



UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

TEMA:

**DETERMINACIÓN DE LA CELULOSA EN RESIDUOS LIGNOCELULÓSICOS
POR EL MÉTODO DE KURSCHNER Y HOFFER.**

AUTORES:

CAIZA TOASO CLARA MARIUXI

PLUA NIETO DARWIN ELIAS

TUTORA:

ING. DOLORES AUGUSTA JIMÉNEZ SÁNCHEZ

GUAYAQUIL- ECUADOR

NOVIEMBRE 2021

ANEXO XI.- FICHA DE REGISTRO DE TRABAJO DE TITULACIÓN



GOBIERNO
DE LA REPÚBLICA
DEL ECUADOR



Plan Nacional
de Ciencia, Tecnología,
Innovación y Saberes



Secretaría de
Educación Superior,
Ciencia y Tecnología

REPOSITORIO NACIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA		
FICHA DE REGISTRO DE TRABAJO DE TITULACIÓN		
TÍTULO Y SUBTÍTULO:	Determinación de la celulosa en residuos lignocelulósicos por el método de kurschner y hoffer	
AUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Caiza Toaso Clara Mariuxi Plua Nieto Darwin Elías	
REVISOR(ES)/TUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Tutor: Ing. Augusta Jiménez Sánchez MSc Revisor: Ing. Carmen Llerena R. MSc	
INSTITUCIÓN:	Universidad de Guayaquil	
UNIDAD/FACULTAD:	Facultad de Ingeniería Química	
MAESTRÍA/ESPECIALIDAD:	Ingeniería Química	
GRADO OBTENIDO:	Ingeniero(a) Químico(a)	
FECHA DE PUBLICACIÓN:	No. DE PÁGINAS:	109
ÁREAS TEMÁTICAS:	Ciencias básicas, bio-conocimientos y desarrollo industrial.	
PALABRAS CLAVES/ KEYWORDS:	Residuos lignocelulósicos, anova, celulosa, repetibilidad, exactitud	
RESUMEN/ABSTRACT (150-250 palabras):		
<p>El presente trabajo tiene por objetivo validar la confiabilidad de los resultados de la determinación del contenido de celulosa en residuos lignocelulósicos en el algodón, cascara de plátano y cascarilla de arroz a partir del método de Kurschner y Hoffer.</p> <p>Iniciando los ensayos con la extracción del contenido de celulosa de los residuos lignocelulósicos mediante el proceso de doble digestión de la muestra; el cual, se desarrolla mezclando ácido nítrico y etanol a fin de eliminar todo residuo que no sea celulosa para posteriormente filtrar las muestras que serán llevadas a la estufa, a una temperatura de 105°C durante 4 horas con el fin de ser secadas, eliminando todo contenido de humedad. Una vez realizado este proceso, el paso siguiente es enfriar la muestra por medio del desecador, para ser pesadas en la balanza analítica con el objetivo de calcular el contenido de celulosa.</p> <p>Los resultados de celulosa obtenidos son sometidos al análisis estadístico ANOVA, en el cual se estudian las condiciones de repetibilidad y exactitud de los resultados de los ensayos para demostrar si existe una diferencia significativa entre valores.</p>		
ADJUNTO PDF:	SI x	NO
CONTACTO CON AUTOR/ES:	Teléfono: Caiza Clara :0968270278 Plua Darwin: 0979045483	E-mail: clara.caizat@ug.edu.ec darwin.pluan@ug.edu.ec
CONTACTO CON LA INSTITUCIÓN:	Nombre: Universidad de Guayaquil Teléfono: (04) 228-7072, 228-7258, 222-8695, 228-4505 E-mail: : ugrector.@ug.edu.ec	

ANEXO XII.- DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y DE AUTORIZACIÓN DE LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO EXCLUSIVA PARA EL USO NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO COMERCIAL DE LA
OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS.**

Nosotros **CAIZA TOASO CLARA MARIUXI** con C.I.:**0954586723** y **PLUA NIETO DARWIN ELIAS** con C.I.:**0950685602** certificamos que los contenidos desarrollados en este trabajo de titulación, cuyo título es “**DETERMINACIÓN DE LA CELULOSA EN RESIDUOS LIGNOCELULÓSICOS POR EL MÉTODO DE KURSCHNER Y HOFFER.**” son de mi/nuestra absoluta propiedad y responsabilidad, en conformidad al **Art. 114 del CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN***, autorizamos la utilización de una licencia gratuita intransferible para el uso no comercial de la presente obra a favor de la Universidad de Guayaquil.

CAIZA TOASO CLARA MARIUXI

C.I.:0954586723

PLUA NIETO DARWIN ELIAS

C.I.:0950685602

*CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD (Registro Oficial n. 899 – Dic. / 2016) Artículo 144.- De los titulares de derechos de obras creadas en las instituciones de educación superior y centros educativos. – En el caso de las obras creadas en centros educativos, universidades, escuelas politécnicas, institutos superiores técnicos, tecnológicos, pedagógicos, de artes y los conservadores superiores, e institutos públicos de investigación o innovación, artículos académicos, u otros análogos, sin perjuicio de que pueda existir relación de dependencia, la titularidad de los derechos patrimoniales corresponderá a los autores. Sin embargo, el establecimiento tendrá una licencia gratuita, intransferible y no exclusiva para el uso no comercial de la obra con fines académicos.



ANEXO VII.- CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD

Habiendo sido nombrado **ING. AUGUSTA JIMÉNEZ SÁNCHEZ, MSc.**, tutora del trabajo de titulación certifico que el presente trabajo de titulación ha sido elaborado por **CAIZA TOASO CLARA MARIUXI** C.C.: 0954586723 y **PLUA NIETO DARWIN ELIAS**, C.C.: 095065602, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de INGENIERO QUÍMICO.

Se informa que el trabajo de titulación: **“DETERMINACIÓN DE LA CELULOSA EN RESIDUOS LIGNOCELULÓSICOS POR EL MÉTODO DE KURSCHNER Y HOFFER”**. ha sido orientado durante todo el periodo de ejecución en el programa antiplagio Urkund quedando el 3% de coincidencia.

Curiginal

Document Information

Analyzed document	Tesis_Caiza_Plua1_.pdf (D112457693)
Submitted	9/13/2021 3:31:00 AM
Submitted by	Dolores Augusta Jiménez Sánchez
Submitter email	dolores.jimenezs@ug.edu.ec
Similarity	3%
Analysis address	dolores.jimenezs.ug@analysis.orkund.com

Sources included in the report

<https://secure.orkund.com/view/107151978-460757-421233#/>



Firmado electrónicamente por:
**DOLORES AUGUSTA
JIMENEZ SANCHEZ**

ING. AUGUSTA JIMÉNEZ SÁNCHEZ MSc.
C.I. 1102444484

FECHA: 13/09/2021



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA



ANEXO VI.- CERTIFICADO DEL DOCENTE-TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

Guayaquil,

Sr.

ING. SANDRA EMPERATRIZ PEÑAMURILLO
DIRECTORA DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la tutoría realizada al Trabajo de Titulación denominado: **DETERMINACIÓN DE LA CELULOSA EN RESIDUOS LIGNOCELULÓSICOS POR EL MÉTODO DE KURSCHNER Y HOFFER**. De los estudiantes **CAIZA TOASO CLARA MARIUXI Y PLUA NIETO DARWIN ELÍAS**, indicando que cumplido con todos los parámetros establecidos en la normativa vigente:

- El trabajo es el resultado de una investigación.
- El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
- El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
- El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se adjunta el certificado de porcentaje de similitud y la valoración del trabajo de titulación con la respectiva calificación.

Dando por concluida esta tutoría de trabajo de titulación, **CERTIFICO**, para los fines pertinentes, que los estudiantes están aptos para continuar con el proceso de revisión final.

Atentamente,



Firmado electrónicamente por:
DOLORES AUGUSTA
JIMENEZ SANCHEZ

ING. AUGUSTA JIMÉNEZ SÁNCHEZ MSc.
C.I. 1102444484
FECHA: 13/09/2021



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA



ANEXO VIII.- INFORME DEL DOCENTE REVISOR

Guayaquil, 26 de septiembre del 2021

Sr.

ING. SANDRA EMPERATRIZ PEÑA MURILLO
DIRECTOR (A) DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la **REVISIÓN FINAL** del Trabajo de Titulación **DETERMINACIÓN DE LA CELULOSA EN RESIDUOS LIGNOCELULÓSICOS POR EL MÉTODO DE KURSCHNER Y HOFFER**, de los estudiantes **CAIZA TOASO CLARA MARIUXI** y **PLUA NIETO DARWIN ELÍAS**. Las gestiones realizadas me permiten indicar que el trabajo fue revisado considerando todos los parámetros establecidos en las normativas vigentes, en el cumplimiento de los siguientes aspectos:

Cumplimiento de requisitos de forma:

El título tiene un máximo de 14 palabras.

La memoria escrita se ajusta a la estructura establecida.

El documento se ajusta a las normas de escritura científica seleccionadas por la Facultad.

La investigación es pertinente con la línea y sublíneas de investigación de la carrera.

Los soportes teóricos son de máximo 17 años.

La propuesta presentada es pertinente.

Cumplimiento con el Reglamento de Régimen Académico:

El trabajo es el resultado de una investigación.

El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.

El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.

El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se indica que fue revisado, el certificado de porcentaje de similitud, la valoración del tutor, así como de las páginas preliminares solicitadas, lo cual indica que el trabajo de investigación cumple con los requisitos exigidos.

Una vez concluida esta revisión, considero que los estudiantes **CLARA MARIUXI CAIZA TOASO** Y **DARWIN ELIAS PLUA NIETO** están aptos para continuar el proceso de titulación. Particular que comunicamos a usted para los fines pertinentes.

Atentamente



Firmado digitalmente por:
CARMEN EMPERATRIZ
LLERENA RAMIREZ

Ing. Carmen Llerena R. MSc

C.I. 0913777058

FECHA: 26/09/2021

DEDICATORIA

A mis padres, que son el pilar fundamental en este camino “llamado vida”, por su apoyo incondicional, por el esfuerzo y la constancia en cada proceso desde que inicié mis estudios, por confiar y creer en mí, les dedico este y cada uno de mis logros.

A mi hija Leah Michelle, por darme la oportunidad de tener un nuevo motivo de lucha, por enseñarme con su llegada a ver la vida desde un punto de vista distinto y más maduro, y por lo cual me supero día a día. ¡TE AMO HIJA!

A mis hermanos, que siempre me han brindado su apoyo, alentándome a no rendirme hasta conseguir esta meta.

Dedicado especialmente a mi pareja Kleber, por el apoyo y consejos en el desarrollo de la tesis.

Clara Mariuxi Caiza T.

AGRADECIMIENTOS

A Dios principalmente por su misericordia y bondad para conmigo

A mis amigas casi hermanas, Carmen Contreras, María Bonilla por su lealtad, y apoyo incondicional, durante toda esta etapa académica.

A mis hermanos nuevamente, en especial, Édison, le agradezco tanto sus consejos y lecciones de vida.

Al Ingeniero Radium Avilés, por darnos la mano desinteresadamente y estar presto ayudarnos siempre.

A mi tutora de tesis, Ingeniera Augusta Jiménez, por la paciencia, por el apoyo y por impartirnos sus conocimientos para culminar con éxito el presente proyecto de titulación.

Clara Mariuxi Caiza T.

DEDICATORIA

Quiero dedicarle este trabajo de titulación a mi familia por el apoyo incondicional, a mi padre, hermanas por ayudarme en todo momento siendo uno de mis pilares fundamentales y fuerte en cada momento, los amo a cada uno de ustedes. También quiero dedicarle a mi madre, que, aunque no esté conmigo siempre la llevo en mi corazón y mi mente porque gracias a ella soy el hombre que soy por los valores, el respeto que me inculcó a través de cada uno de sus consejos que me brindaba, además por el cariño y el apoyo que me dio durante los años que estuvo conmigo en vida. Te amo mamá.

Darwin Elías Plua Nieto

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo de tesis de grado ha sido gracias al esfuerzo y soporte de muchas personas a quienes deseo reconocer.

Doy gracias:

Principalmente a Dios por darme la inteligencia, fortaleza, sabiduría, una familia, padres, hermanas, primos y amigos, sin ellos no hubiera logrado lo que hasta hoy en día soy y tengo

A mis padres, por darme la vida, consejos, paciencia, apoyo para seguir a delante esforzándome en todo mis objetivos y metas, también por el gran esfuerzo que han hecho para que la familia salga adelante.

A mis hermanas, por el apoyo que me han brindado y la paciencia que debieron tuvieron mientras culminaba mis estudios.

A mis amigos, en la cual fueron unos de los pilares fundamentales para seguir estudiando, por sus consejos en terminar este ciclo.

A mi tutora de tesis Ing. Augusta, por brindarnos su conocimiento profesional y también por que nos dio la facilidad de realizar el trabajo de titulación en las instalaciones del Laboratorio de Química Analítica.

Al Ing. Radium Avilés por habernos impartido su conocimiento para la realización experimental del trabajo de titulación.

A los miembros del jurado por haberme aceptado e intervenir con su experiencia para enriquecer este trabajo de titulación.

Darwin Elías Plua Nieto

ÍNDICE DE CONTENIDO

RESUMEN	6
ABSTRACT	7
INTRODUCCIÓN	8
CAPÍTULO 1	9
1. PROBLEMA	9
1.1 Planteamiento del problema	9
1.2 Formulación y sistematización del problema	10
1.3 Objetivos de la investigación	10
1.3.1 Objetivo general	10
1.3.2 Objetivos específicos	10
1.4 Justificación	11
1.4.1 Justificación teórica	11
1.4.2 Justificación metodológica	11
1.4.3 Justificación práctica	12
1.5 Delimitación de la investigación	13
1.5.1 Delimitación espacial	13
1.5.2 Delimitación temporal	13
1.5.3 Delimitación del contenido.....	13
1.6 Hipótesis	14
1.6.1 Hipótesis de investigación (Hi)	14
1.7 Variables	14
1.7.1 Variable dependiente	14
1.7.2 Variable independiente	14
1.7.3 Variables operacionales	15
CAPITULO II	16
2. MARCO TEÓRICO	16
2.1 Antecedentes	16
2.2 Residuos lignocelulósicos	17
2.3 Componentes: Celulosa, Hemicelulosa y Lignina	18
2.3.1 Celulosa	18

2.3.1.1 Estructura.....	19
2.3.2 Hemicelulosa	20
2.3.3 Lignina.....	20
2.4 Materias Primas.....	22
2.4.1 Cascarilla de Arroz.....	22
2.4.1.1 Composición.....	23
2.4.2 Cascara de Plátano verde (<i>Mussa paradisiaca</i>).....	24
2.4.3 Fibra de Algodón	24
2.5 Validación.....	25
2.5.1 Importancia de la validación de un método de ensayo.....	25
2.5.2 Validación de métodos	26
2.5.3 ¿Pasos de validación de un método?	26
2.6 Parámetros de validación.....	27
2.6.1 Exactitud.....	27
2.6.2 Precisión	27
2.6.3 Repetibilidad.....	28
2.6.4 Robustez	28
2.7 MARCO CONCEPTUAL.....	28
2.7.1 Parámetros desempeño analítico	28
2.7.2 Procedimiento Analítico	28
2.7.3 Técnica Analítica.....	28
2.7.4 Ensayo	29
2.7.5 Blanco de reactivos.....	29
2.7.6 Blanco de muestras	29
2.7.7 Ácido nítrico	29
2.7.8 Agua destilada	29
2.7.9 Alcohol al 96°	30
2.8 MARCO CONTEXTUAL	30
2.9. MARCO LEGAL.....	31
CAPITULO III	32
3. METODOLOGÍA.....	32
3.1. Metodología de la investigación	32
3.2. Línea de investigación científica.....	32

3.3. Diseño de estudio	32
3.4. Materiales, Equipos y reactivos.....	33
3.5. Diseño experimental (extracción de celulosa)	33
3.5.1 Acopio de la materia Prima	33
3.5.2. Acondicionamiento de la Materia Prima	34
3.5.3. Peso (gr) de la materia prima.....	34
3.5.4. Preparación de la solución	35
3.5.5. Instalación y funcionamiento del equipo.....	35
3.5.6. Filtrado y acondicionamiento de la muestra.....	35
3.5.7. Lavado de la muestra.....	36
3.5.8. Secado y enfriado de la muestra	37
3.5.9. Pesado.....	37
3.6 Parámetros	38
3.6.1. Recuperación	38
3.6.2 Criterio de aceptación.....	38
3.6.3 Selectividad o especificidad	39
3.6.4 Robustez	39
3.6.5 Intervalo de trabajo	39
3.6.6 Repetibilidad y reproducibilidad	39
3.6.7 Precisión intermedia	40
3.6.8 Determinación de la humedad	40
3.6.9 Determinación de la ceniza.....	41
3.6.10 Diagrama de proceso	42
CAPITULO IV.....	43
4. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	43
4.1 Resultados para el algodón	43
4.1.1 Recuperación	43
4.1.2 Selectividad	45
4.1.3 Robustez	45
4.1.4 Análisis anova de un factor para la matriz del algodón.....	48
4.2 Resultados para la cascara de plátano.....	57
4.2.1 Recuperación	57
4.2.2 Robustez	59

4.2.3 Análisis anova de un factor para la matriz de cascara de banano.....	61
4.3 Resultados para la cascarilla de arroz.....	69
4.3.1 Recuperación	69
4.3.2 Robustez	71
4.3.3 Análisis anova de un solo factor para la matriz de la cascarilla de arroz	74
4.4 Análisis de resultados	81
CAPITULO V	84
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	84
5.1. Conclusiones.....	84
5.2. Recomendaciones.....	85
REFERENCIAS	86
ANEXO 1.....	91
ANEXO 2.....	92
ANEXO 3.....	93
ANEXO 4.....	94
ANEXO 5.....	96
ANEXO 6.....	99

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. Estructura química de la celulosa	19
FIGURA 2. Estructura química representativa de lignina.....	21
FIGURA 3. Pila de cascarilla de arroz	23
FIGURA 4. Muestra de materias primas	34
FIGURA 5. Peso en gramos de las muestras de cáscara de plátano, cascarilla de arroz y algodón.	35
FIGURA 6. Sistema de filtración de muestras.	36
FIGURA 7. Muestra lavada y filtrada	36
FIGURA 8. Pesado de muestras.	37
FIGURA 9. Porcentaje de recobro vs para el algodón	44
FIGURA 10. Diferencia entre las medias para el porcentaje de celulosa, un día de algodón	50
FIGURA 11. Gráficas del porcentaje de celulosa en un día para el algodón	51
FIGURA 12. Gráfica de intervalo de porcentaje de celulosa	52
FIGURA 13. Porcentaje del recobro vs el tiempo para la cáscara de plátano.....	58
FIGURA 14. Diferencias de medias para el porcentaje de celulosa, un día de cáscara de plátano.....	63
FIGURA 15. Gráfica de residuos para porcentaje de celulosa en un día de banano	64
FIGURA 16. Gráfica de intervalo de porcentaje de celulosa	65
FIGURA 17. Porcentaje del recobro vs el tiempo para la cascarilla de arroz	71
FIGURA 18. Diferencias de medias para porcentaje de celulosa, un día para la cascarilla de arroz	75
FIGURA 19. Gráficas de residuos para el porcentaje de celulosa de cascarilla de arroz	75
FIGURA 20. Gráfica de intervalo de porcentaje de celulosa	76

RESUMEN

El presente trabajo tiene por objetivo validar la confiabilidad de los resultados de la determinación del contenido de celulosa en residuos lignocelulósicos en el algodón, cascara de plátano y cascarilla de arroz a partir del método de Kurschner y Hoffer.

Iniciando los ensayos con la extracción del contenido de celulosa de los residuos lignocelulósicos mediante el proceso de doble digestión de la muestra; el cual, se desarrolla mezclando ácido nítrico y etanol a fin de eliminar todo residuo que no sea celulosa para posteriormente filtrar las muestras que serán llevadas a la estufa, a una temperatura de 105°C durante 4 horas con el fin de ser secadas, eliminando todo contenido de humedad. Una vez realizado este proceso, el paso siguiente es enfriar la muestra por medio del desecador, para ser pesadas en la balanza analítica con el objetivo de calcular el contenido de celulosa.

Los resultados de celulosa obtenidos son sometidos al análisis estadístico ANOVA, en el cual se estudian las condiciones de repetibilidad y exactitud de los resultados de los ensayos para demostrar si existe una diferencia significativa entre valores.

Palabras Claves:

Residuos lignocelulósicos, anova, celulosa, repetibilidad, exactitud.

ABSTRACT

The present work aims to validate the reliability of the results of the determination of the cellulose content in lignocellulosic residues in cotton, banana peel and rice husk using the Kurschner and Hoffer method.

Starting the tests with the extraction of the cellulose content of the lignocellulosic residues by means of the reflux process, which is developed by mixing nitric acid and ethanol in order to eliminate any residue that is not cellulose to later filter the samples that will be taken to the oven, at a temperature of 105°C for 4 hours in order to be dried eliminating all moisture content. Once this process has been carried out, the next step is to cool the sample through the desiccator to be weighed on the analytical balance in order to calculate the cellulose content.

The cellulose results obtained are subjected to the statistical analysis ANOVA, in which the repeatability and accuracy conditions of the test results are studied to demonstrate if there is a significant difference between values.

Keywords:

Lignocellulosic residues, anova, cellulose, repeatability, accuracy.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad las buenas prácticas en los distintos laboratorios del Ecuador han ido en constante desarrollo, esto debido a que organismos nacionales e internacionales de acreditación son muchos más exigentes en términos de validación y acreditación, utilizando metodologías en sus diferentes técnicas, que permitan otorgar una información apropiada.

Teniendo en cuenta que, una evidencia adecuada, implica la demostración de resultados confiables por medio de métodos validados. Por lo que una validación debe proporcionar información completa, sobre todo de la repetibilidad, y reproducibilidad del ensayo en el laboratorio, con la finalidad de, demostrar la confiabilidad y eficiencia del proceso y sus resultados.

Es por ello que validar un método es de suma importancia ya que permite que los laboratorios en general puedan demostrar, la veracidad, eficacia y confiabilidad de un análisis con respecto a sus resultados.

La norma ISO vigente para la acreditación de laboratorios es la Organización Internacional de normalización ISO/IEC 17025-2005 (requirements for the competence of testing and calibration laboratories). Esta norma tiene como finalidad establecer características y especificaciones que deben cumplir en cuanto a parámetros de calidad y validación de métodos analíticos, así como también otros parámetros de estudio, precisión, repetibilidad, robustez, matrices, analitos, concentraciones, condiciones, etc.

El contenido de celulosa puede determinarse por diferentes métodos. El empleado en este proyecto “Kurschner y Hoffer” se viene desarrollando estudios desde hace mucho, un ejemplo de esta metodología se efectuó en la “Caracterización Química de tres residuos lignocelulósicos generados en el cantón Alausí” en el año 2015.

CAPÍTULO 1

1. PROBLEMA

1.1 Planteamiento del problema

En los últimos años se ha presenciado cómo las buenas prácticas en los distintos laboratorios del Ecuador han ido en constante desarrollo, esto, debido a que los organismos nacionales e internacionales de acreditación son mucho más rigurosos en términos de verificación y validación de procesos normalizados en los análisis de laboratorio. Sin embargo, esta verificación es una necesidad puntual de cada ente que desee hacer uso de los resultados confiables de ensayos analíticos.

La Facultad de Ingeniería Química posee los laboratorios de agua y petróleo acreditados bajo la norma ISO 17025, sin embargo, se requiere que varios laboratorios cuenten con técnicas probadas para su uso. Dentro del marco del proyecto “Desarrollo de polímeros con propiedades antimicrobianas FCICE-017”, se ha identificado la necesidad de verificar el contenido de varios analitos, entre ellos la celulosa.

El desarrollo de productos inicia con el conocimiento de materias primas y se lo hace a través de los análisis físicos, químicos y microbiológicos. Estos análisis deben mostrar confiabilidad en sus resultados; un parámetro necesario para el desarrollo del proyecto FCICE-017 es la determinación correcta de la celulosa, por ello se debe someter el método a procesos de validación o verificación a partir del método de Kurschner y Hoffer.

1.2 Formulación y sistematización del problema

a) Formulación del problema de investigación

En condiciones actuales del laboratorio será posible validar el método gravimétrico cumpliendo con los criterios de aceptación en la validación.

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo general

Validar los resultados de la determinación del contenido de celulosa en residuos lignocelulósicos como algodón, cáscara de plátano y cascarilla de arroz mediante el método de Kurschner y Hoffer.

1.3.2 Objetivos específicos

- Estandarizar el proceso de la determinación de celulosa en residuos lignocelulósicos
- Determinar la validez del método propuesto por los parámetros de validación, recuperación, selectividad, robustez, intervalo de trabajo, repetibilidad, reproducibilidad y precisión intermedia.
- Realizar el estudio de análisis de costos para implementar este proyecto en el laboratorio de analítica de la Facultad de Ingeniería Química.

1.4 Justificación

1.4.1 Justificación teórica

Hoy en día, la validación de los resultados de métodos se emplea más a menudo para análisis químico en los laboratorios. El presente proyecto se realiza con el propósito de aportar una validación en los resultados para la determinación del contenido de celulosa en residuos lignocelulósicos como Algodón, Cáscara de Plátano y Cascarilla de Arroz mediante el método adecuado denominado de Kurschner y Hoffer usado por (Pinagorte, y otros, 2016)

La presente investigación se basa en la norma ISO/IEC 17025 que dice: “El laboratorio debe utilizar los métodos de ensayo o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos o las calibraciones que realiza.” y, además: “Cuando el cliente no especifique el método a utilizar, el laboratorio debe seleccionar los métodos apropiados.

El propósito del presente proyecto es establecer un método estandarizado de análisis de celulosa en residuos que permitan dar resultados, y de esta manera ser implementado en futuros proyectos como el proyecto “Desarrollo de polímeros con propiedades antimicrobianas FICE-17” u otros que se lleven a cabo en el laboratorio de analítica de la Facultad de Ingeniería Química.

1.4.2 Justificación metodológica

Actualmente existen varios métodos para determinar el contenido de celulosa, entre los más conocidos se tiene el de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), en este método se determina el grado de pureza y el contenido de celulosa de los elementos analizados. Difracción de Rayos X (DRX), este método se enfoca en el porcentaje de cristalinidad, determinando cualitativamente la celulosa.

Por otro lado, los métodos de Hidrólisis ácida, Hidrólisis enzimática, Schweitzer y el método NREL (Laboratorio Nacional de Energías Renovables), utilizan reactivos nocivos que perjudican la salud del ser humano, las consecuencias conocidas al ser expuestos a estos químicos son la irritabilidad en los ojos y piel, así como también, daños a los pulmones al momento de inhalarlo que puede derivar a un paro respiratorio además daño al medio ambiente.

Por el menor riesgo que representa en la salud de las personas, la carencia de equipos en el laboratorio de analítica y el alto porcentaje al determinar el contenido de celulosa en los elementos de prueba, se propone realizar la determinación del contenido de celulosa en residuos lignocelulósicos a partir del método de KURSCHNER Y HOFFER y validar los resultados obtenidos.

1.4.3 Justificación práctica

Este proyecto se lleva a cabo con la finalidad de implementar una validación de métodos que sean usados en las futuras prácticas e investigaciones realizadas en el Laboratorio de analítica y que promueva un preámbulo veraz, efectivo de exactitud y precisión, ofreciendo convicciones e ideas fundamentales para el análisis en los resultados obtenidos.

Así mismo, de aportar como antecedente relacionado a los desarrollos técnicos de validación. Es importante determinar que un análisis requiere repetición para prevenir que el resultado sea producto del azar. Este proceso consiste en la recopilación de la información relacionada para la evaluación de una muestra representativa, con un número de repeticiones dadas y por intervalos de días. Se realiza el procedimiento y se hace el cálculo correspondiente para luego determinar los parámetros de desempeño de validación con el fin de ajustarse a la norma correspondiente para la realización del método con sus parámetros permisibles (Chadwick, 2017; Pinargote et al., 2016).

1.5 Delimitación de la investigación

1.5.1 Delimitación espacial

El desarrollo de la presente tesis se encuentra delimitada dentro de la ciudad de Guayaquil, provincia del Guayas, los ensayos experimentales se realizan en el laboratorio de analítica de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Estatal de Guayaquil, que es el laboratorio en donde se realizarán los análisis dentro del proyecto FCICE-017.

1.5.2 Delimitación temporal

Se realiza en un periodo de estudio y desarrollo desde la aprobación del anteproyecto considerando un aproximado de 6 meses, para culminar los análisis y resultados de la validación a partir de la metodología Kurschner y Hoffer.

1.5.3 Delimitación del contenido

El proyecto de titulación tiene como línea de investigación las ciencias básicas, bioconocimientos y desarrollo industrial, así como también la Sublínea de investigación de tecnologías y procesos analíticos., esta investigación se centra en la validación del método de Kurschner y Hoffer.

Área: Ingeniería Química

Campo: Ingeniería Química

Aspecto: Extracción, determinación de la celulosa en residuos lignocelulósicos por el método de Kurschner y Hoffer y validación.

1.6 Hipótesis

1.6.1 Hipótesis de investigación (Hi)

El método utilizado para la obtención del porcentaje de celulosa en las diferentes matrices con alto, medio y bajo contenido de celulosa, cumplen con los requisitos que un método debe asociar, de acuerdo con la norma ISO 17025, para que sea considerado válido y confiable, para futuros fines de ensayos analíticos.

1.7 Variables

1.7.1 Variable dependiente

- Especificidad
- Selectividad
- Linealidad
- Precisión
- Exactitud

1.7.2 Variable independiente

Matriz de la muestra con contenidos diferentes de celulosa

1.7.3 Variables operacionales

Tabla 1

Operacionalización de las variables

Variable	Definición	Indicador	Escala de medición
Selectividad o especificidad	Es la capacidad de determinar el porcentaje de celulosa de interés en presencia de diferentes tipos de pesos de la misma matriz bajo las mismas condiciones	t studen para comparaciones de medias	t Calculada < t tabla
Precisión	Método analítico es realizada por los analistas independientemente usando los mismo instrumentos y método en intervalos cortos.	Repetibilidad y Reproducibilidad . Anova CV	FCalculada < F tabla CV ≤ 2
Exactitud	Es el rango de concordancia entre el resultado de un ensayo con el resultado de referencia.	Porcentaje de recuperación	97 -103 %

CAPITULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

En la Actualidad existen diversos estudios relacionados con validar métodos, por lo que, se utiliza protocolos publicados en revistas científicas o en normativas, para contrastar los resultados obtenidos en los Laboratorios, normas como son: ISO/IEC/ 17025, este uso de normas permite que laboratorios en general, puedan acreditarse y poner en funcionamiento métodos reconocidos a nivel mundial por la confiabilidad demostrada en sus resultados. A continuación, se detallan algunos estudios:

En el artículo de (Delgado, 2009) se presenta un documento en el cuál Delgado establece una diferenciación entre validación y verificación de un método de ensayo. Para esto presenta una rápida discusión entre; selección y validación de los métodos de ensayo establecidos en la norma ISO/IEC 1705.

En el artículo de (ALARCÓN, 2011), el cual, se basa en la “Determinación, cuantificación y comparación de la concentración de vitamina C en naranja (*citrus aurantium*), limón (*citrus aurantifolia*) y mandarina (*citrus reticulata*) por HPLC”. Él desarrolla su investigación con un equipo para cromatografía líquida de máxima resolución, evaluando los índices de precisión, sensibilidad y reproducibilidad, y con los resultados obtenidos concluyó que el método es seguro y confiable dentro de las especificaciones requeridas.

El desarrollo de una “Validación de un método Analítico para la cuantificación de vitamina A en alimentos, por cromatografía líquida de alta resolución y su determinación en guayaba Fresa (*Psidium cattleianum* Sabine)” (González, 2014). En su investigación demuestra que, por medio de la metodología empleada cumple con los parámetros establecidos, exactitud, precisión, repetibilidad comprobando la validez del método analítico para cuantificar Vitamina A en Alimentos por HPLC.

En su investigación (Garcia, 2009), acerca de la “Validación de la metodología analítica de cuantificación de clorfeniramina Maleato, dextrometorfano bromhidrato fenilefrina clorhidrato guaifenesina en dos jarabes comerciales por cromatografía líquida de alta resolución” enfoca su objetivo de estudio a la ejecución de un método analítico que cumpla con la exigencia de la ICH y USP (Conferencia internacional tripartita sobre armonización) / (Farmacopea Estadounidense) y validarlo. En su análisis comprobó que los parámetros requeridos de precisión, exactitud, repetibilidad, son lo suficientemente confiables para generar resultados dentro de intervalos definidos.

Por tanto, es importante emplear métodos normalizados como punto de partida para la extracción de residuos y la validación de los resultados ya que señalando las especificaciones a partir de los datos de validación se puede concluir como válido o no un ensayo de experimentación.

2.2 Residuos lignocelulósicos

Los residuos lignocelulósicos son también conocidos como “residuos agroindustriales” generados principalmente de los numerosos procesos industriales o de consumo interno. Se considera que una tercera parte del consumo interno (alimentos) generan residuos,

entre estos desechos de cosecha, ganaderos, orgánicos y desechos de mercados. (Vargas Corredor & Pérez Pérez, 2018)

2.3 Componentes: Celulosa, Hemicelulosa y Lignina

Los residuos lignocelulósicos se descomponen en: celulosa, Hemicelulosa y Lignina, denominados monómeros degradables de la materia prima, asociados unos a otros por medio de enlaces conocidos como fuerzas de Van der Waals y puentes de H (hidrógeno). (Arias Ortiz & Meneses Cruz, 2016).

2.3.1 Celulosa

Técnicamente se conoce como celulosa, a las fibras blanquecinas que se da, al someter todo tipo de materia sea esta vegetal, o maderables a tratamientos de purificación donde se extraen la mayor cantidad de componentes de la materia, especialmente la lignina. (Suarez Guarnizo, 2016). Forma parte de las fuentes de materia prima más utilizada a nivel mundial, específicamente en el campo industrial, comúnmente es conocida como un polímero natural, o polisacárido lineal, de fórmula $(C_6 H_{10} O_5)_n$. Siendo el componente celular de las plantas y árboles donde mayormente se obtiene este polímero, aunque no hay forma de conseguirla en su estado más puro en la naturaleza, lo más cercano relativamente a celulosa pura, la encontramos en fibras vegetales como el algodón.

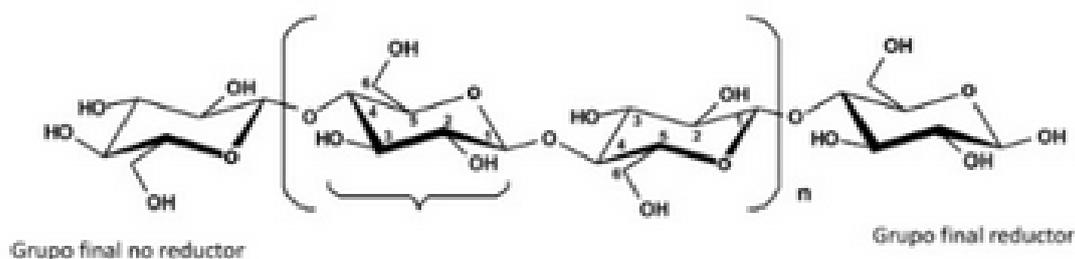
Se conoce mundialmente que la producción y extracción de este polímero principalmente surge de fuentes maderables. Sin embargo, hoy en día, existen alternativas en cuanto a la obtención de la misma, presente también en; fuentes no maderables, residuos agrícolas,

etc.; con la finalidad de pretender reducir impactos negativos al medio ambiente. (Jiménez Muñoz, 2017)

2.3.1.1 Estructura

Su estructura está compuesta de moléculas β -D-glucosa, las cuales están unidas mediante enlaces β -1,4 glucosídicos, lo que hace que este sea inmiscible en el agua. Básicamente posee dos estructuras, una región amorfa o desordenada y la segunda cristalina u ordenada, cuando los enlaces de hidrógeno son pocos la celulosa se estima amorfa, por lo contrario, cuando se presenta una disposición especial de sus enlaces, provoca que se generen diferentes formas cristalinas. En cuanto a celulosa amorfa el ataque químico se hace más fácil, a diferencia de la celulosa cristalina que suele resultar más difícil a la invasión de reactivos químicos. En la Figura 1 se muestra la estructura química de la celulosa. (García García, Bordallo López, Dopico Ramírez, & Cordero Fernández, 2013).

Figura 1. Estructura química de la celulosa



Nota: Tomada de (García García, Bordallo López, Dopico Ramírez, & Cordero Fernández, 2013)

La celulosa es aprovechada en diversas aplicaciones, de las que se mencionan a continuación: Elaboración de papel periódico en el que se utiliza entre 20 y 25 % de celulosa, papel imprenta entre 90-95% celulosa y papel filtro que utiliza directamente celulosa pura para su elaboración. En la industria alimentaria, es sometida a

transformaciones de una serie de compuestos que tienen propiedades funcionales, como, por ejemplo; Carboximetil celulosa, el cual actúa como espesante, celulosa microcristalina comúnmente utilizado para la elaboración de tabletas, y Éteres de celulosa, empleado en el uso de productos de fritura. (Jiménez Muñoz, 2017)

2.3.2 Hemicelulosa

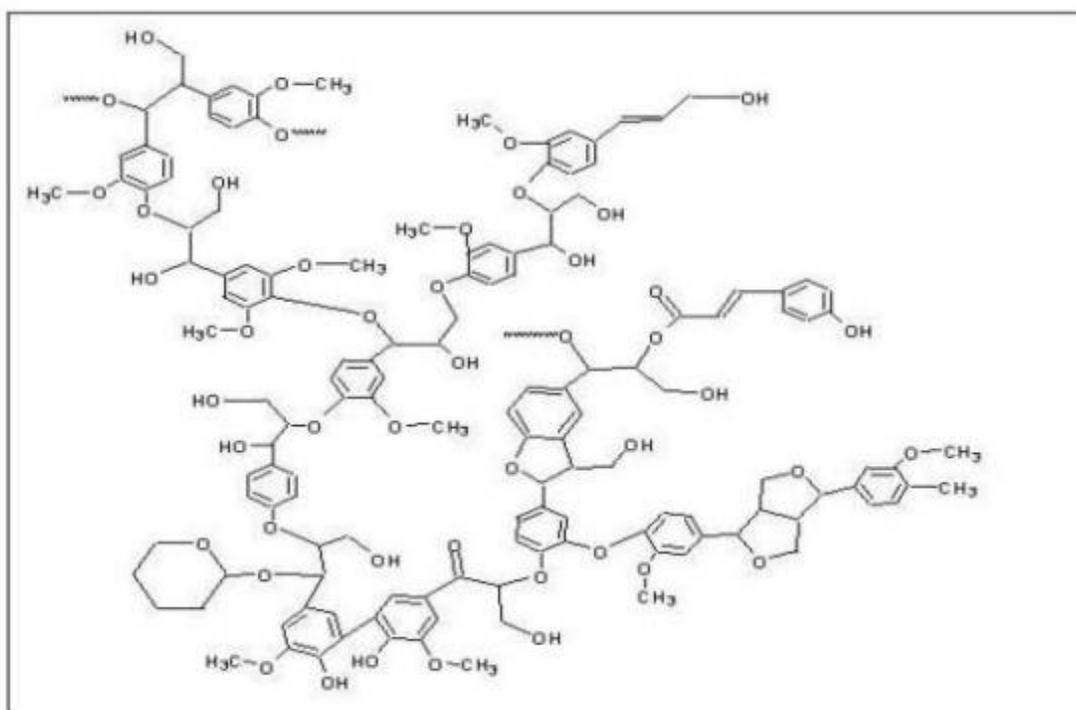
En lo que respecta a hemicelulosa a diferencia de la celulosa en sí, estas son estructuras amorfas, que fácilmente son hidrolizables en ácido o bases diluidos, constituida por diferentes hexosas y pentosas, sobre todo D-xilosa, L-arabinosa, D-manosa, D-glucosa, D-galactosa y ácido- galacturónico que suelen presentarse en las paredes celulares de manera amorfa.

Las hemicelulosas cubren y unen a las microfibrillas de celulosa en una matriz, por lo que la corta prolongación de las cadenas produce que se eleve la solubilidad de las hemicelulosas y la exposición de las mismas en la superficie de las microfibrillas. Por lo que esto explicaría el porqué de este polímero se encuentre entre los primeros componentes de la pared celular atacados por hongos culpables de la pudrición. (Valenzuela Martinez, 2012).

2.3.3 Lignina

Técnicamente considerado el polímero más cuantioso en el ecosistema después de la celulosa, característicamente insoluble en agua y soluble en concentraciones alcalinas acuosas, de estructuras no bien definidas debido a la complejidad, ya que al ser este un polímero aromático no carbohidratado consta de abundantes uniones estructurales (Vargas, Alvarado, Vega-Baudrit, & Porras , 2013). En la Figura 2. se detalla una muestra de su estructura química.

Figura 2. Estructura química representativa de lignina



Nota: Tomada de (Vargas, Alvarado, Vega-Baudrit, & Porras , 2013)

Un estudio realizado en el año 2015 en lo que respecta la estructura de la lignina, ésta se clasifica de acuerdo a las siguientes características; Cuando los polímeros de origen vegetal se componen de unidades Fenil propanoides, o a su vez cuando poseen más partes de conjuntos metoxilos en la madera, cuando tienden a ser fuertes a la hidrolisis ácida, cuando son de fácil oxidamiento, además de ser solubles y condensables con fenoles o tioles, también cuando reacciona con nitrobenzeno en soluciones alcalinas dando lugar a la lignina de producir vainillina, siringaldehído y p- hidroxibenzaldeído. Y por último cuando es sometida a temperaturas altas con una mezcla etanol- ácido clorhídrico, de las cuales se forman monómeros de tipo (cetonas de hibbert), además de presentar monómeros Fenil propánicos o también dichos monolignoles como parte de sus

unidades estructurales: Alcohol p-cumarílico, Alcohol coniferílico, y alcohol sinapílico. (da Silva Lacerda, 2015).

2.4 Materias Primas

2.4.1 Cascarilla de Arroz

El arroz (*Oryza sativa*) básicamente es un grano, considerado como el cereal más consumido a nivel mundial, es producido en más de 113 países (FAO, 2004). En países como Colombia el cultivo que mayor producción abarca después del café y el maíz es el arroz. (Chica, Tirado, & Barreto, 2016), en América latina y el caribe anualmente producen alrededor de 22 millones de toneladas (FAO, 2004). En el Ecuador, regiones como la costa, el cultivo de este cereal se centra en provincias como el Guayas y los Ríos, donde se cosechó un promedio de 312.9 miles de hectáreas en el 2020 con un 21.6 % en relación con el año anterior. (INEC, 2021).

Lo que resulta de esta actividad es la producción de los llamados residuos agroindustriales más cuantiosos a nivel mundial (FAO, 2004), como lo es la cascarilla de arroz que se define como un desecho producto de los cuantiosos procesos industriales que se da en el arroz (Chica, Tirado, & Barreto, 2016), lo que resulta según estudios realizados un lote de aproximadamente 2.463.689 de toneladas de arroz al año, se produce un estimado de 492.738 toneladas al año de cascarilla de arroz, los cuales no son aprovechados en su totalidad, sin embargo esto ha dado lugar a que nuevos estudios sean enfocados a estos desechos con la finalidad de minimizar en cierta manera la contaminación ambiental (Peñeranda Gonzalez, Montenegro Gómez, & Giraldo Abad, 2017).

Figura 3. *Pila de cascarilla de arroz*



Nota: tomado de (Vargas, Alvarado, Vega-Baudrit, & Porras , 2013)

2.4.1.1 Composición

En cuanto a sus componentes químicos este puede cambiar según factores, como variedad, el desarrollo de separación, naturaleza y situación geográfica. (Jara Samaniego, Gallegos , & Pullopaxi, 2020). Posee una densidad baja, de aspecto rojizo como se observa en la Figura 3. Está constituido sobre todo de, celulosa, que comúnmente varía debido a las diferentes especies utilizadas en los cultivos del arroz citar, aunque el contenido de celulosa también puede variar dependiendo de los efectos de los pretratamientos a los que se someten. (Jaramillo, Morales , & Quintero , 2017) , además de estos, se encuentra la hemicelulosa y lignina, siendo la celulosa el componente con mayor interés para este estudio. (Prada & Cortés , 2010)

2.4.2 Cascara de Plátano verde (*Mussa paradisiaca*)

El plátano verde (*Mussa paradisiaca*), es un fruto perteneciente a la familia Musáceas comúnmente su cultivo se da en territorios cálidos, siendo una de las plantaciones más particulares en ambientes calurosos. De este producto sólo la masa interna del plátano es utilizada como alimento, lo demás como su cáscara es considerado como desechos. (Blasco Lopez & Gómez Montaña, 2014)

Estos desechos o productos secundarios (cáscara), se originan en vista de las cuantiosas transformaciones que se da a nivel industrial al plátano verde, que reporta alrededor de 122.000 Ha de las que se pueden generar una productividad de al menos seis millones de toneladas de este fruto. Por lo que este tipo de actividades industriales ha dado lugar a que se genere al menos 1.800.000 toneladas de estos subproductos agroindustriales.

De acuerdo con su composición el plátano verde corresponde al 30 % de cáscara, además de contener en proporciones consideradas de holocelulosa (hemicelulosa y celulosa) un 46% y almidón al menos un 12% citar. (Jimenez, y otros, 2019)

2.4.3 Fibra de Algodón

En el Ecuador y a nivel mundial, el algodón es un elemento de suma importancia, mayormente utilizado en la demanda de elaboraciones textiles. (Espinoza & Suárez, 2019). Tan solo el 2, 4 de los cultivos a nivel mundial es de algodón. (FAO, 2004). Se dividen en fibras de origen “naturales, sintéticas & convencionales”, es considerado también como una de las formas de obtención más naturales de la celulosa ya que está compuesto por un 94%, sin embargo, poseen en su estructura “glucosa”.

2.5 Validación

Se conoce como validación, a la evaluación o seguimiento de un proceso en el cual, por medio de ensayos en laboratorios, y evidencias documentadas, se ratifica que el método de ensayo cumple con los requisitos de desempeño mínimos, como lo es “exactitud, precisión, linealidad, límite de cuantificación, especificidad y límite de detección”, para ser considerado un método validado. (Chica, Tirado, & Barreto, 2016)

Según estudios basados en las técnicas analíticas por (San Miguel , 2011). Define validación como la manera de constatar mediante pruebas, el objeto de investigación requerido, de manera que se pueda verificar y hacer válido a través de los resultados la utilización apropiada del método.

De acuerdo a norma ISO 17025 la validación de un método es la aportación de evidencia objetiva de que un ítem dado satisface los requisitos especificados, también se define como la demostración por medio de registros u oficio que la ejecución del ensayo analítico se lleve a cabo de acuerdo con las exigencias requeridas para el empleo oportuno del método. (Chica, Tirado, & Barreto, 2016).

2.5.1 Importancia de la validación de un método de ensayo

Según la Guía de (Eurachem, 2016) Hoy en día se realiza cientos de estudios en laboratorios alrededor del mundo, esto debido a que estos sitios donde se investigan y se realizan ensayos analíticos, deben comprobar que la evaluación de sus análisis garantice la exactitud y precisión establecidos dentro de los requisitos de una validación y por consiguiente poder aplicar la metodología de forma segura.

2.5.2 Validación de métodos

Debe validarse un método en el caso de que se requiera corroborar que tan confiable y exacto es el desarrollo de un método, en el que los parámetros de ejecución sean oportunos para una acertada aplicación del método de ensayo (Eurachem, 2016). En lo que respecta la norma ISO 17025 expone que para validar un método estos deben validarse cuando estos sean:

- ✓ Métodos no normalizados
- ✓ Métodos desarrollados o diseñados por el laboratorio
- ✓ Métodos usados fuera de su ámbito de aplicación o a su vez cuando se realizan cambios de métodos normalizados.

2.5.3 ¿Pasos de validación de un método?

Para validar un método es importante incluir las estrategias de validación, las cuales indica que luego de concluir el avance inicial del método, los analistas deben de informar mediante fichas o datos del proceso desarrollado. Dentro de las estrategias fundamentales existen; el uso de resultados Inter laboratorios, y la validación del laboratorio individual.

Resultados Inter laboratorios. – son aquellos que usan estudios comparativos entre distintos laboratorios y normas ISO, CEN o AOAC, esta estrategia es usada cuando el alcance del método es amplio, los métodos validados siguiendo este tipo de estrategia brindan la confiabilidad necesaria ya que la información publicada debe disponer de precisión, exactitud, robustez, repetibilidad, reproducibilidad y en ocasiones estimaciones del sesgo.

Validación del Laboratorio individual. – En esta estrategia se debe tener muy en cuenta que, los métodos usados en los laboratorios no siempre se encuentran en normas. Es por ello, que, la validación individual es desarrollada para ser usado en un solo laboratorio ya

que suele suceder que no sea de interés social, los métodos desarrollados en un solo laboratorio pueden ser aceptados para regular directrices del área requirente, no obstante, es posible lograr obtener una declaración política del organismo regulador. (Eurachem, 2016).

2.6 Parámetros de validación

2.6.1 Exactitud

Es el rango de concordancia entre el resultado de un ensayo con el resultado de referencia, la exactitud se refiere también a la combinación entre veracidad y precisión. Dentro de lo que abarca la validación se debe establecer una estructura de evaluación, determinando el sesgo y porcentaje de recuperación para el posterior análisis de la veracidad (González, 2014).

2.6.2 Precisión

Manifiesta el grado de concordancia o dispersión entre tomas múltiples a raíz de una misma muestra en condiciones establecidas, dichas muestras suelen ser reales o preparadas en el laboratorio. Su finalidad es la de percibir la variabilidad con respecto al más – menos, del método de ensayo consecuente de los errores y análisis realizados en muestras parecidas y en mismas circunstancias, no siempre dirigen a resultados idénticos. (Farmasi & Dan, 2017).

2.6.3 Repetibilidad

Se conoce matemáticamente, como el también llamado coeficiente de variación (desviación estándar relativa), entre los aspectos en los que puede influir la repetitividad, depende de la concentración de las muestras. (Farmasi & Dan, 2017).

2.6.4 Robustez

Indica el comportamiento del método si no se implementa adecuadamente sus condiciones experimentales. (Eurachem, 2016)

2.7 MARCO CONCEPTUAL

2.7.1 Parámetros desempeño analítico

Son aquellas particularidades que dentro del proceso, deben ser evaluadas, así como como: exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, intervalo de linealidad y robustez. (Picheansoonthon, Engle, & Doskotch, 2016).

2.7.2 Procedimiento Analítico

Estructura en la que se maneja el análisis, describiendo consecuentemente los pasos a necesitar dentro del proceso analítico (MINSAs, 2015).

2.7.3 Técnica Analítica

Proceso, destinado a proveer información, en cuanto a la composición de una materia prima en lo que respecta el desarrollo de análisis.

2.7.4 Ensayo

Técnica llevada a cabo bajo procedimientos con la finalidad de determinar cualitativamente una o más características en un designado producto o proceso (MINSA, 2015).

2.7.5 Blanco de reactivos

Denominados aquellos reactivos que durante el procedimiento analítico son parte esencial al momento de determinar si contribuyen a la señal de la medida.

2.7.6 Blanco de muestras

Relacionado con el tipo de muestras matriz con inexistencia de analito, su obtención es necesario para poder tener una estimación verídica en cuanto a los análisis de muestras rutina. (MINSA, 2015) (Picheansoonthon, Engle, & Doskotch, 2016).

2.7.7 Ácido nítrico

Es un líquido que varía de color desde incoloro a color amarillo pálido, olor asfixiante. Se los utiliza como productos químicos en fibras, fertilizantes, plásticos, etc. Es soluble en agua generando calor, corrosivo de metales y tejidos.

2.7.8 Agua destilada

El agua destilada se la conoce así porque ha sido sometida a procedimiento de destilación para tener mayor pureza.

2.7.9 Alcohol al 96°

De fórmula $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, comúnmente incolora, volátil, soluble en agua, acetona, éter, benceno, de fácil accionar con agentes oxidantes fuertes, ácido nítrico, nitrato de plata, cromatos, peróxido, mayormente utilizado en industrias farmacéuticas, alimentarias y cosméticas.

2.8 MARCO CONTEXTUAL

Toda práctica o ensayo de laboratorio se enfoca principalmente a la correcta implementación del desarrollo de sus análisis. En la actualidad hay una serie de metodologías y procesos llevados a cabo para la determinación de celulosa en matrices vegetales. Con los objetivos expuestos en este trabajo se lleva a cabo la validación de la determinación de la celulosa mediante la metodología de Kurschner y Hoffer, en diferentes matrices, analizando sus resultados mediante procedimientos estadísticos en los que se visualicen los parámetros requeridos de la validación, por lo que todo el procedimiento se lo realizara en el laboratorio de analítica de la Facultad de Ingeniería Química, Universidad Estatal Guayaquil metodología que beneficiará a la misma puesto que se desea implementar el desarrollo y funcionamiento de procedimiento y que esta a su vez pueda ser utilizada para proyectos afines. Permitiendo que se utilicen metodologías confiables, y de fácil manejo, favoreciendo a futuros analistas y estudiantes en general poder hacer uso de este proyecto.

2.9. MARCO LEGAL

- Servicio Ecuatoriano de Normalización INEN: NTE INEN-ISO/IEC 17025
- Norma INEN-145 determinación de la humedad en el algodón.
- Norma Ecuatoriana INEN 520: Determinación de la ceniza
- NORMA INEN 186 : granos y cereales

CAPITULO III

3. Metodología

3.1. Metodología de la investigación

Este proyecto de investigación está enfocado en pruebas experimentales para la estandarización del método de proceso en la determinación de celulosa en los residuos lignocelulósicos con el fin de llevar a cabo los objetivos estipulados en la investigación.

3.2. Línea de investigación científica

Para este proyecto de investigación se emplearon documentos provenientes de artículos científicos, tesis doctorales y de maestría, documentos de línea de investigación de la Facultad de Química de la Universidad de Guayaquil. A su vez este proyecto es de tipo descriptivo-experimental de modo que se detalla el actuar de cada una de las muestras y sus modificaciones.

3.3. Diseño de estudio

El presente trabajo se desarrolló en base a una investigación de tipo descriptiva y experimental con la finalidad de concretar con los objetivos de investigación.

3.4. Materiales, Equipos y reactivos

En el siguiente cuadro se detalla los aparatos y reactivos de laboratorio que se utilizó para la elaboración del presente proyecto. Se contó como sitio de ejecución el laboratorio de Química Analítica, Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Guayaquil.

Tabla 2.

Cantidad de materiales, equipos y reactivos usados en los experimentos

Materiales	6 unidades de Matraces Erlenmeyer de 100 mL con boca esmerilada o tapón para conectar al refrigerante.
	Refrigerante para reflujo de 40cm, con instalación de flujo de agua corriente.
	Pipetas o probetas para medición de reactivos.
Equipos	Vaso de precipitación, Kitasato y adaptador para crisol.
	Crisol filtrante de Gooch 12 unidades
	Reverberos u otro sistema de calentamiento de temperatura controlada
	Bomba de vacío u otro sistema para filtración al vacío
	Soborna u otro sistema de eliminación de gases
Reactivos	Balanza Analítica
	Estufa & desecador
	4 galones de Ácido Nítrico concentrado
	4 galones de Etanol, concentración mínima 96%
	5 galones de Agua destilada

3.5. Diseño experimental (extracción de celulosa)

3.5.1 Acopio de la materia Prima

La recopilación de los residuos lignocelulósicos, la cascarilla de arroz (*oryza sativa*), cascara de plátano (*Musa paradisiaca*) y algodón (*gossypium*) muestras del laboratorio

de Química analítica. En la Figura 4 se observa las muestras conseguidas para los ensayos en el laboratorio de analítica para el desarrollo del presente proyecto de titulación.

Figura 4. *Muestra de materias primas*



Nota: Tomada de Autores

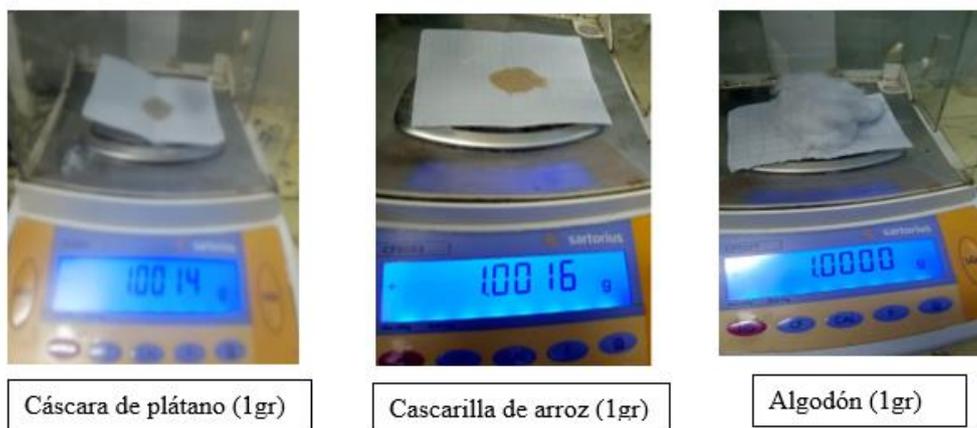
3.5.2. Acondicionamiento de la Materia Prima

Después de la obtención de las materias primas, se procede al proceso de trituración de cada uno de los residuos con el propósito de reducir su tamaño si es necesario.

3.5.3. Peso (gr) de la materia prima

Una vez reducida de tamaño cada una de las muestras, se procede a pesar 1 gr con la ayuda de la balanza analítica como se muestra en la Figura 5. Se pasa cada muestra al matraz Erlenmeyer para su respectivo proceso.

Figura 5. *Peso en gramos de las muestras de cáscara de plátano, cascarilla de arroz y algodón.*



Nota: tomado de autores.

3.5.4. Preparación de la solución

Al matraz con la masa de cada muestra, se añade 20 ml de alcohol y 5ml de ácido nítrico con sumo cuidado, para evitar explosiones al momento de mezclarse estos reactivos. Estas adiciones de la solución se realizaron en el equipo de salida de gases llamado (soborna). En el Anexo 2 se muestra fotografías de los trabajos realizados en el Laboratorio de analítica.

3.5.5. Instalación y funcionamiento del equipo

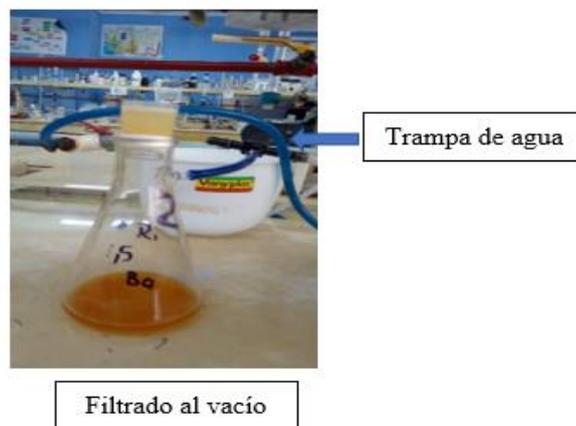
Una vez preparada las soluciones en el matraz, este es ensamblado con un refrigerante acoplado a reflujo. Se somete a calor mediante reverberos a temperatura controlada durante 30 min. En el Anexo 2 se muestra fotografías de los trabajos realizados en el Laboratorio de analítica.

3.5.6. Filtrado y acondicionamiento de la muestra

Una vez terminada la primera digestión, se coloca lo que queda del matraz a un crisol filtrante de Gooch y se filtra como se puede ver en la Figura 6, para nuevamente añadir

la solución de etanol + ácido nítrico para una segunda digestión, y posterior filtrado. El proceso de filtrado se realizó al vacío, armado el equipo con ayuda de una trampa de agua.

Figura 6. Sistema de filtración de muestras.



Nota: tomado de autores

3.5.7. Lavado de la muestra

El lavado de la muestra cómo se puede observar en la Figura 7, se realiza luego de la segunda filtración de una misma muestra, en el cual se prepara una solución de 20 mL de etanol y 100 mL de agua destilada y se le añade al crisol filtrante con la muestra y se vuelve a filtrar.

Figura 7. Muestra lavada y filtrada



Nota: Tomada de autores

3.5.8. Secado y enfriado de la muestra

Culminado el proceso de lavado y filtrado se lleva las muestras a la estufa por un periodo de tiempo de 4h a 105 °C con el fin de eliminar la humedad de la muestra, pasado el tiempo se enfría en un equipo llamado desecador, por un tiempo mínimo de 20 min, es importante tomar en cuenta como se manipulan las muestras una vez salidas de la estufa, ya que pueden alterar los resultados al momento de pesar cada muestra. En el Anexo 3 se muestra imágenes del proceso de ingresar las muestras a la estufa por 4 h, y la colocación de las muestras en el desecador.

3.5.9. Pesado

Una vez pasado los 20 min en el desecador se procede a pesar cada muestra, y se vuelve a dejar en la estufa un máximo de 2 h para volver a pesar, hasta peso constante. Luego de esto se pesa y se cogen datos, para aplicar en la fórmula y poder sacar el porcentaje de celulosa de cada una de las muestras. En la Figura 8 se muestra cómo se pesó las muestras

Figura 8. *Pesado de muestras.*



Nota: *Tomada de autores*

3.6 Parámetros

3.6.1. Recuperación

Se lo expresa en porcentaje (%), por medio del analito experimental y el valor real, por el cual se verifica si el método realizado es eficaz y que no hubo pérdidas al momento de realizar la parte experimental. Por lo que se comienza pesando 1g de la muestra inicial y se determina el porcentaje de celulosa mediante el método propuesto anteriormente. Se determina el porcentaje de recuperado de celulosa por medio del porcentaje patrón, además se calcula o se determina la media aritmética (\bar{x}), desviación estándar (S) y el coeficiente de variación (CV). Por lo que se utilizaron tres muestras por día, en un periodo de tres días de cada una de las matrices lignocelulósicas para determinar el contenido de celulosa en las matrices antes mencionadas, de los datos obtenido se calculará la media aritmética. La importancia de este método es la determinación del contenido de celulosa, para la respectiva comparación. Se lo expresa en porcentaje por medio de la ecuación 1.

$$\% \text{ RECUPERACION} = \frac{\% \text{ Celulosa experimental}}{\% \text{ Celulosa teorico}} * 100$$

Ecuación 1. Porcentaje de recuperación

3.6.2 Criterio de aceptación

El porcentaje de aceptación debe estar en un intervalo de (98 – 102) % en el promedio de recuperación y el coeficiente de variación (CV) no debe ser mayor 2 %. De los resultados obtenidos, se compara los resultados de las muestras matriz lignocelulósico, mediante la prueba t de Student para la comparación de medias.

3.6.3 Selectividad o especificidad

En este caso se determina el analito de interés en presencia con otro componente de la misma matriz bajo las mismas condiciones. Se parte de la misma matriz de análisis de experiencia, adicionalmente se utiliza otra matriz lignocelulosa llamada patrón para la evaluación de su respuesta con respecto al método utilizado y con las mismas condiciones.

3.6.4 Robustez

Se refiere a las variaciones que se dan en el proceso del método analítico, con la finalidad de conocer si al cambiar una parte de la metodología los resultados obtenidos difieren o no, por lo que se tomarán dos muestras de cada matriz en diferentes condiciones (peso) (0,5) y (1,5) respectivamente, calculando nuevamente el % de celulosa de las muestras en diferentes pesos expresándolos en porcentaje (%) de recuperación. Calculándose la media aritmética para las tres condiciones con respecto al peso (1; 0,5; 1,5 gr) de una misma muestra, para así poder calcular la diferencia absoluta de las medias entre sí.

3.6.5 Intervalo de trabajo

El intervalo de trabajo comprende los porcentajes de celulosa superior e inferior de cada una de las series de pesos del analito. Se lo determina por medio de análisis anova de un factor, utilizando también MiniTab para mayor aportación a la eficacia de los resultados.

3.6.6 Repetibilidad y reproducibilidad

Se analizan tres muestras del porcentaje de celulosa en los cuatros días de producción, bajo las mismas condiciones de trabajo y determinando la cantidad de porcentaje de

recuperación, el promedio, desviación estándar, el intervalo de confianza para la media poblacional IC (\bar{x}) del porcentaje de recobro, expresada en la Ecuación 2.

$$IC(\bar{x}) = \bar{x} \pm t_{0,975,n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

Ecuación 2. Desviación estándar

3.6.7 Precisión intermedia

Se refiere a la concordancia de los resultados, también llamado precisión de método analítico realizada en un mismo laboratorio por diferentes analistas en distintos días, usando el mismo método, los mismos instrumentos y/o equipos, sustancias de referencia, calculando la media aritmética, desviación estándar, coeficiente de variación de los resultados obtenido de porcentaje de celulosa, así como también el método de Fisher para la determinación de la precisión.

3.6.8 Determinación de la humedad

Se determinó la humedad en tres muestras de cascarilla de arroz, por el método de la estufa, para ello se inicia el proceso pesando 2 gr de la cascarilla en capsulas de vidrio para ser llevada a la estufa alrededor de 24 h a 105 °C de temperatura, culminado este tiempo las cápsulas son llevadas al desecador para que se enfríen y seguidamente pesar cada muestra en la balanza analítica. En la tabla 3 se visualizan los equipos utilizados para este proceso.

Tabla 3

Equipos usados para determinación de la humedad y ceniza de las muestras

Materiales/ Equipos	Sustancias
Capsulas de vidrio	
Balanza analítica	Cascarilla de Arroz
Estufa	Cascara de plátano
Mufla	Algodón
Termómetro	
Crisoles	

Nota: Elaborado por autores

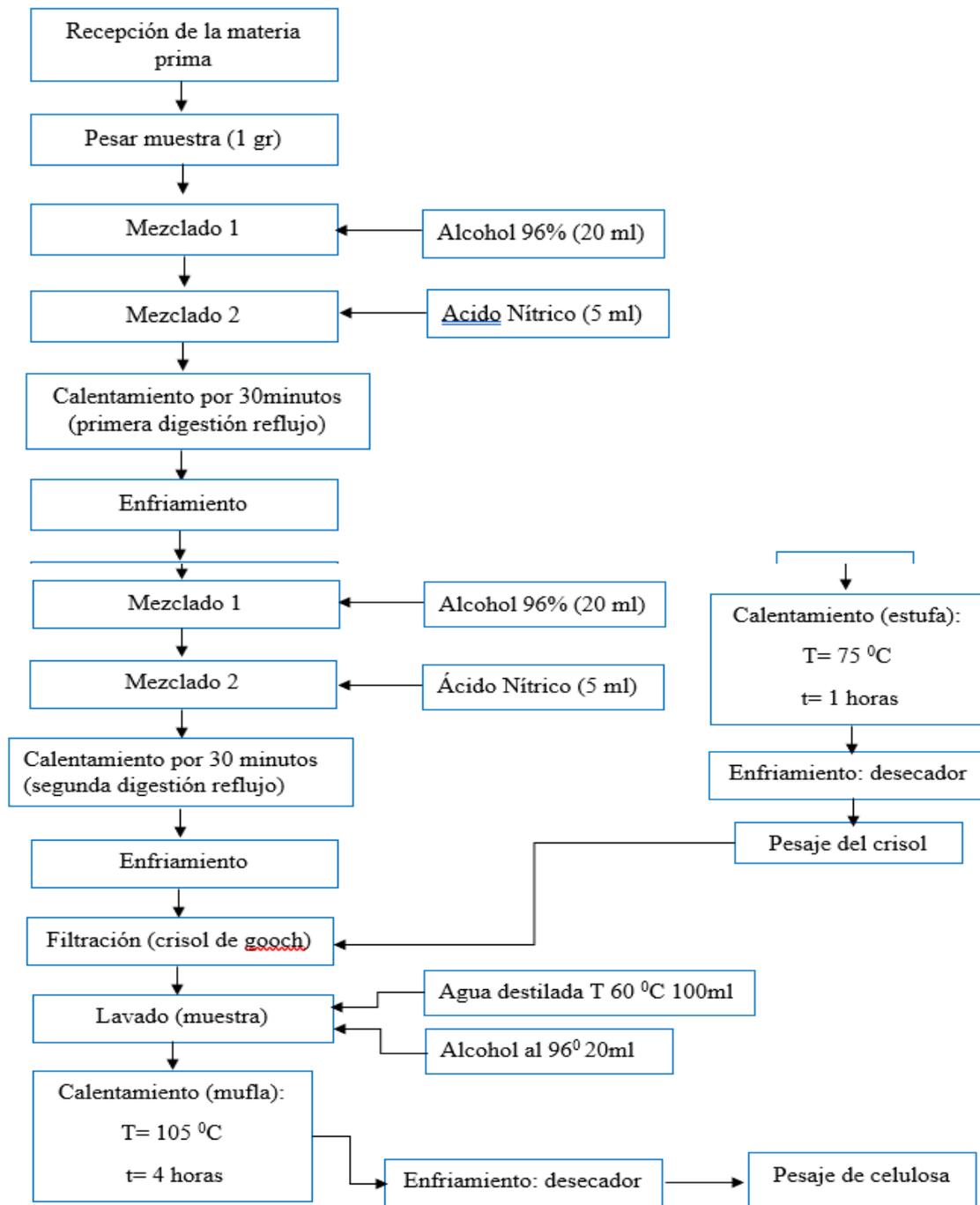
En las tablas 52,53,54 se presentan los resultados obtenidos del contenido de humedad de las distintas muestras utilizadas en este proyecto de titulación.

3.6.9 Determinación de la ceniza

Para la determinación del contenido de las cenizas se pesó 2 gramos de cada muestra en los crisoles de porcelana, donde se calentarán las muestras en la mufla por un determinado tiempo de 3-4 horas a una temperatura aproximada de 600°C, culminado ese tiempo se deja enfriar la mufla y se procede a sacar cada crisol y se los lleva al desecador para ser enfriados totalmente, para luego proceder a pesarlos en la balanza analítica.

En las tablas 7, 8, 9 se presentan los resultados obtenidos del contenido de ceniza de las distintas muestras utilizadas en este proyecto de titulación.

3.6.10 Diagrama de proceso



CAPITULO IV

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Resultados para el algodón

4.1.1 Recuperación

Se calcula el porcentaje de celulosa de la matriz (alto contenido de celulosa), que es la del algodón; bajo el mismo método y condiciones de análisis para tres muestras por día, durante cuatros días. Aplicando la ecuación 1 de la metodología usada sección 3.6.1. En la Tabla 10 se muestra los resultados obtenidos en el proceso de recuperación de celulosa.

Tabla 4.

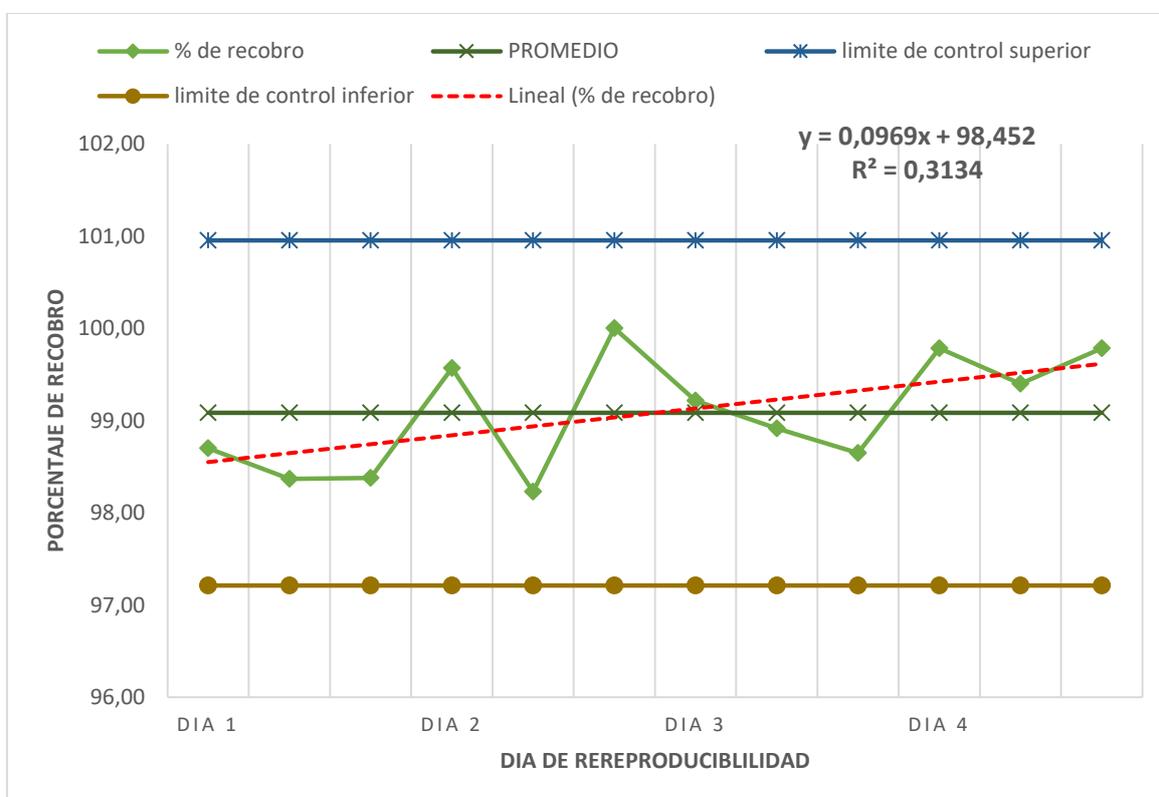
Resultados de porcentaje de recuperación

días	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
dia 1	1	1,0000	91,89	99,23
	2	1,0000	91,58	98,90
	3	1,0000	91,59	98,91
dia 2	1	1,0000	92,7	100,11
	2	1,0000	91,45	98,76
	3	1,0000	93,1	100,54
dia 3	1	1,0000	92,37	99,75
	2	1,0000	92,09	99,45
	3	1,0000	91,84	99,18
dia 4	1	1,0000	92,9	100,32
	2	1,0000	92,54	99,94
	3	1,0000	92,9	100,32
Promedio			92,2458	99,6175
desviacion estandar			0,5812	0,6277
coeficiente de variacion			0,0063	0,0063

El promedio fue de 99,082 % de recobro de las tres muestras que se hicieron durante los tres días analizadas, donde este valor se encuentra en el rango de intervalo de aceptación del (98 – 102) %. El valor que se estigma del coeficiente de variación (CV) debe ser

menor del 2% para que se considera aceptable por lo que se salió un total del 0,0060% de Coeficiente de Variación. Como se presenta en la tabla 10. Se realizó un gráfico de control de calidad para el laboratorio mostrado en la Figura 9, donde todos los datos se encuentran en el límite de control tanto superior como inferior de los datos obtenidos, el límite inferior se calcula mediante la resta del promedio con tres veces la desviación estándar; el límite superior se calcula mediante la suma del promedio con tres veces la desviación estándar.

Figura 9. Porcentaje de recobro vs el algodón



Se considera aceptable por lo que no existe diferencia significativa y el gráfico de % recobro demuestra que el método está bajo control. Celulosa contenido teórico para el algodón es de 92,6-95% (Tejedor, 1987).

4.1.2 Selectividad

Con los ensayos realizados en el laboratorio se demuestra la que la metodología propuesta de Kurschner y Hooper es selectiva y propuesta solo para la determinación de celulosa , ya que al hacer análisis a otras muestras como proteínas y almidón esta tuvo una reacción no favorable, por lo que se comprueba que el método es selectivo solamente para la determinación de celulosa.

4.1.3 Robustez

Se analizan tres series de 3 muestras en iguales condiciones de operaciones. La primera serie se rotula de 1g, la segunda serie de 0,5g y la tercera serie de 1,5g de pesos correspondientes.

Para el cálculo de la t student se utiliza la media desviación estándar, se utiliza la Tabla 14. La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1g y de 0,5

Obteniendo de las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 se tiene:

$$S = 0,391$$

$$t = 1,280$$

El valor critico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027. Al analizar el resultado se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 1 g y de 0,5g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |98,4819 - 98,8901|\%$$

$$|di| = 0,408$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,408% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1g y 0,5g. Para el cálculo de la t estudent se utilizaron las “media desviación estándar” de la tabla 15.

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1g y de 0,5. Obteniendo de las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2:

$$S = 0,152$$

$$t = 0,596$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 1 g y de 0,5g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |98,4819 - 98,4079|\%$$

$$|di| = 0,073$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,073% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1g y 1,5g.

Tabla 5

Comparativo de 0,5g y 1,5g

Parámetros Estadísticos	Muestra titulada (0,5g)	Muestra titulada (1,5g)
medias x	98,8901	98,4079
Desv.St (S)	0,5304	0,1493

Cantidad de Muestras	3	3
-----------------------------	---	---

Nota: Elaborado por autores

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1,5g y de 0,5

Obteniendo de las mismas ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 los siguientes resultados:

$$S = 0,390$$

$$t = 1,516$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 0,5 g y de 1,5g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |98,8901 - 98,4079|\%$$

$$|di| = 0,4822$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,4822% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 0,5g y 1,5g.

4.1.4 Análisis anova de un factor para la matriz del algodón

En la tabla 6 se muestra el porcentaje de la celulosa en la matriz del algodón por diferentes pesos.

Tabla 6

Pesos por series y porcentajes de celulosa del algodón

Algodón (0,5g)		
P crisol	crisol más muestra	% Celulosa
24,4179	24,8794	92,3
20,6258	21,0827	91,38
22,8658	23,3284	92,52
Algodón (1,5g)		
P crisol	crisol más muestra	% Celulosa
25,6986	27,0749	91,75
24,4476	25,819	91,43
21,9670	23,3421	91,67
Algodón (1,0 g)		
P crisol	crisol más muestra	% Celulosa
22,8689	23,7878	91,89
20,6343	21,5501	91,58
24,4212	25,3371	91,59

Tabla 7

Agrupación del porcentaje de celulosa del algodón

		DÍA 1		
	MATRIZ	P. 1,5	P. 1	P. 0,5
muestra 1		91,75	91,89	92,3
muestra 2	Algodón	91,43	91,58	91,38
muestra 3		91,67	91,59	92,52
	suma	274,85	276,20	275,06
	media aritmética	91,62	92,07	91,69
	n. datos (n)	3,00	3,00	3,00
	tratamiento	-0,17	0,28	-0,10

La matriz de algodón anova de un solo factor: porcentaje de celulosa en un día, algodón vs diferentes pesos.

Tabla 8

Criterio de aceptación anova para el algodón

Hipótesis nula	Todas las medias son iguales
Hipótesis alterna	No todas las medias son iguales
Nivel de significancia	$\alpha = 0,05$

Nota: Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Tabla 9

Varianza de análisis

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
DIFERENTES PESOS	2	0,3506	0,1753	1,24	0,355
Error	6	0,8515	0,1419		
Total	8	1,2022			

Tabla 10

Resumen del modelo para el algodón

S	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)	R-cuad. (pred)
0,376722	29,17%	5,56%	0,00%

- **Medias**

Tabla 11

Medias aritmética e intervalo de trabajo para el algodón

DIFERENTES PESOS	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
P. 0,5	3	92,067	0,605	(91,534. 92,599)
P. 1	3	91,687	0,176	(91,154. 92,219)
P. 1,5	3	91,6178	0,1703	(91,0856. 92,1500)

Nota: Desv.Est. agrupada = 0,376722

- **Comparaciones en parejas de Tukey**

Tabla 12

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

DIFERENTES PESOS	N	Media	Agrupación
P. 0,5	3	92,067	A
P. 1	3	91,687	A
P. 1,5	3	91,6178	A

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Figura 10. *Diferencia entre las medias para el porcentaje de celulosa, un día de algodón*

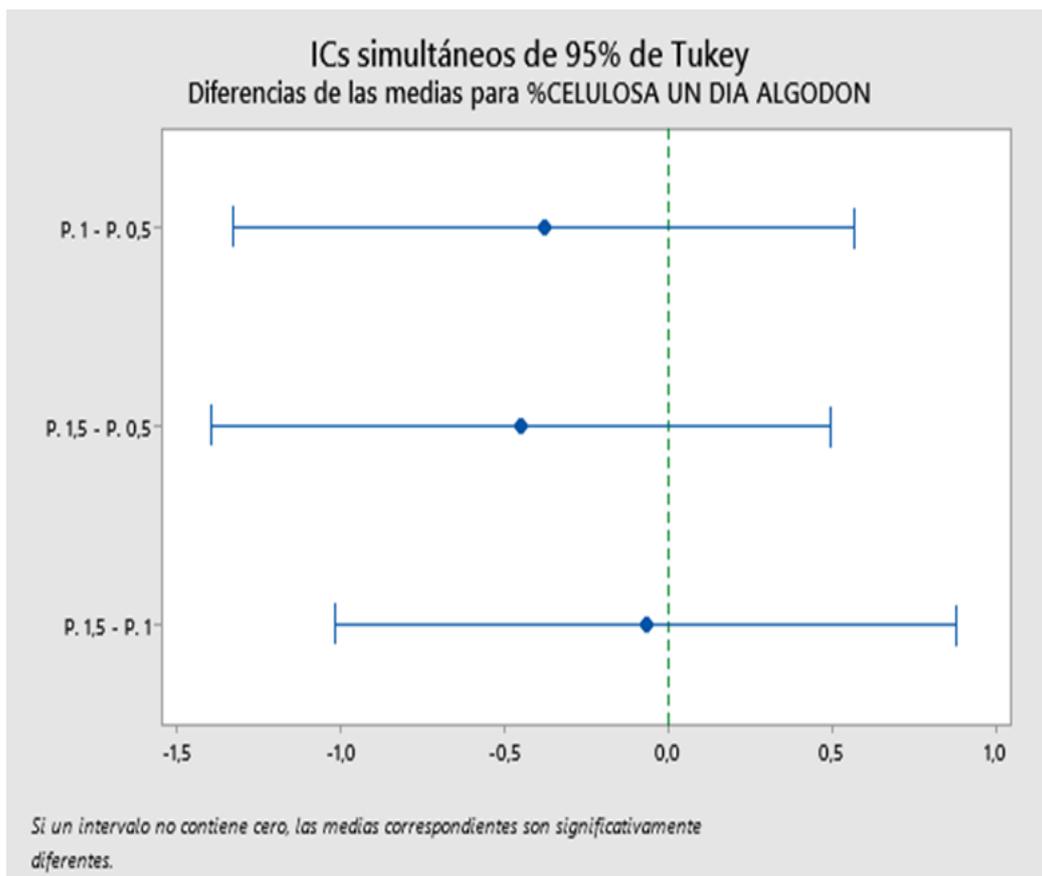


Tabla 13

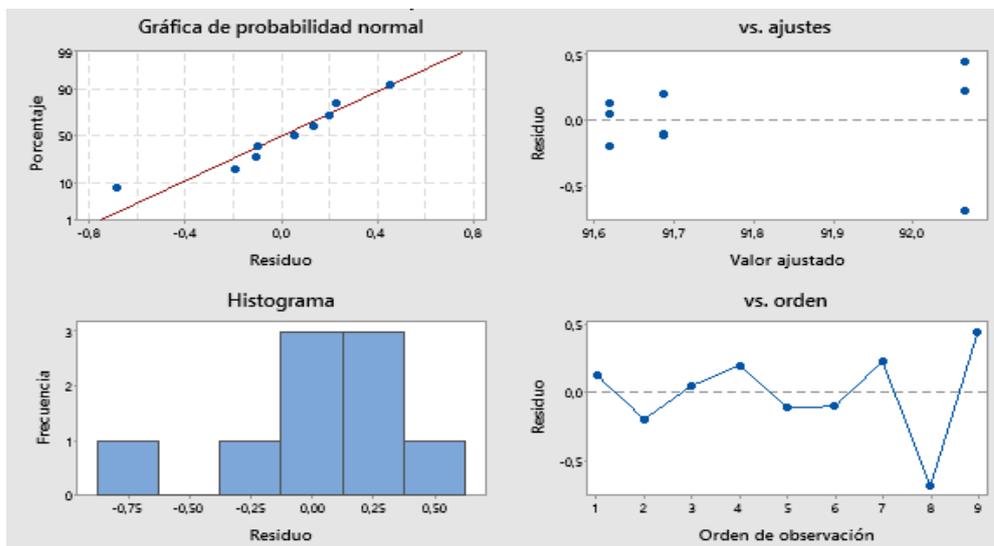
Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
P. 1 - P. 0,5	-0,380	0,308	(-1,324. 0,564)	-1,24	0,477
P. 1,5 - P. 0,5	-0,449	0,308	(-1,393. 0,495)	-1,46	0,373
P. 1,5 - P. 1	-0,069	0,308	(-1,013. 0,875)	-0,22	0,973

Nota: Nivel de confianza individual = 97,80%

La prueba ANOVA DE UN FACTOR mostrado en la Figura 10 mediante MiniTab 19, nos indica que no existe ninguna diferencia significativa entre los resultados obtenidos de las tres series de pesos de las tres muestras en un solo día donde se lo puede ver por el método de Tukey en la cual se hizo relación entre los tres pesos por la cual los tres comparten una letra, esto quiere decir que los tres no hay diferencia significativa donde las medias son iguales.

Figura 11. Gráficas del porcentaje de celulosa en un día para el algodón

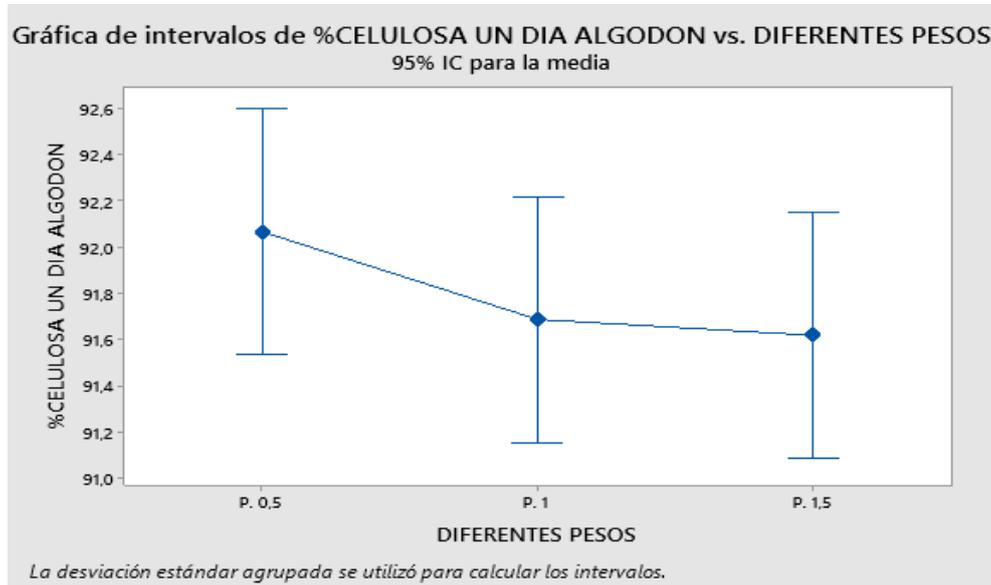


- **Intervalo de trabajo**

Se realizaron tres muestras de las tres diferentes series obteniendo los siguientes resultados.

Intervalo de trabajo. Ver tabla 14.

Figura 12. Gráfica de intervalo de porcentaje de celulosa



El criterio de aceptación para el intervalo de trabajo del 91,0856 al 92,599, a partir del MiniTab donde se aceptó la hipótesis nula, por ende, el criterio de aceptación de intervalo de trabajo fue aceptable en las muestras de porcentaje de celulosa.

- **Repetibilidad y reproducibilidad**

Para la repetibilidad y la reproducibilidad se determinó las medias de cada una de las tres muestras de cada uno de los cuatro días. Ver tabla 10.

El promedio fue del 99,0825%, dado que se encuentra en el intervalo de 98 – 102%, el valor es aceptable; el coeficiente de variación del porcentaje de recuperación es menor del 2% se considera admisible por la cual, se calcula el intervalo de confianza en % de recuperación.

$$IC(\bar{x}) = \bar{x} \pm t_{0,975, n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$IC(\bar{x}) = 99,0825 \pm 2.2010 \frac{0,6243}{\sqrt{12}}$$

$$IC(\bar{x}) = 99,0825 \pm 0,396$$

El intervalo de confianza para la media está muy cerca y en el rango de aceptación al 100% el valor es aceptable, por lo tanto, es preciso y exacto.

- **Precisión intermedia**

Se realizaron 3 muestras de porcentaje de celulosa en dos días diferentes por dos analistas diferentes, obteniendo lo siguientes resultados.

Tabla 14

Resultados de porcentaje registrados por el analista 1

Analista 1	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro	
Día 1	1	1,0000	91,89	98,70	
	2	1,0000	91,58	98,37	
	3	1,0000	91,59	98,38	
		Promedio		91,6867	98,4819
		Desv. st		0,1762	0,1892
		CV		0,0019	0,0019
	Día 2	1	1,0000	92,37	99,22
2		1,0000	92,09	98,92	
3		1,0000	91,84	98,65	
		Promedio		92,1000	98,9259
		Desv. st		0,2651	0,2848
		CV		0,0029	0,0029

Tabla 15

Resultados de porcentaje registrados por el analista 2

Analista 2	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
------------	---------	-------------------------	---------------	--------------

Día 1	1	1,0000	92,7	99,57
	2	1,0000	91,45	98,23
	3	1,0000	93,1	100,00
		Promedio	92,4167	99,2660
		Desv. st	0,8607	0,9245
		CV	0,0093	0,0093
Día 2	1	1,0000	92,9	99,79
	2	1,0000	92,54	99,40
	3	1,0000	92,9	99,79
		Promedio	92,7800	99,6563
		Desv. st	0,2078	0,2233
		CV	0,0022	0,0022

Tabla 16

Resultados generales

General	
Promedio	99,0825
desv. st	0,4054
CV	0,0041

El resultado de todo el coeficiente de variación es de 0,4054, por tanto, se acepta y es admisible porque es menor que al criterio de aceptación de 2%.

Para el día 1, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,1892)^2}{(0,9245)^2} = 0,042$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realiza el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes.

Calculada la varianza y t con las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 respectivamente se tiene:

$$S = 0,667$$

$$t = 1,439$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de % de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 1 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferente analista.

Para el día 2, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,2848)^2}{(0,2233)^2} = 1,626$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes.

Se calcula S^2 mediante la siguiente formula.

$$S^2 = \frac{[(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2]}{n_1 + n_2 - 2}$$

$$S = 0,654$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,7289)^2}{(0,6633)^2} = 1,207$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes.

Con la ecuación 3 y 4 de la sección 4.1.2 obtenemos;

$$S = 0,6968$$

$$t = 2,2023$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de % de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 2 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferentes análisis.

4.2 Resultados para la cascara de plátano

4.2.1 Recuperación

Se calcula el porcentaje de celulosa de la matriz de la cascara de plátano; bajo el mismo método y condiciones de análisis para tres muestras por día, durante cuatro días. Partiendo de un valor de porcentaje de celulosa del $42,87 \pm 0,05 \%$, Aplicando la ecuación 1 de la metodología usada sección 3.6.1 se calcula el porcentaje de recuperación. En la Tabla 28 se muestra los resultados obtenidos en el proceso de recuperación de celulosa

Tabla 17

Recuperación de celulosa de la cascara de banano

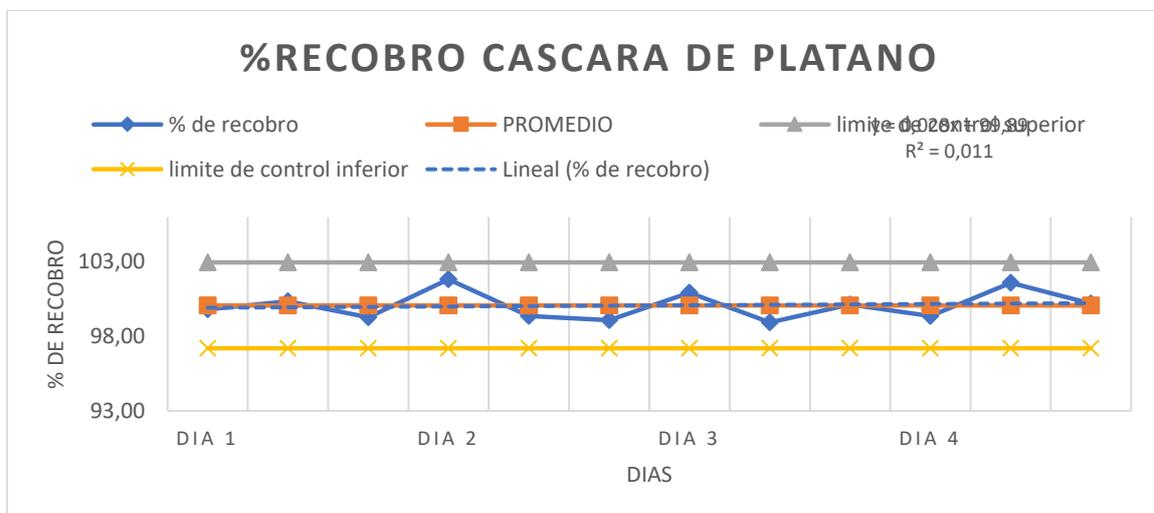
	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
Día 1	1	1,0000	42,79	99,81
	2	1,0000	43,02	100,35
	3	1,0000	42,56	99,28
Día 2	1	1,0000	43,65	101,82
	2	1,0000	42,6	99,37
	3	1,0000	42,48	99,09
Día 3	1	1,0000	43,27	100,93

	2	1,0000	42,41	98,93
	3	1,0000	42,93	100,14
	1	1,0000	42,6	99,37
Día 4	2	1,0000	43,55	101,59
	3	1,0000	42,95	100,19
		Promedio	42,9008	100,0719
		desviación estándar	0,4116	0,9602
		coeficiente de variación	0,0096	0,0096

El promedio fue de 42,78 % de recobro de las tres muestras que se hicieron durante los tres días analizadas, donde este valor se encuentra en el rango de intervalo de aceptación del (98 – 102) %. El valor que se estigma del coeficiente de variación (CV) debe ser menor del 2% para que se considera aceptable por lo que se salió un total del 0,0060% de Coeficiente de Variación.

Se realizo un gráfico de control de calidad para el laboratorio, se muestra la Figura 12, donde todos los datos se encuentran en el límite de control tanto superior como inferior de los datos obtenidos, el límite inferior se calcula mediante la resta del promedio con tres veces la desviación estándar; el límite superior se calcula mediante la suma del promedio con tres veces la desviación estándar.

Figura 13. Porcentaje del recobro vs el tiempo para la cáscara de plátano



Se considera aceptable por lo que no existe diferencia significativa y el gráfico de % recobro demuestra que el método está bajo control.

4.2.2 Robustez

Se analizaron tres series de 3 muestras a las mismas condiciones de operaciones. La serie se rotula de 1 g, la segunda serie de 0,5 g y la tercera serie de 1,5 g de pesos correspondiente. Ver tabla 29, 30, y 31

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1 g y de 0,5. Ver tabla 32.

Obteniendo:

$$S = 0,1498$$

$$t = 0,248$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de **4,3027**.

Al analizar el resultado se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras del peso de 1 g y de 0,5 g. Cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |99,0358 - 99,3391|\%$$

$$|di| = 0,3033$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,726% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1 g y 0,5 g.

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1 g y de 1,5 g.

Obteniendo:

$$S = 1,199$$

$$t = 0,527$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras del peso de 1 g y de 0,5 g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el porcentaje de recuperación.

$$|di| = |99,0358 - 98,5201|\%$$

$$|di| = 0,517$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,793% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1 g y 1,5 g.

Tabla 18

Comparación de pesos de 0,5 g y 1,5 g la cascara de banano

Parámetros Estadísticos	Muestra titulada (0,5 g)	Muestra titulada (1,5 g)
medias x	98,8901	98,4079
Desv.St (S)	0,5304	0,1493
Cantidad de Muestras	3	3

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1 g y de 0,5 g.

Obteniendo:

$$S = 1,202$$

$$t = 0,834$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas y es de 4,3027.

Al analizar el resultado se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras del peso de 0,5 g y de 1,5 g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el porcentaje de recuperación.

$$|di| = |99,3391 - 98,521|\%$$

$$|di| = 0,819$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,067 % por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2 % de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 0,5 g y 1,5 g.

4.2.3 Análisis anova de un factor para la matriz de cascara de banano

En adelante se muestra las tablas con información del análisis de anova para los resultados de los ensayos experimentales de la muestra del banano.

Tabla 19*Análisis de varianza para la cascara de banano*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
DIFERENTES PESOS	2	0,1891	0,09453	0,20	0,823
Error	6	2,8269	0,47115		
Total	8	3,0160			

Tabla 20*Resumen del modelo para la cascara de banano*

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,686403	6,27%	0,00%	0,00%

Tabla 21*Medias e intervalos para la cascara de banano*

DIFERENTES PESOS	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
P. 0,5	3	42,587	0,788	(41,617. 43,556)
P. 1	3	42,457	0,785	(41,487. 43,426)
P. 1,5	3	42,236	0,420	(41,266. 43,205)

Nota: *Desv.Est. agrupada = 0,686403*

- **Comparaciones en parejas de Tukey**

Método de Tukey y una confianza de 95% para la cascara de banano

Tabla 22*Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%*

DIFERENTES			
PESOS	N	Media	Agrupación
P. 0,5	3	42,587	A
P. 1	3	42,457	A
P. 1,5	3	42,236	A

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Figura 14. Diferencias de medias para el porcentaje de celulosa, un día de cáscara de plátano

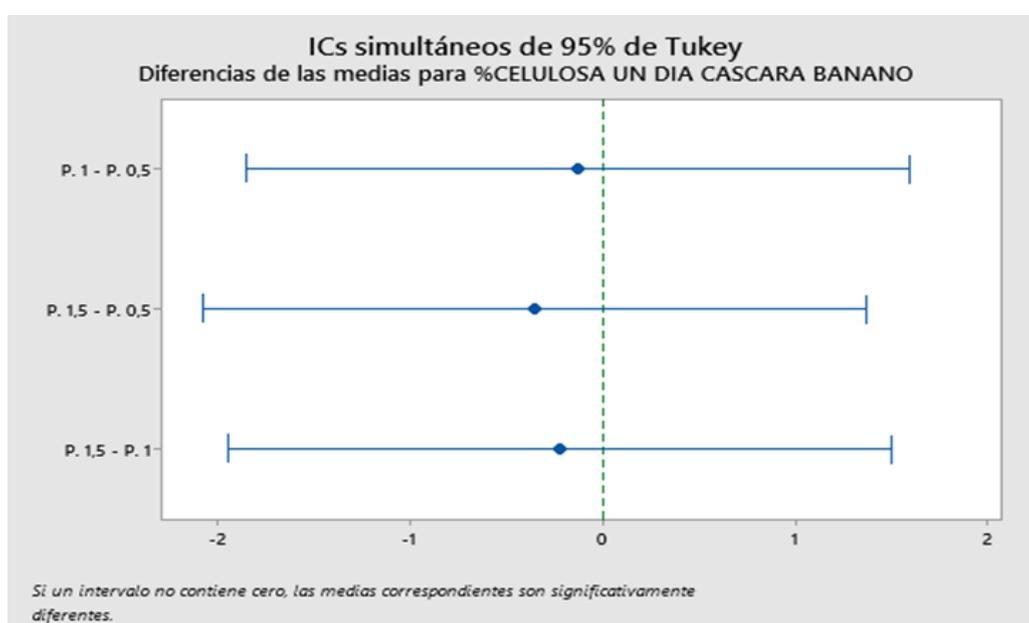


Tabla 23

Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias para la cascara de banano

Diferencia de niveles	Diferencia		IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
	de las medias	EE de diferencia			
P. 1 - P. 0,5	-0,130	0,560	(-1,850. 1,590)	-0,23	0,971
P. 1,5 - P. 0,5	-0,351	0,560	(-2,071. 1,369)	-0,63	0,812
P. 1,5 - P. 1	-0,221	0,560	(-1,941. 1,499)	-0,39	0,919

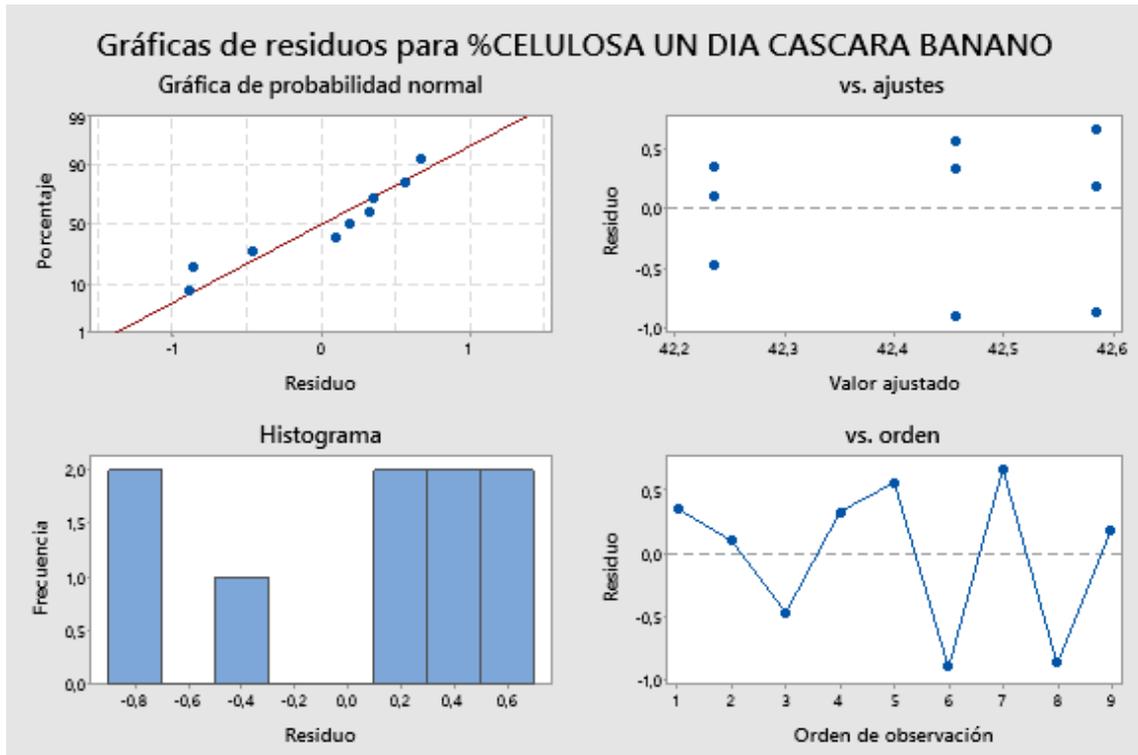
Nota: Nivel de confianza individual = 97,80%

- **Intervalo de trabajo**

Se realizo tres muestras de las tres diferentes series obteniendo los siguientes resultados.

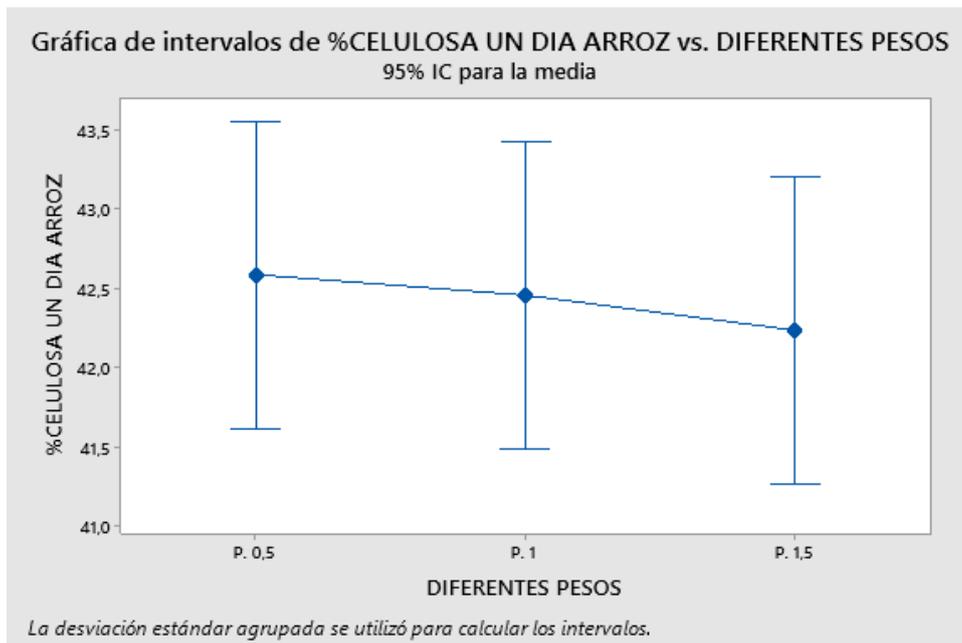
Intervalo de trabajo. Desviación Estándar. agrupada = 0,686403

Figura 15. Gráfica de residuos para porcentaje de celulosa en un día de banana



El criterio de aceptación para el intervalo de trabajo del 41,266 al 43,556, a partir del MiniTab donde se aceptó la hipótesis nula, por ende, el criterio de aceptación de intervalo de trabajo fue aceptable en las muestras de porcentaje de celulosa.

Figura 16. *Grafica de intervalo de porcentaje de celulosa*



- **Repetibilidad y reproducibilidad**

Para la repetibilidad y la reproducibilidad se determinó las medias de cada una de las tres muestras de cada uno de los cuatros días. Ver tabla 24.

El promedio fue del 99,0825 %, dado que se encuentra en el intervalo de 98 – 102 %, el valor es aceptable; el coeficiente de variación del porcentaje de recuperación es menor del 2% se considera admisible por la cual, se calcula el intervalo de confianza en porcentaje de recuperación.

$$IC(\bar{x}) = \bar{x} \pm t_{0,975, n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$IC(\bar{x}) = 99,4888 \pm 2.2010 \frac{0,9602}{\sqrt{12}}$$

$$IC(\bar{x}) = 99,4888 \pm 0,61$$

El intervalo de confianza para la media está muy cerca y en el rango de aceptación al 100% el valor es aceptable, por lo tanto, es preciso y exacto.

Tabla 24*Robustes registrada por el analista 1*

Analista 1	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro	
Día 1	1	1	42,79	99,81	
	2	1	43,02	100,35	
	3	1	42,56	99,28	
		Promedio		42,7900	99,8134
		desv. st		0,2300	0,5365
		CV		0,0054	0,0054
	Día 2	1	1,0000	43,65	101,82
2		1,0000	42,6	99,37	
3		1,0000	42,48	99,09	
		Promedio		42,9100	100,0933
		desv. st		0,6437	1,5014
		CV		0,0150	0,0150

- **Precisión intermedia**

Se realizaron 3 muestras de porcentaje de celulosa en dos días diferentes por dos analistas diferentes, obteniendo lo siguientes resultados.

Tabla 25*Robustes registrada por el analista 2*

Analista 2	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro	
Día 1	1	1,0000	43,27	100,93	
	2	1,0000	42,41	98,93	
	3	1,0000	42,93	100,14	
		Promedio		42,8700	100,0000
		desv. st		0,4331	1,0103
		CV		0,0101	0,0101
	Día 2	1	1,0000	42,6	99,37
2		1,0000	43,55	101,59	
3		1,0000	42,95	100,19	
		Promedio		43,0333	100,3810
		desv. st		0,4805	1,1207
		CV		0,0112	0,0112

Tabla 26

Resultados generales

General	
Promedio	100,0719
desv. st	1,0422
CV	0,0104

El resultado de todos los coeficientes de variación s, de 0,4054, se acepta y es admisible porque es menor que al criterio de aceptación de 2%.

Para el día 1, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,5365)^2}{(1,0103)^2} = 0,2819$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes. Con las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 Se calcula S^2 y t

$$S = 0,8088$$

$$t = 0,2825$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

Se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de % de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 1 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferentes analistas.

Para el día 2, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,7289)^2}{(0,6633)^2} = 1,207$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes. De la misma manera usando las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 se vuelve a calcular S y t obtenido como resultado

$$S = 0,6968$$

$$t = 2,2023$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de porcentaje de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 2 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferentes analistas.

4.3 Resultados para la cascarilla de arroz

4.3.1 Recuperación

Se calcula el porcentaje de recuperación de la matriz de la cascarilla de arroz, bajo el mismo método y condiciones de análisis de tres muestras por día, durante cuatros días. Partiendo de un valor de porcentaje de celulosa del $60,12 \pm 0,05 \%$, se calcula el

porcentaje de recuperación con la ecuación 1 de la metodología sección 3.6.1. En la Tabla 43 se muestra los resultados obtenidos en el proceso de recuperación de celulosa.

Tabla 27

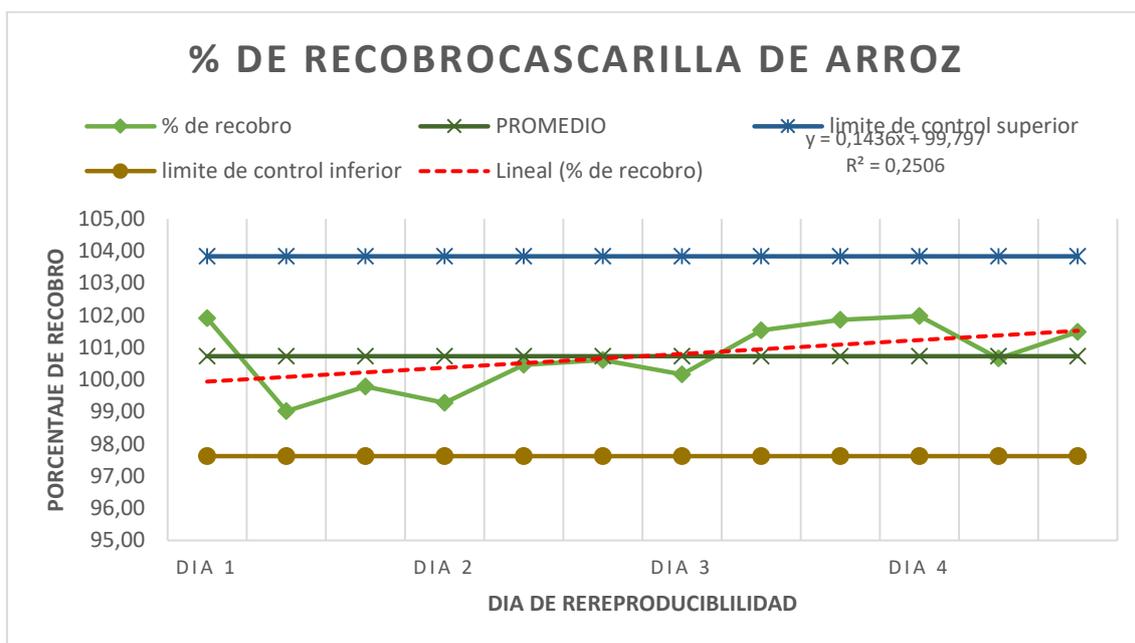
Cálculo del porcentaje de recobro en la cascara de arroz

días	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
día 1	1	1,0000	61,27	101,91
	2	1,0000	59,53	99,02
	3	1,0000	59,99	99,78
día 2	1	1,0000	59,69	99,28
	2	1,0000	60,4	100,47
	3	1,0000	60,49	100,62
día 3	1	1,0000	60,22	100,17
	2	1,0000	61,04	101,53
	3	1,0000	61,24	101,86
día 4	1	1,0000	61,31	101,98
	2	1,0000	60,52	100,67
	3	1,0000	61,01	101,48
Promedio			60,5592	100,7305
Desv. st			0,6217	1,0342
coeficiente de variación			0,0103	0,0103

El promedio fue de 60,12 % de recobro de las tres muestras que se hicieron durante los tres días analizadas, donde este valor se encuentra en el rango de intervalo de aceptación del (98 – 102) %. El valor que se estigma del coeficiente de variación (CV) debe ser menor del 2% para que se considera aceptable por lo que se salió un total del 0,0060% de Coeficiente de Variación.

Se realizo un gráfico de control de calidad para el laboratorio que se muestra en la Figura 15, donde todos los datos se encuentran en el límite de control tanto superior como inferior de los datos obtenidos, el límite inferior se calcula mediante la resta del promedio con tres veces la desviación estándar; el límite superior se calcula mediante la suma del promedio con tres veces la desviación estándar.

Figura 17. Porcentaje del recobro vs el tiempo para la cascarilla de arroz



Se considera aceptable por lo que no existe diferencia significativa y el gráfico de % recobro demuestra que el método está bajo control.

4.3.2 Robustez

Se analizaron tres series de 3 muestras a las mismas condiciones de operaciones. Las series se rotula de 1g, la segunda serie de 0,5g y la tercera serie de 1,5g de pesos correspondiente. Ver tabla 44, 45 y 46.

Para calcular la t student se escoge datos de la tabla 46. La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1g y de 0,5

Obteniendo:

$$S = 0,993$$

$$t = 0,896$$

El valor critico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 1 g y de 0,5g. Cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas. Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |100,0943 - 99,3679|\%$$

$$|di| = 0,726$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,726% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1g y 0,5g.

Se escogen datos de la combinación de 1g y 1,5g. ver tabla 28.

La hipótesis nula: nos quiere decir que no existe diferencia significativa entre los pesos de 1g y de 1,5

Obteniendo:

$$S = 1,043$$

$$t = 0,931$$

El valor critico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 1 g y de 0,5g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |100,0943 - 99,3014|\%$$

$$|di| = 0,793$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,793% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 1g y 1,5g.

Tabla 28

Comparación de pesos en 0,5g y 1,5g en la cascara de arroz

Parámetros Estadísticos	Muestra titulada (0,5g)	Muestra titulada (1,5g)
medias x	99,3679	99,3014
Desv.St (S)	0,7349	0,8633
Cantidad de Muestras	3	3

$$S = 0,802$$

$$t = 0,102$$

El valor crítico de t student con 95 % de significancia y 2 grados de libertad se lo obtiene de tablas del ANEXO 4 y es de 4,3027.

Al analizar los resultados se acepta la hipótesis nula, es decir, que no existe diferencia significativa entre las muestras de los pesos de 0,5 g y de 1,5g. cumpliendo con el criterio de aceptación establecidas.

Se calcula la diferencia absoluta de las medias aritméticas para la comprobación, mediante el % recuperación.

$$|di| = |99,3679 - 99,3014|\%$$

$$|di| = 0,067$$

Las diferencias absolutas de las medias fueron de 0,067% por lo que cumple con el criterio de aceptación constituido anteriormente, ya que, es menor que el 2% de diferencia. Lo que indica que el método es robusto con los pesos de 0,5g y 1,5g.

4.3.3 Análisis anova de un solo factor para la matriz de la cascarilla de arroz

En la tabla 50 se muestra el porcentaje de la celulosa en la matriz de la cascarilla de arroz por diferentes pesos.

Tabla 29

Análisis de varianza en la cascarilla de arroz

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
DIFERENTES PESOS	2	0,4195	0,2097	0,43	0,671
Error	6	2,9458	0,4910		
Total	8	3,3652			

Nota: Se presupuso igualdad de varianzas para el análisis.

Tabla 30

Resumen del modelo en la cascarilla de arroz

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,700685	12,47%	0,00%	0,00%

Tabla 31

Medias e intervalos en la cascarilla de arroz

DIFERENTES PESOS				
PESOS	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
P. 0,5	3	59,740	0,541	(58,750. 60,730)
P. 1	3	60,177	0,881	(59,187. 61,167)
P. 1,5	3	59,700	0,636	(58,710. 60,690)

Nota: Desv.Est. agrupada = 0,700685

- **Comparaciones en parejas de Tukey**

Figura 18. Diferencias de medias para porcentaje de celulosa, un día para la cascarilla de arroz

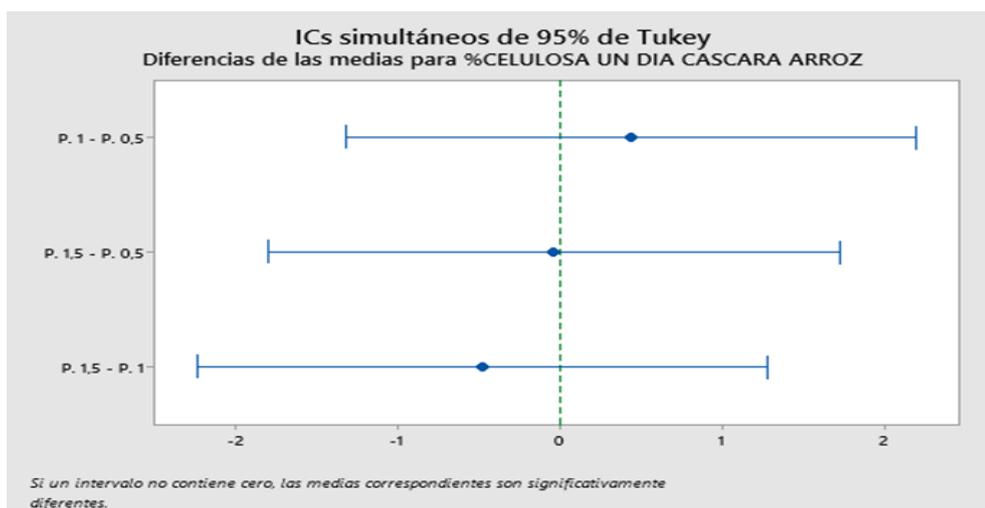


Tabla 32

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
P. 1 - P. 0,5	0,437	0,572	(-1,319. 2,192)	0,76	0,737
P. 1,5 - P. 0,5	-0,040	0,572	(-1,796. 1,716)	-0,07	0,997
P. 1,5 - P. 1	-0,477	0,572	(-2,232. 1,279)	-0,83	0,698

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

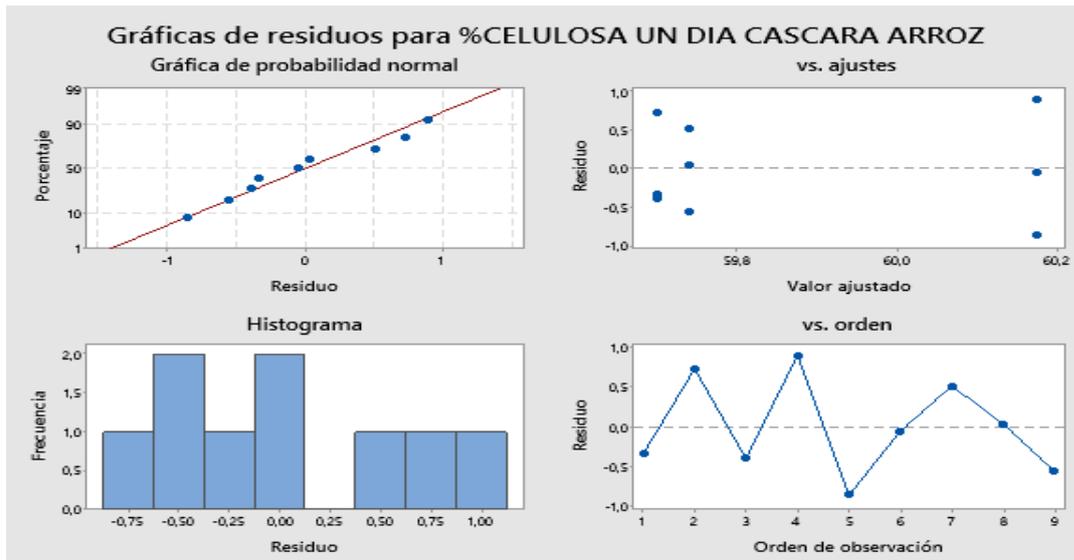
Tabla 33

Pruebas simultáneas de Tukey para diferencias de las medias

Diferencia de niveles	Diferencia de las medias	EE de diferencia	IC de 95%	Valor T	Valor p ajustado
P. 1 - P. 0,5	0,437	0,572	(-1,319. 2,192)	0,76	0,737
P. 1,5 - P. 0,5	-0,040	0,572	(-1,796. 1,716)	-0,07	0,997
P. 1,5 - P. 1	-0,477	0,572	(-2,232. 1,279)	-0,83	0,698

Nota: Nivel de confianza individual = 97,80%

Figura 19. Gráficas de residuos para el porcentaje de celulosa de cascarilla de arroz

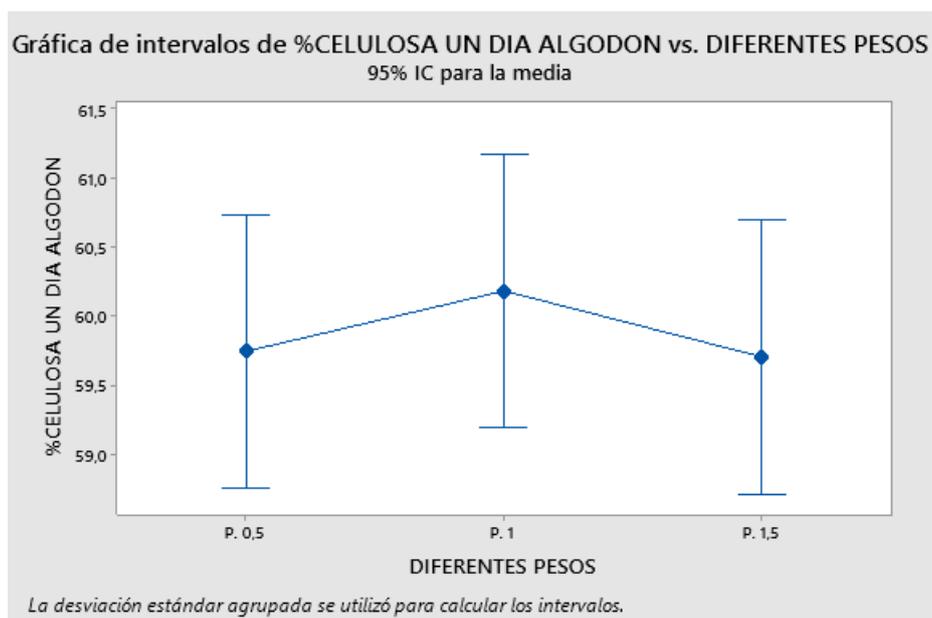


- **Intervalo de trabajo**

Se realizó tres muestras de las tres diferentes series obteniendo los siguientes resultados del Intervalo de trabajo. Ver tabla 52.

El criterio de aceptación para el intervalo de trabajo del 58,710 al 61,167, a partir del MiniTab donde se aceptó la hipótesis nula, por ende, el criterio de aceptación de intervalo de trabajo fue aceptable en las muestras de porcentaje de celulosa.

Figura 20. *Gráfica de intervalo de % de celulosa*



- **Repetibilidad y reproducibilidad**

Para la repetibilidad y la reproducibilidad se determinó las medias de cada una de las tres muestras para cada uno de los cuatros días. Ver tabla 43.

El promedio fue del 99,0825%, dado que se encuentra en el intervalo de 98 – 102%, el valor es aceptable; el coeficiente de variación del porcentaje de recuperación es menor del 2% se considera admisible por la cual, se calcula el intervalo de confianza en porcentaje de recuperación.

$$IC(\bar{x}) = \bar{x} \pm t_{0,975,n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$IC(\bar{x}) = 99,084 \pm 2.2010 \frac{1,0173}{\sqrt{12}} = 99,0825 \pm 0,293$$

El intervalo de confianza para la media está muy cerca y en el rango de aceptación al 100% el valor es aceptable, por lo tanto, es preciso y exacto.

- **Precisión intermedia**

Se realizaron en tres muestras el porcentaje de celulosa, en dos días diferentes por dos analistas diferentes, obteniendo lo siguientes resultados.

Tabla 34

Porcentaje de recobro registrado por el analista 1 en la cascara de arroz

Analista 1	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
Día 1	1	1,0000	61,27	101,91
	2	1,0000	59,53	99,02
	3	1,0000	59,99	99,78
		Promedio	60,2633	100,2384
		desv. st	0,9016	1,4997
		CV	0,0150	0,0150
Día 2	1	1,0000	59,69	99,28
	2	1,0000	60,4	100,47
	3	1,0000	60,49	100,62
		Promedio	60,1933	100,1220
		desv. st	0,4382	0,7289
		CV	0,0073	0,0073

Tabla 35*Porcentaje de recobro registrado por el analista 1 en la cascara de arroz.*

Analista 2	muestra	cantidad de muestra (g)	% de celulosa	% de recobro
Día 1	1	1,0000	60,22	100,17
	2	1,0000	61,04	101,53
	3	1,0000	61,24	101,86
		Promedio	60,8333	101,1865
		desv. st	0,5405	0,8990
		CV	0,0089	0,0089
Día 2	1	1,0000	61,31	101,98
	2	1,0000	60,52	100,67
	3	1,0000	61,01	101,48
		Promedio	60,9467	101,3750
		desv. st	0,3988	0,6633
		CV	0,0065	0,0065

Tabla 36*Resultado total en la cascara de arroz.*

General	
Promedio	100,7305
desv. st	0,9477
CV	0,0094

El resultado de todos los coeficientes de variación estándar es de 0,4054, se acepta y es admisible porque es menor que al criterio de aceptación de 2%.

Para el día 1, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(1,4997)^2}{(0,8990)^2} = 0,042$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes. Con las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2, se determina los siguientes valores:

$$S = 1,236$$

$$t = 0,9394$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

Se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de porcentaje de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 1 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferentes analistas.

Para el día 2, se comparan los resultados de las desviaciones media F de Fisher. Donde se calcula por la siguiente formula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde:

$$S_1^2 = \text{desviacion estandar del analista 1}$$

$$S_2^2 = \text{desviacion estandar del analista 2}$$

Para aceptar la hipótesis nula las de las desviaciones estándar de los resultados por el analista no son tienen diferencia significativa.

$$F = \frac{(0,7289)^2}{(0,6633)^2} = 1,207$$

La F de Fisher de tablas a 95,5% de confianza y a dos grados de libertad nos dio un valor de 39,00.

$$F \text{ calculada} < F \text{ tablas}$$

Por lo tanto, dice que no hay diferencia significativa y se acepta la hipótesis nula.

También se realizó el cálculo de la prueba de significancia student de las medias, a partir de la hipótesis adopta que no son significativamente diferentes.

Se calcula S y t , con las ecuaciones 3 y 4 de la sección 4.1.2 de este documento, teniendo como resultado:

$$S = 0,6968$$

$$t = 2,2023$$

El valor de t student con 95% de significancia, nivel de confianza del 5% y 2 grados de libertad nos dio un $t=4,3027$.

$$t \text{ calculada} < t \text{ tablas}$$

se acepta la hipótesis nula, por las medias de los resultados de % de celulosa de los analistas no son significativamente diferente, es decir que para el día 2 no existe diferencia entre los resultados obtenidos por diferentes analistas.

4.4 Análisis de resultados

Se presento tres matrices para la validación de métodos entre estas matrices lignocelulósico están el algodón, cascara de arroz y cascara de banano y se realizaron análisis de resultados de los parámetros de desempeño para cada una de las matrices.

Se utilizo el método de recuperación a las tres matrices, en la cual se presentó una recuperación para el algodón de 99,083%, la recuperación de la cascara de arroz es de 100,730% y la recuperación de la cascara de banano de 100,071%. Dentro de los parámetros de aceptación para la validación se considera que el método propuesto es aceptable bajo condiciones específicas y proximidad los valores verdaderos.

Se comprobó en cada una de las matrices (algodón, cascara de arroz y cascara de banano) se considera que el método es selectivo, ya que no se ve afectado por la adición de diferentes tipos de pesos de las matrices, demostrando que no existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos al aumentar el peso para la determinación del porcentaje de celulosa en la muestra de estudio.

Considerando los resultados para la validación se consideró robusto al no presentar alteraciones en los resultados del análisis y al no obtener diferencias significativas en las muestras de los diferentes tipos de pesos. Por lo que es aceptable y posible obtener o identificar igualdad entre los resultados del porcentaje de celulosa al utilizar diferentes tipos de pesos desde 0,5g, 1g y 1,5g respectivamente.

En los intervalos de trabajo están dentro del nivel de satisfacción de incertidumbre en las tres series de las matrices, teniendo como intervalo de trabajo para el algodón de 91,0856 a 92,599 de porcentaje de celulosa en la muestra, también el intervalo de trabajo para la cascara de arroz es de 58,710 a 61,167 de porcentaje de celulosa en la muestra y el intervalo de trabajo para la cascara de banano es de 41,266 a 43,556 de porcentaje de celulosa en la muestras.

Se demostró que el método es repetible y reproducible (precisión intermedia), porque no existe diferencia significativa entre los dos analistas en dos días distintos y se comprueba que el porcentaje de celulosa obtenido es aceptable por lo que está dentro del rango del criterio de aceptación del 98 – 102%. En las tablas a continuación se presentan los resultados para el contenido de humedad de las muestras estudiadas.

Tabla 37

Porcentaje de humedad para la cascarilla de arroz

Peso vacío	Peso de la muestra	Peso + muestra	% humedad
19,5793	2gr	21,4296	7,4850
22,3712	2gr	24,2204	7,5400
16,3835	2gr	18,2310	7,6250

Nota: Realizado por autores

Tabla 38

Porcentaje de humedad para la cáscara de plátano

Peso vacío	Peso de la muestra	Peso + muestra	% Humedad
13,4364	2gr	15,1947	12,0850
12,6217	2gr	14,3795	12,1100
11,2865	2gr	13,0447	12,0900

Nota: Realizado por autores

Tabla 39

Porcentaje de humedad para el algodón

Peso vacío	Peso de la muestra	Peso + muestra	% Humedad
11,4155	2gr	13,3137	5,0900
10,5074	2gr	12,4028	5,2300
19,7584	2gr	21,6546	5,1900

Nota: Realizado por autores

CAPITULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

- Se demuestra mediante diseño experimental la estandarización del método de proceso en la determinación de celulosa en los residuos lignocelulósicos tanto para las matrices de (algodón, cascara de arroz y cascara de plátano) y con la evaluación estadística de los resultados de porcentaje de celulosa, mediante el criterio de aceptación que el método analítico es selectivo, preciso, exacto y reproducible en intervalos de muestras de diferentes pesos.
- Se demostró la validez del método desarrollado para las matrices (algodón, cascara de arroz y cascara de plátano) cumpliendo con los parámetros que se requiere en la validación realizada, para la determinación del porcentaje de celulosa en residuos lignocelulósicos por el método de Kurschner y Hoffer validando la confiabilidad de resultados de cada una de las matrices lignocelulósicas estudiadas .
- Los análisis de costos empleados en el desarrollo del presente proyecto no superaron los costos proyectados en los análisis previos, por lo que se concluye que en términos económicos el estudio cumple lo presupuestado.

5.2. Recomendaciones

- Se recomienda seguir y respetar los protocolos establecidos por las BPL (buenas prácticas de laboratorio) según la validación de la metodología estudiada que se presenta detallada en el desarrollo de este proyecto.
- Validar o verificar las técnicas de análisis para los diferentes ensayos debe aplicarse en todos los laboratorios de análisis para la obtención de resultados confiables.
- También debe ser muy preciso con el tiempo en las digestiones, coger el tiempo del primer burbujeo de la ebullición y ser exacto al concluir con los 30 minutos de calentamiento en las digestiones, ya que esto influye y puede ocasionar pérdida de la muestra de celulosa.
- Al momento de pasar la muestra del crisol al matraz se debe hacerlo con cuidado sin perder muestra porque esto ocasionaría un porcentaje bajo al momento de casar los resultados de porcentaje de celulosa.

REFERENCIAS

- ALARCÓN, M. F. (marzo de 2011). *Determinación, cuantificación y comparación de la concentración de vitamina C en naranja (citrus aurantium), limón (citrus aurantifolia) y mandarina (citrus reticulata) por HPLC*. Obtenido de <http://repositorio.puce.edu.ec/bitstream/handle/22000/5354/T-PUCE-5580.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Anchundia, K., Santacruz, S., & Coloma, J. (diciembre de 2016). *Caracterización física de películas comestibles a base de cáscara de plátano (Musa Paradisiaca)*. Obtenido de Scielo: https://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0717-75182016000400009
- Arias Ortiz, R. A., & Meneses Cruz, J. D. (Diciembre de 2016). *Caracterización fisico-química de residuos agroindustriales (cascarilla de arroz y cascarilla de café), como materia prima potencial para la obtención de bioetanol, Laboratorios de Química UNAN-Managua I-II semestre 2016*. Obtenido de <file:///C:/Users/Usuario/Downloads/53860.pdf>
- Blasco Lopez, G., & Gómez Montaña, F. J. (2014). Propiedades funcionales del plátano (Musa sp). 1-5.
- Chica, J. L., Tirado, C. Y., & Barreto, J. M. (2016). Indicadores de competitividad del cultivo del arroz en Colombia y Estados Unidos. *Revista de ciencias agrícolas*, 1-16.
- da Silva Lacerda, V. (2015). *Aprovechamiento de residuos lignocelulósicos para la producción de biocombustibles y bioproductos*. Obtenido de <file:///C:/Users/Usuario/Downloads/Tesis772-160218.pdf>

- Delgado, G. (2009). Validación y verificación de métodos de ensayos. Un dilema en los laboratorios de ensayos y en las auditorías de la acreditación. *Revista Científica De La UNAN León*, 3(2), 14-21.
- Espinoza, M. G., & Suárez, D. (2019). El sector algodonero en Ecuador: desafíos y oportunidades de la cadena de valor.
- Eurachem. (2016). *La adecuación al uso de los métodos Analíticos*. Obtenido de https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_ES.pdf
- FAO. (2004). *Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación*. Obtenido de El arroz es la vida: <http://www.fao.org/Newsroom/es/focus/2004/36887/index.html>
- Farmasi, J., & Dan, S. (2017). *Validación de un método analítico para la valoración de clorhidrato de terbinafina en gel 1% por cromatografía líquida de alta performance H.P.L.C.*
- García García, L., Bordallo López, E., Dopico Ramírez, D., & Cordero Fernández, D. (2013). Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar. *Icidca. sobre los derivados de la caña de azúcar*, 57-58.
- García, F. L. (Abril de 2009). *Validación de la metodología analítica de cuantificación de clorfeniramina maleato, dextrometorfano bromohidratado, fenilefrina clorhidrato y guaiifenesina en dos jarabes comerciales por cromatografía líquida de alta resolución*. Obtenido de http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/06/06_2763.pdf
- González, L. M. (Agosto de 2014). *Validación de un método analítico para la cuantificación de vitamina a en alimentos, por cromatografía líquida de alta resolución y su determinación en guayaba fresca*. Obtenido de <http://biblio3.url.edu.gt/Tesario/2014/02/02/Arias-Luisa.pdf>

- INEC. (mayo de 2021). *Boletín Técnico Encuesta de superficie y producción Agropecuaria continua*. Obtenido de https://www.ecuadorencifras.gob.ec/documentos/web-inec/Estadisticas_agropecuarias/espac/espac-2020/Boletin%20Tecnico%20ESPAC%202020.pdf
- Jara Samaniego, J., Gallegos, J., & Pullopaxi, A. (diciembre de 2020). *Biotransformación de residuos orgánicos generados en la escuela superior politécnica de Chimborazo-Ecuador mediante compostaje*. Obtenido de Scielo : https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?pid=S2215-24582020000200189&script=sci_arttext&tlng=es
- Jaramillo, D., Morales, S., & Quintero, J. (2017). Evaluación de pretratamientos químicos sobre materiales lignocelulósicos. *Revista chilena de ingeniería*, 733-743.
- Jiménez Muñoz, E. (Agosto de 2017). *Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de agavaceas: potencial elaboración de papel tipo artesanal*. Obtenido de https://www.uaeh.edu.mx/docencia/Tesis/icbi/doctorado/documentos/tesis_edith.pdf
- Jimenez, A., Hernández, K., Collaguazo, Y., Avilés Radium, Pino, J., & García, M. (2019). Película comestible a partir de cáscara de plátano macho (*Musa Paradisiaca* L.). *Ciencia y Tecnología de Alimentos*, 49-57.
- MINSA. (2015). *Guía de validación de métodos analíticos*.
- Naciones Unidas. (26- de abril de 2004). *28ª CONFERENCIA REGIONAL DE LA FAO PARA AMÉRICA LATINA Y EL CARIBE*. Obtenido de Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación.

- Peñeranda Gonzalez, L. V., Montenegro Gómez, S. P., & Giraldo Abad, P. A. (Julio de 2017). *Aprovechamiento de residuos agroindustriales en Colombia*. Obtenido de Dialnet : Dialnet<https://dialnet.unirioja.es> › descarga ›
- Picheansoonthon, C., Engle, J., & Doskotch, R. (2016). *Conformational Studies of 11(S)-Dihydrospeciformin*.
- Pinagorte, C., Bórquez, R., Piloza, D., Arévalo, M., Valenzuela , E., López, R., . . . Bohórquez, T. (2016). Contenidos De Celulosa Y Lignina En Restos LigninoCelulósicos De Gran Tamaño (Necromasa) En Un Bosque Templado De Antiguo Crecimiento Del Centro-Sur de Chile. *European Scientific Journal* , 1-12.
- Prada , A., & Cortés , C. E. (2010). La descomposición térmica de la cascarilla de arroz: una alternativa de aprovechamiento integral. *ORINOQUIA, Universidad de los llanos*.
- San Miguel , E. (Junio de 2011). *Validación de técnicas analíticas. Transferencia a los Laboratorios regionales*. Obtenido de Actividades de Laboratorio de Referencia: http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/remesa/docs/RELABSA/Madrid-Algete_Juin_2011/20_VALIDACION_DE_TECNICAS_ANALITICAS._TRANSFERENCIA_A_LOS_LABORATORIOS_REGIONALES.pdf
- Suarez Guarnizo, E. M. (enero de 2016). *Obtención de pulpa de papel a partir de residuos de la naranja común y limón ponderoso*. Obtenido de <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/6856/1/T-UCE-0017-0014-2016.pdf>
- Valenzuela Martinez, M. L. (Octubre de 2012). *Hidrólisis enzimática del excedente orgánico del babano usando el hongo trametes versicolor para la obtención de*

etanol. Obtenido de <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/475/1/T-UC-0017-13.pdf>

Vargas Corredor, Y. A., & Pérez Pérez, L. I. (2018). Aprovechamiento de residuos agroindustriales para el mejoramiento de la calidad del ambiente. *Facultad de ciencias básicas*, 59-72.

Vargas, J., Alvarado, P., Vega-Baudrit, J., & Porras, M. (2013). Caracterización del subproducto cascarillas de arroz en búsqueda de posibles aplicaciones como materia prima en procesos. *Revista científica Instituto de investigaciones Químicas y Biológicas*, 1-16.

ANEXO 1

- **Materias Primas Lignocelulósicas:** algodón, cascarilla de arroz, cáscara de plátano macho



- **Sustancias /reactivos**



ANEXO 2

- Preparación de la solución



- Instalación y funcionamiento del equipo



ANEXO 3

- Secado y enfriado de la muestra



Ingreso de las muestras a la estufa
4hrs



Muestras en el desecador

- Tabla anova para análisis de resultados

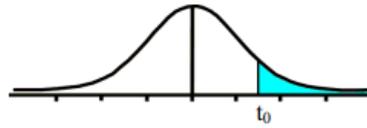
Tabla ANOVA.

FV	SC	GL	CM	F_0	p-value
Tratamientos	$SC_{TRAT} = \sum_{i=1}^k \frac{Y_{i.}^2}{n_i} - \frac{Y_{..}^2}{N}$	$k-1$	$CM_{TRAT} = \frac{SC_{TRAT}}{k-1}$	$\frac{CM_{TRAT}}{CM_E}$	$P(F > F_0)$
Error	$SC_E = SC_T - SC_{TRAT}$	$N-k$	$CM_E = \frac{SC_E}{N-k}$		
Total	$SC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} Y_{ij}^2 - \frac{Y_{..}^2}{N}$	$N-1$			

$Y_{i.}$ = Suma de las observaciones del tratamiento.
 $\bar{Y}_{i.}$ = Media de las observaciones del i-esimo tratamiento.
 $Y_{..}$ = Suma o total de las $N = n_1+n_2+\dots+n_k$ observaciones.
 $\bar{Y}_{..}$ = Media global o promedio de todas las observaciones.

ANEXO 4

Tabla t-Student

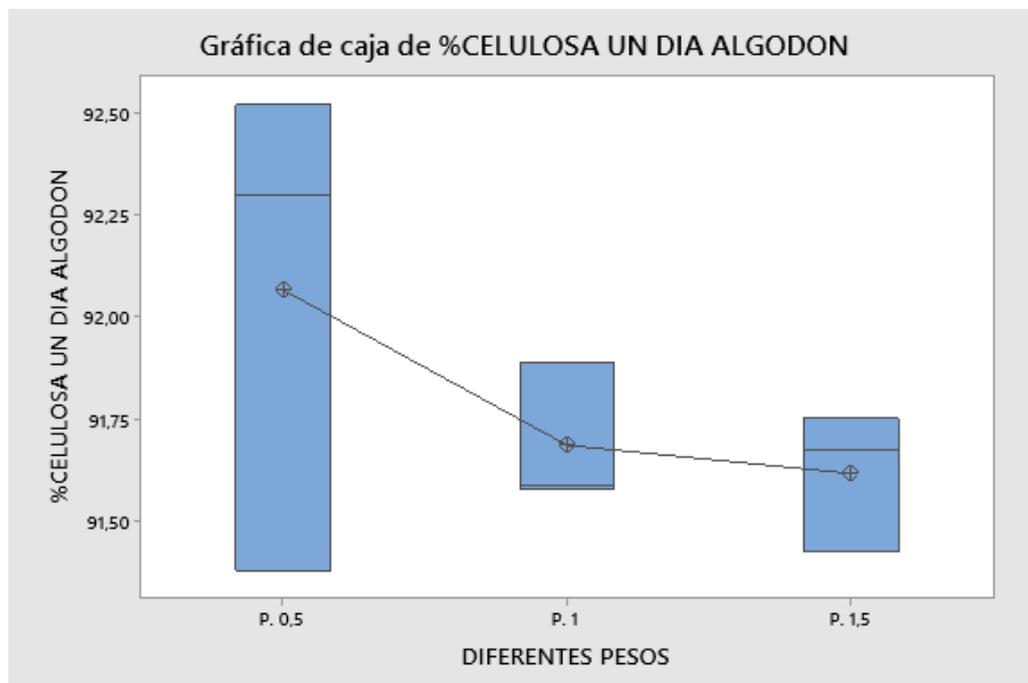
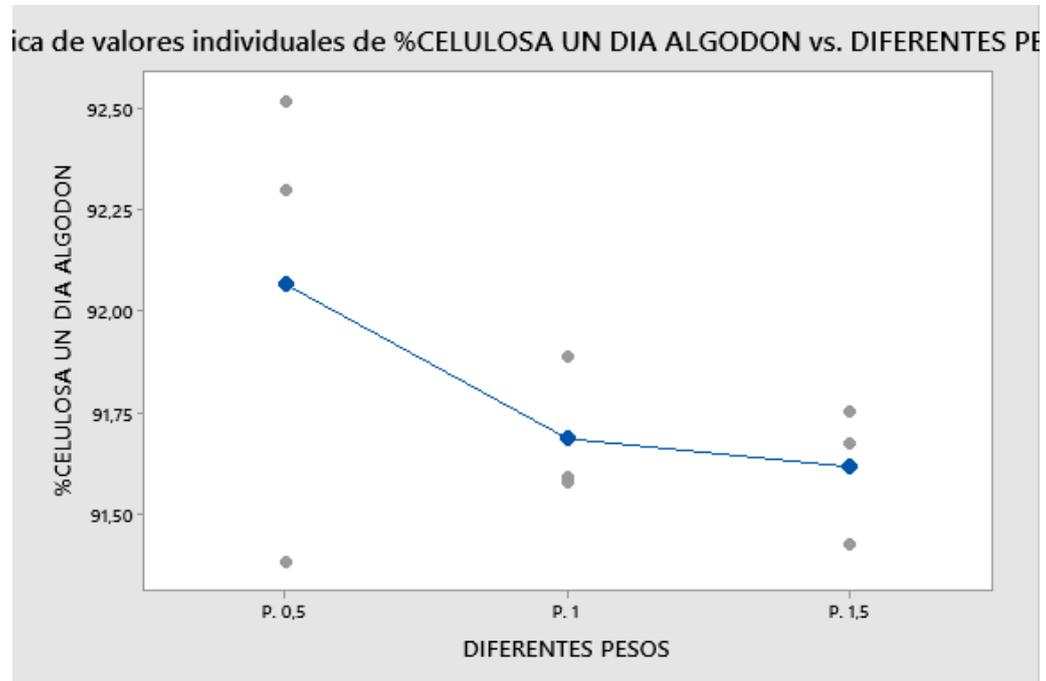


Grados de libertad	0.25	0.1	0.05	0.025	0.01	0.005
1	1.0000	3.0777	6.3137	12.7062	31.8210	63.6559
2	0.8165	1.8856	2.9200	4.3027	6.9645	9.9250
3	0.7649	1.6377	2.3534	3.1824	4.5407	5.8408
4	0.7407	1.5332	2.1318	2.7765	3.7469	4.6041
5	0.7267	1.4759	2.0150	2.5706	3.3649	4.0321
6	0.7176	1.4398	1.9432	2.4469	3.1427	3.7074
7	0.7111	1.4149	1.8946	2.3646	2.9979	3.4995
8	0.7064	1.3968	1.8595	2.3060	2.8965	3.3554
9	0.7027	1.3830	1.8331	2.2622	2.8214	3.2498
10	0.6998	1.3722	1.8125	2.2281	2.7638	3.1693
11	0.6974	1.3634	1.7959	2.2010	2.7181	3.1058
12	0.6955	1.3562	1.7823	2.1788	2.6810	3.0545
13	0.6938	1.3502	1.7709	2.1604	2.6503	3.0123
14	0.6924	1.3450	1.7613	2.1448	2.6245	2.9768
15	0.6912	1.3406	1.7531	2.1315	2.6025	2.9467
16	0.6901	1.3368	1.7459	2.1199	2.5835	2.9208
17	0.6892	1.3334	1.7396	2.1098	2.5669	2.8982
18	0.6884	1.3304	1.7341	2.1009	2.5524	2.8784
19	0.6876	1.3277	1.7291	2.0930	2.5395	2.8609
20	0.6870	1.3253	1.7247	2.0860	2.5280	2.8453
21	0.6864	1.3232	1.7207	2.0796	2.5176	2.8314
22	0.6858	1.3212	1.7171	2.0739	2.5083	2.8188
23	0.6853	1.3195	1.7139	2.0687	2.4999	2.8073
24	0.6848	1.3178	1.7109	2.0639	2.4922	2.7970
25	0.6844	1.3163	1.7081	2.0595	2.4851	2.7874
26	0.6840	1.3150	1.7056	2.0555	2.4786	2.7787
27	0.6837	1.3137	1.7033	2.0518	2.4727	2.7707
28	0.6834	1.3125	1.7011	2.0484	2.4671	2.7633
29	0.6830	1.3114	1.6991	2.0452	2.4620	2.7564
30	0.6828	1.3104	1.6973	2.0423	2.4573	2.7500
31	0.6825	1.3095	1.6955	2.0395	2.4528	2.7440
32	0.6822	1.3086	1.6939	2.0369	2.4487	2.7385
33	0.6820	1.3077	1.6924	2.0345	2.4448	2.7333
34	0.6818	1.3070	1.6909	2.0322	2.4411	2.7284
35	0.6816	1.3062	1.6896	2.0301	2.4377	2.7238
36	0.6814	1.3055	1.6883	2.0281	2.4345	2.7195
37	0.6812	1.3049	1.6871	2.0262	2.4314	2.7154
38	0.6810	1.3042	1.6860	2.0244	2.4286	2.7116
39	0.6808	1.3036	1.6849	2.0227	2.4258	2.7079
40	0.6807	1.3031	1.6839	2.0211	2.4233	2.7045
41	0.6805	1.3025	1.6829	2.0195	2.4208	2.7012
42	0.6804	1.3020	1.6820	2.0181	2.4185	2.6981
43	0.6802	1.3016	1.6811	2.0167	2.4163	2.6951
44	0.6801	1.3011	1.6802	2.0154	2.4141	2.6923
45	0.6800	1.3007	1.6794	2.0141	2.4121	2.6896
46	0.6799	1.3002	1.6787	2.0129	2.4102	2.6870
47	0.6797	1.2998	1.6779	2.0117	2.4083	2.6846
48	0.6796	1.2994	1.6772	2.0106	2.4066	2.6822
49	0.6795	1.2991	1.6766	2.0096	2.4049	2.6800

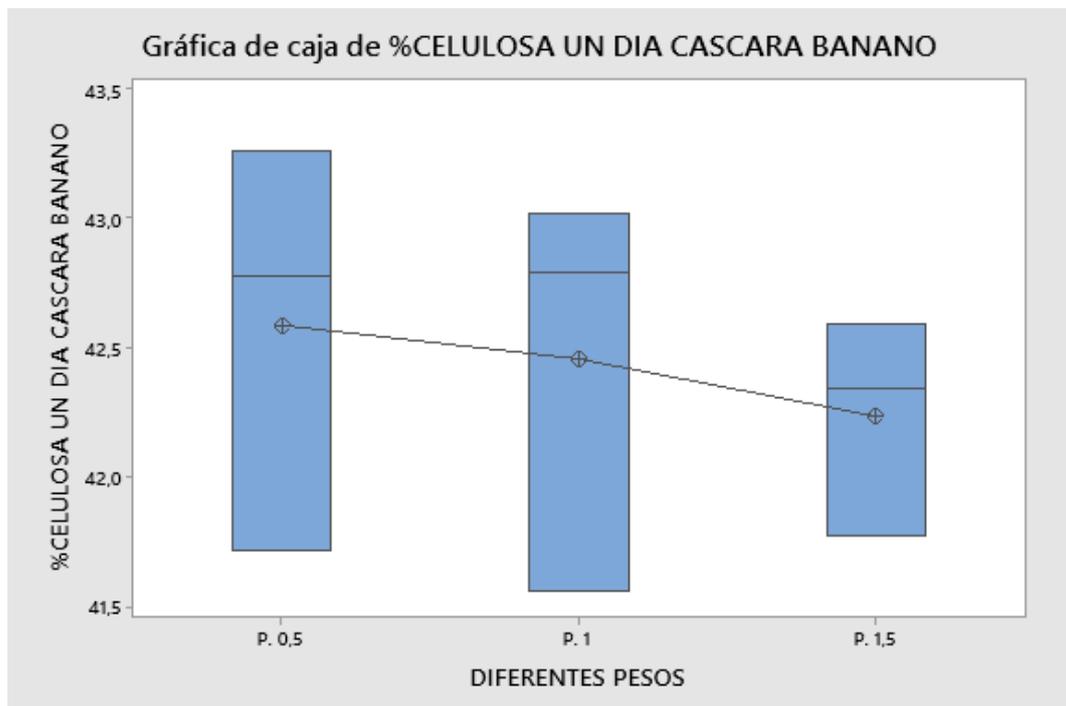
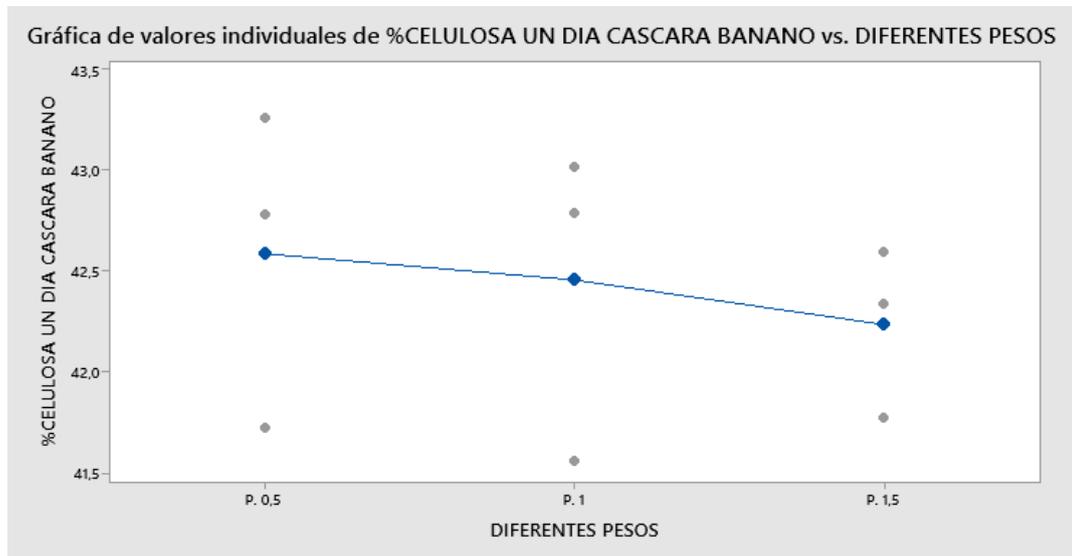
50	0.6794	1.2987	1.6759	2.0086	2.4033	2.6778
51	0.6793	1.2984	1.6753	2.0076	2.4017	2.6757
52	0.6792	1.2980	1.6747	2.0066	2.4002	2.6737
53	0.6791	1.2977	1.6741	2.0057	2.3988	2.6718
54	0.6791	1.2974	1.6736	2.0049	2.3974	2.6700
55	0.6790	1.2971	1.6730	2.0040	2.3961	2.6682
56	0.6789	1.2969	1.6725	2.0032	2.3948	2.6665
57	0.6788	1.2966	1.6720	2.0025	2.3936	2.6649
58	0.6787	1.2963	1.6716	2.0017	2.3924	2.6633
59	0.6787	1.2961	1.6711	2.0010	2.3912	2.6618
60	0.6786	1.2958	1.6706	2.0003	2.3901	2.6603
61	0.6785	1.2956	1.6702	1.9996	2.3890	2.6589
62	0.6785	1.2954	1.6698	1.9990	2.3880	2.6575
63	0.6784	1.2951	1.6694	1.9983	2.3870	2.6561
64	0.6783	1.2949	1.6690	1.9977	2.3860	2.6549
65	0.6783	1.2947	1.6686	1.9971	2.3851	2.6536
66	0.6782	1.2945	1.6683	1.9966	2.3842	2.6524
67	0.6782	1.2943	1.6679	1.9960	2.3833	2.6512
68	0.6781	1.2941	1.6676	1.9955	2.3824	2.6501
69	0.6781	1.2939	1.6672	1.9949	2.3816	2.6490
70	0.6780	1.2938	1.6669	1.9944	2.3808	2.6479
71	0.6780	1.2936	1.6666	1.9939	2.3800	2.6469
72	0.6779	1.2934	1.6663	1.9935	2.3793	2.6458
73	0.6779	1.2933	1.6660	1.9930	2.3785	2.6449
74	0.6778	1.2931	1.6657	1.9925	2.3778	2.6439
75	0.6778	1.2929	1.6654	1.9921	2.3771	2.6430
76	0.6777	1.2928	1.6652	1.9917	2.3764	2.6421
77	0.6777	1.2926	1.6649	1.9913	2.3758	2.6412
78	0.6776	1.2925	1.6646	1.9908	2.3751	2.6403
79	0.6776	1.2924	1.6644	1.9905	2.3745	2.6395
80	0.6776	1.2922	1.6641	1.9901	2.3739	2.6387
81	0.6775	1.2921	1.6639	1.9897	2.3733	2.6379
82	0.6775	1.2920	1.6636	1.9893	2.3727	2.6371
83	0.6775	1.2918	1.6634	1.9890	2.3721	2.6364
84	0.6774	1.2917	1.6632	1.9886	2.3716	2.6356
85	0.6774	1.2916	1.6630	1.9883	2.3710	2.6349
86	0.6774	1.2915	1.6628	1.9879	2.3705	2.6342
87	0.6773	1.2914	1.6626	1.9876	2.3700	2.6335
88	0.6773	1.2912	1.6624	1.9873	2.3695	2.6329
89	0.6773	1.2911	1.6622	1.9870	2.3690	2.6322
90	0.6772	1.2910	1.6620	1.9867	2.3685	2.6316
91	0.6772	1.2909	1.6618	1.9864	2.3680	2.6309
92	0.6772	1.2908	1.6616	1.9861	2.3676	2.6303
93	0.6771	1.2907	1.6614	1.9858	2.3671	2.6297
94	0.6771	1.2906	1.6612	1.9855	2.3667	2.6291
95	0.6771	1.2905	1.6611	1.9852	2.3662	2.6286
96	0.6771	1.2904	1.6609	1.9850	2.3658	2.6280
97	0.6770	1.2903	1.6607	1.9847	2.3654	2.6275
98	0.6770	1.2903	1.6606	1.9845	2.3650	2.6269
99	0.6770	1.2902	1.6604	1.9842	2.3646	2.6264
100	0.6770	1.2901	1.6602	1.9840	2.3642	2.6259
∞	0.6745	1.2816	1.6449	1.9600	2.3263	2.5758

ANEXO 5

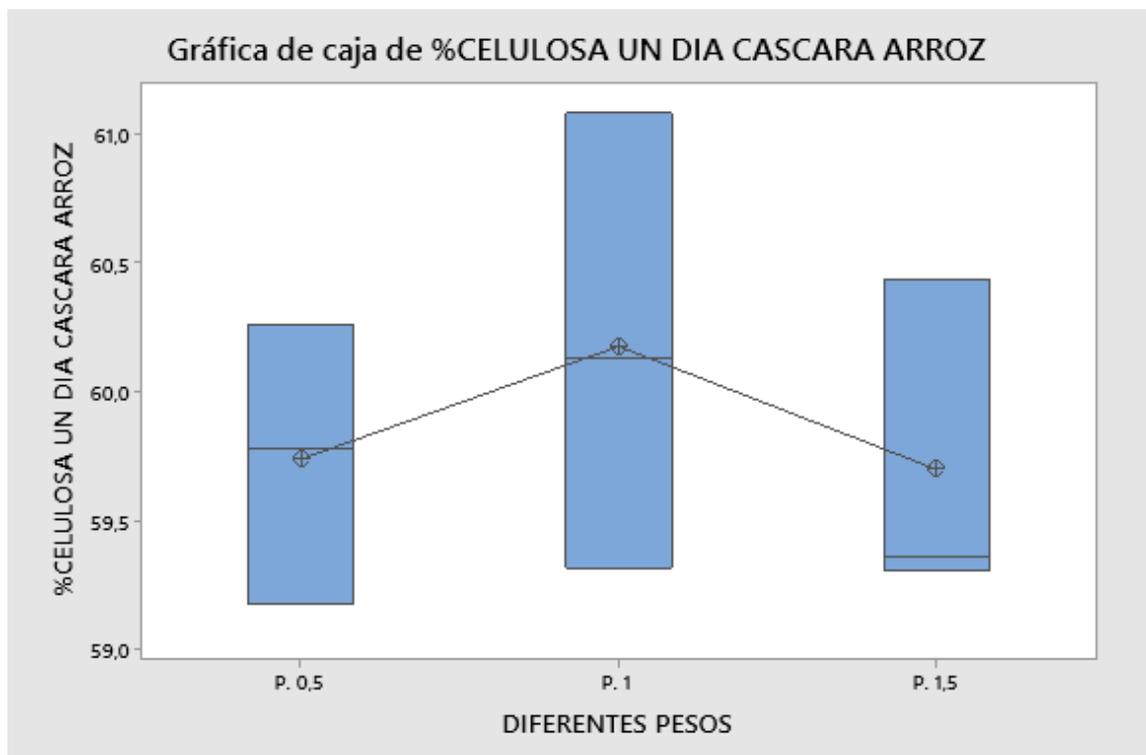
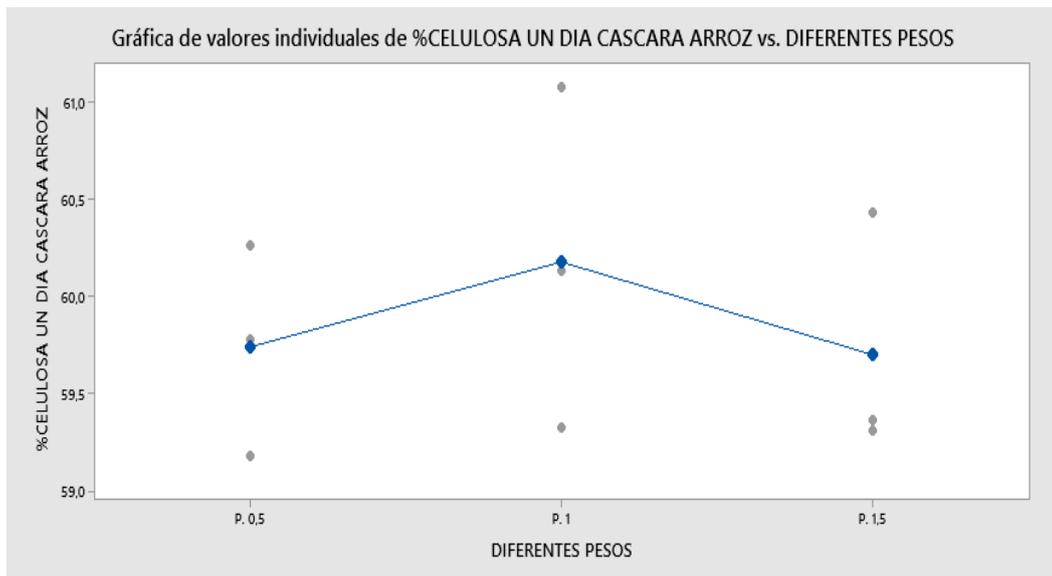
- Gráficas de anova para el algodón



- **Análisis de anova para la cáscara de plátano**



- **Análisis de anova para la cascarilla de arroz**



ANEXO 6

- **Costos de análisis experimental y materiales a utilizar**

Tabla A.6.1. Cantidad de materiales y equipos a utilizar

		N. Materiales
Materiales	matraz Erlenmeyer 100 ml	11
	corcho o tapón.	9
	pipetas o probetas de 20 ml.	2
	vaso de precipitación 250 ml	3
	vaso de precipitación 500 ml	3
	pipetas o probetas de 5 ml.	2
	Crisoles de Gooch	18
		N. Materiales
Equipos	tubos de refrigerantes	9
	estufas de secado	2
	dsecador	1
	Balanza Analítica	1

Tabla A.6.2. Precios de los reactivos

	UNIDADES	galon	mililitro	COSTO C/U	COSTO TOTAL
Reactivos	Alcohol al 96 %.	3	11355	\$ 11,00	\$ 33,00
	Ácido nítrico	2	7570	\$ 8,00	\$ 16,00
	Agua destilada	3	11355	\$ 2,00	\$ 6,00
				CONSUMO TOTAL	\$ 55,00

En la cual se obtuvo el costo total del 55,00 \$ dólares siendo que el método propuesto de menor costo y factible para la parte de experimentación en la determinación de celulosa