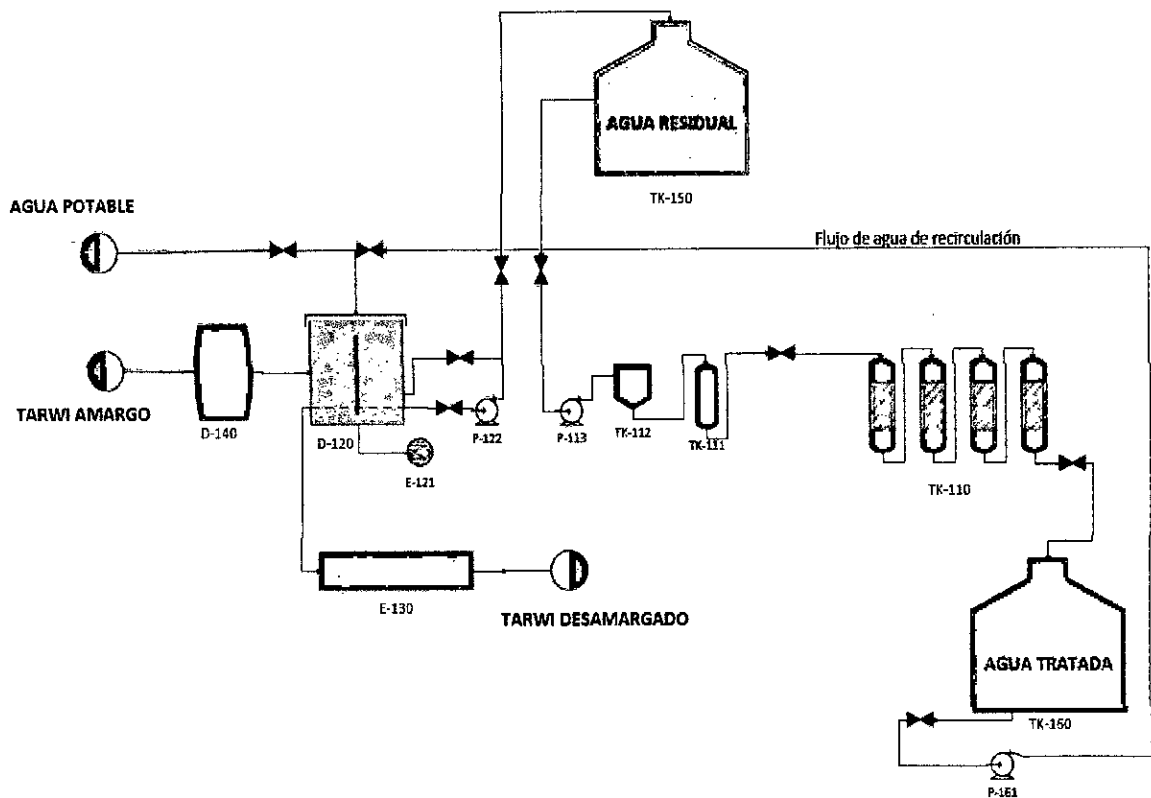
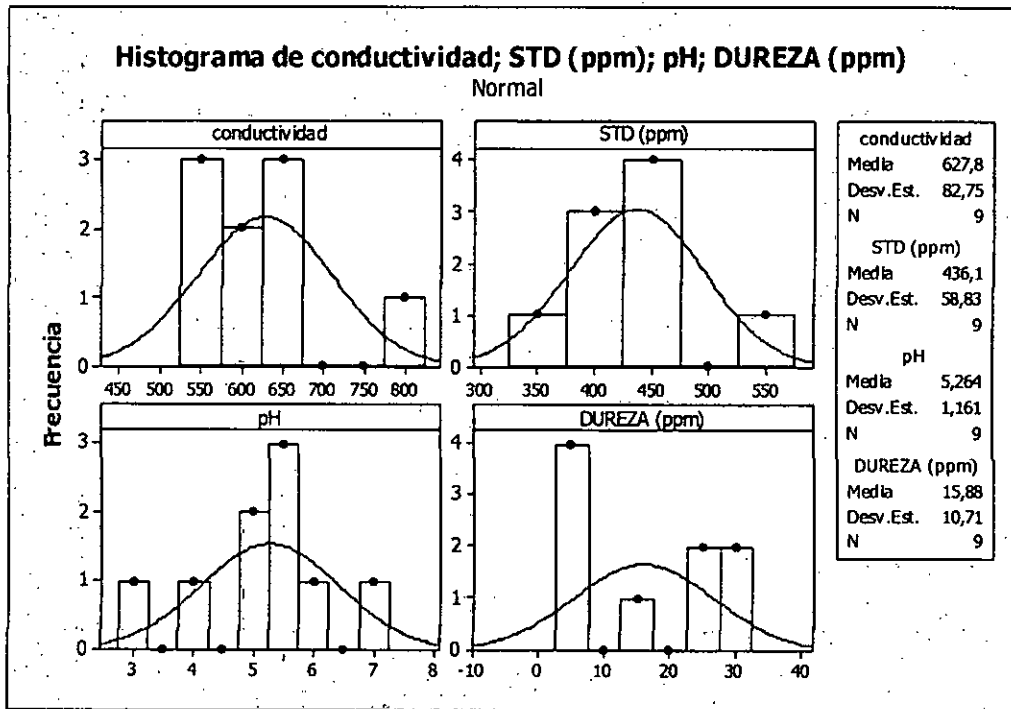


FIGURA 7. Diagrama de flujo del proceso de desamargado de tarwi con los equipos principales (equipo experimental D-120) y secundarios (ver anexo 9). Elaborado para el trabajo de investigación: “Desarrollo de un protocolo de desamargado del tarwi (*lupinus mutabilis*) mediante el uso de resinas catiónicas y diseño de un equipo de extracción de alcaloides del tarwi”.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 12

DISTRIBUCION DE FRECUENCIAS DE LOS RESULTADOS DE CONDUCTIVIDAD, STD, PH Y DUREZA DE LAS MUESTRAS DE AGUA TRATADA.

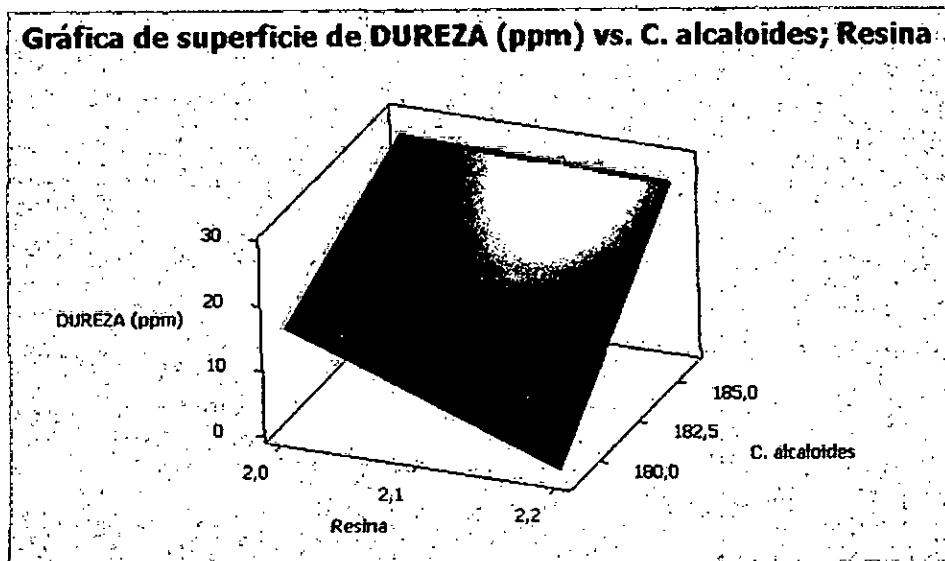


GRAFICA 5. Grafica múltiple de parámetros analizados en las 9 muestras de agua tratada mediante resinas de intercambio iónico, se muestra las frecuencias de los resultados de: la conductividad, solidos totales disueltos, pH y dureza.

Fuente: elaboración propia.

ANEXO 13

ANÁLISIS DE LA DUREZA DEL AGUA TRATADA MEDIANTE EL MÉTODO DE SUPERFICIE RESPUESTA



GRAFICA 6. Usando el software Minitab 16 y el método de superficie respuesta lineal con interacción, aplicamos dicho método al conjunto de datos experimentales (ver TABLA 3) para relacionar la dureza (variable respuesta dependiente) con las variables: *tipo de resina y la concentración de alcaloides*, ello debido al valor de grado de correlación y significancia que dichas variables tienen con la dureza del agua resultante. El modelo de regresión es el siguiente:

$$\text{DUREZA} = 3371,63 - 17,9346 * \text{C.alcaloides} - 1817,22 * \text{Resina} + 9,74757 * \text{C.alcaloide} * \text{Resina}$$

C. alcaloides	Resina	DUREZA (ppm)
186,048	2,1	24,02
186,048	2	28,02
186,048	2,2	28,83
180,157	2	25,82
180,157	2,2	6,21
180,157	2,1	7,41
178,603	2,2	4,60
178,603	2,1	4,00
178,603	2	14,01

TABLA 3 datos experimentales obtenidos del arreglo ortogonal.

Optimización de respuesta dureza del agua:

Solución global: estos son los valores apropiados de la concentración de alcaloide y tipo de resina según el método de superficie respuesta si se quisiera optimizar la DUREZA del agua a un valor de 20 ppm en el agua tratada.

	Meta	Inferior	Objetivo	Superior	Ponderación	Importar
DUREZA (ppm) Objetivo	4,003	20	28,825	1	1	

Solución global:

$$\text{C. alcaloide} = 181,228$$

$$\text{Resina} = 2$$

Respuestas pronosticadas:

$$\text{DUREZA (ppm)} = 20$$

Fuente: elaboración propia.