

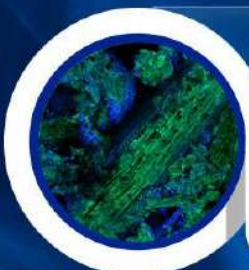


Estudio de las propiedades biológicas, fisicoquímicas del sargazo en la aplicación como material bioaislante en un mortero

García-Uitz, K., Cruz-Argüello, J.C., Rosas-Luis, R., González-Salvatierra, C., Gurrola, M.P.

Anaerobic-aerobic sequential biofilters packed with polyurethane/polypyrrole-co-polyaniline and constructed wetland for municipal wastewater treatment

Antonio-Carmona, I.D., Ovando-Medina, V.M., Rodríguez-de la Garza, J.A., Martínez-Amador, S.Y.



Funcionalización por impregnación de fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw con ácidos clorogénicos del café verde

Roldán-Herrera, D.C., Camacho-Díaz, B.H., Buitrago-Arias, C., Campos-Mendiola, R., Alamilla-Beltrán, L., Arenas-Ocampo, M.L.

**Aplicación de Técnicas de Minería de Datos para Clasificación:
Un Caso de Estudio en la Educación Superior**

Chávez-Vega, N.B., Pérez-Olguín, I.J.C., Luviano-Cruz D., Portillo-Escobedo, A.



Implementación de trayectorias hipotéticas en el álgebra con apoyo de Tic y la metodología de Polya

Barradas-Arenas, U.D., Cocón-Juárez, J.F., Vázquez-Aragón, M.R., Pérez-Cruz, J.A., Alcocer-Campos, M.H.

RIIT Científica
Bimestre: Enero - Febrero 2024
Vol. 11, No. 66

Cintillo Legal

RIIT REVISTA INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN TECNOLÓGICA, Vol. 11, No. 66. Enero - Febrero 2024, es una publicación bimestral editada y publicada por **Universidad Autónoma de Coahuila**, boulevard Venustiano Carranza s/n colonia República Oriente, C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, Tel. (844) 414 85 82, <https://riit.com.mx/>, correo electrónico: publicacionesriit@uadec.edu.mx. Editor responsable: **Dra. Antonia Mtz.** Reserva de Derechos al Uso Exclusivo No. 04-2022-021512364600-102, ISSN: 2007-9753, ambos otorgados por el Instituto Nacional del Derecho de Autor. Responsable de la última actualización de este número, Departamento de Divulgación y Comunicación Digital de la Dirección de Investigación y Posgrado de la UAdeC, Q.F.B. **Fernando García**, Edificio “D” planta alta, unidad Camporredondo, Saltillo, Coahuila, C.P. 25280, Tel. (844) 414 85 82, fecha de última modificación: 01 Enero 2024.

Las opiniones expresadas por los autores no necesariamente reflejan la postura del editor de la publicación.

Queda prohibida la reproducción total o parcial de los contenidos e imágenes de la publicación sin previa autorización de Universidad Autónoma de Coahuila.

Tabla de Contenido

Título artículo/ Autores	Páginas
Estudio de las propiedades biológicas, fisicoquímicas del sargazo en la aplicación como material bioaislante en un mortero García-Uitz, K., Cruz-Argüello, J.C., Rosas-Luis, R., González-Salvatierra, C., Gurrola, M.P.	1 – 17
Anaerobic-aerobic sequential biofilters packed with polyurethane/polypyrrole-co-polyaniline and constructed wetland for municipal wastewater treatment Antonio-Carmona, I.D., Ovando-Medina, V.M., Rodríguez-de la Garza, J.A., Martínez-Amador, S.Y.	18 – 31
Funcionalización por impregnación de fibras de bagazo de <i>Agave angustifolia</i> Haw con ácidos clorogénicos del café verde Roldán-Herrera, D.C., Camacho-Díaz, B.H., Buitrago-Arias, C., Campos-Mendiola, R., Alamilla-Beltrán, L., Arenas-Ocampo, M.L.	32 – 55
Aplicación de Técnicas de Minería de Datos para Clasificación: Un Caso de Estudio en la Educación Superior Chávez-Vega, N.B., Pérez-Olguín, I.J.C., Luviano-Cruz, D., Portillo-Escobedo, A.	56 – 66
Implementación de trayectorias hipotéticas en el álgebra con apoyo de Tic y la metodología de Polya Barradas-Arenas, U.D., Cocón-Juárez, J.F., Vázquez-Aragón, M.R., Pérez-Cruz, J.A., Alcocer-Campos, M.H.	67 – 87



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Estudio de las propiedades biológicas, fisicoquímicas del sargazo en la aplicación como material bioaislante en un mortero

Study of the biological and physicochemical properties of sargassum as a bio-insulating material in a mortar

García-Uitz, K.¹, Cruz-Argüello, J.C.^{1*}, Rosas-Luis, R.², González-Salvatierra, C.², Gurrola, M.P.²

¹ TECNM/ Instituto Tecnológico de Chetumal, Av. Insurgentes 330, 77013, Chetumal, Q. Roo, México.

² IxM CONACYT-Tecnológico Nacional de México/I.T. Chetumal; Insurgentes 330, Chetumal 77050, QR, México.

karla.gu@chetumal.tecnm.mx; julio.ca@chetumal.tecnm.mx*; rigoberto.rl@chetumal.tecnm.mx;
claudia.gs@chetumal.tecnm.mx; mayra.pg@chetumal.tecnm.mx

Innovación Tecnológica: Uso de material biológico como sustituto orgánico en la construcción.

Área de aplicación industrial: Construcción.

Recibido: 23 mayo 2023

Aceptado: 11 octubre 2023

Abstract

The objective of this study is to evaluate the biological, physicochemical and thermal characteristics of a mortar, using sargassum as an organic supplementary cementitious material, which can be used as a thermal insulator. Differentiation and characterization of the collected species was carried out, as well as physicochemical analyzes to determine the elemental and chemical composition and a morphological analysis of the sargassum with techniques such as DRX, FRX and EDS-SEM. The effect of sargassum was evaluated by analyzing substitution proportions in a mortar with 5, 10, 15 and 20%. The results show that the mechanical compressive strength, the thermal conductivity and the thermal transmittance decrease with the increase of sargassum content in the mortar, however, the specific heat increases with respect to the increase of the substitution percentage, indicating a decrease in heat transfer. inside the house.

These results are confirmed by the correlations analyzed, since they present values above $R^2 = 0.94$. It is concluded that the substitution of the stone aggregate with sargassum is possible to use it up to 5%, with 28 days with a mechanical resistance higher than 75MPa.

Keywords: sargassum, mortar, biological, physicochemical, thermal properties.

Resumen

El objetivo de este estudio es evaluar las características biológicas, fisicoquímicas y térmicas en un mortero, utilizando sargazo como material cementante suplementario orgánico, que permita ser utilizado como aislante térmico. Se realizó la diferenciación y caracterización de las especies recolectadas, así como análisis fisicoquímicos para determinar la composición elemental, química y un análisis morfológico del sargazo con técnicas como DRX, FRX y EDS-SEM. Se evaluó el efecto del sargazo analizando proporciones de sustitución en un mortero con 5, 10, 15 y 20%. Los resultados muestran que la resistencia a la compresión mecánica, la conductividad térmica y la transmitancia térmica disminuyen con el incremento del contenido de sargazo en el mortero, sin embargo, el calor específico aumenta con respecto al aumento del porcentaje de sustitución, indicando una disminución en la transferencia de calor dentro de la vivienda.

Estos resultados son confirmados con las correlaciones analizadas, ya que presentan valores por arriba de $R^2 = 0.94$. Se concluye que la sustitución del agregado pétreo con sargazo es posible utilizarlo hasta en un 5%, con 28 días con una resistencia mecánica mayor a 75MPa.

Palabras clave: sargazo, mortero, propiedades biológicas, fisicoquímicas, térmicas.

1.- Introducción

Desde el 2011, ha sido detectado en el mar Caribe y en otras partes del mundo, toneladas de sargazo a consecuencia de las condiciones climatológicas y ambientales que se han dado en los últimos años (Johns et al., 2020) generando grandes impactos en el turismo, en la salud y en el ambiente. El género de macroalgas marinas Sargassum es uno de los más ricos en especies entre las macroalgas pardas, que abarca más de 350 especies reconocidas (Guiry and Guiry, 2022). La biomasa de algas es considerada como materia prima sostenible para su uso en diversas aplicaciones debido a su rápida tasa de crecimiento y su alta capacidad de fijación de CO_2 (Mistry et al., 2019) y ha sido utilizada en la industria alimentaria,

farmacéutica, cosmética y en la producción de biocombustible (Michalak et al., 2018; Vassilev et al., 2016).

El uso del sargazo en la industria cementera ha sido limitado, por lo que es necesario implementar nuevas tecnologías que tengan un menor impacto en el ecosistema, ya que se le atribuye a esta industria la producción del 35% de las emisiones de CO_2 y entre el 45 y 65% de los residuos que son desechados en vertederos cada año (Ahmad W et al., 2021).

El crecimiento acelerado de la población que se ha dado en los últimos años y por consecuencia, la generación de construcción de diversos edificios y viviendas, ha dado la necesidad de establecer prioridades, entre

ellos una economía sostenible, que permita disminuir los impactos ambientales, económicos y sociales, para dar respuesta a los objetivos de desarrollo sostenible.

Actualmente diversas investigaciones relacionadas han utilizado el extracto de alga parda como aditivo para mejorar parámetros fisicoquímicos del cemento formando una red transitoria, similar a un gel de cadenas de alginato y partículas de cemento (León-Martínez et al., 2014). También ha sido utilizado polvo de alga en la pasta de cemento y tierra de diatomeas para evaluar la resistencia a la compresión y absorción de un mortero (Chahbi et al., 2022; Chen et al., 2021; Saidi et al., 2022). Adicionalmente, algunos estudios donde han utilizado extracto de algas pardas mostraron una buena resistencia y una mayor comparabilidad con respecto a la difusión de cloruro (Hernández et al., 2016).

El mortero es una mezcla homogénea de cemento, agregado fino y agua que se utiliza en trabajos de construcción, reparación de concreto dañado, nivelación de pisos y desarrollo de productos prefabricados como ladrillos, bloques de mampostería, bloques cónicos y tejas (Bunganaen et al., 2006; Ramakrishna and Sundararajan, 2019). La industria de la construcción es una actividad con mayor consumo de energía debido a la necesidad de comodidad que la sociedad exige, en especial en el área de confort térmico (F. Asdrubali, 2015). Actualmente se busca un mejoramiento de las técnicas para diseñar un mortero y de los materiales utilizados para conseguir un ahorro de energía al reducir la conducción del calor exterior hacia el interior de la vivienda, que se genera debido al clima de la región.

Sin embargo, hay que tener en cuenta parámetros como la actividad puzolánica que deben cumplir los sustitutos cementantes en un mortero (Al-Kutti et al., 2019; Hossain et

al., 2016; Khan et al., 2017; Shah et al., 2020; Shahnaz et al., 2016). Así como su capacidad de absorber agua ya que es importante para la durabilidad, ya que en muchos casos es el causante de la entrada de iones, líquidos y gases que son directamente responsables de su degradación y corrosión química (Sicakova et al., 2017).

El objetivo de esta investigación es evaluar las características biológicas, fisicoquímicas y térmicas en un mortero, utilizando sargazo como material cementante suplementario orgánico, que permita ser utilizado como aislante térmico.

La valorización de la biomasa del sargazo, podría contribuir a resolver problemas de acumulación y descomposición dados a partir del arribo masivo atípico de macroalgas además de disminuir el daño económico generado en la región.

2.-Materiales y métodos

2.1.- Recolección y lavado del sargazo: La recolección del sargazo se realizó en Mahahual, Quintana Roo, donde se han detectado grandes cantidades de arribo del alga, las camas de sargazo fueron divididas en 3 zonas: sargazo recién arribado (a 200 m de la costa); sargazo de la zona media (50 m de la costa) y sargazo arribado (orilla, 1 m de la costa). Las muestras se colocaron en bolsas para su traslado a los laboratorios en la Ciudad de Chetumal, para su tratamiento y uso.

Para la eliminación de impurezas se realizó un lavado mecánico de acuerdo a la técnica de Osseni, 2016 y de Benmansour, 2014. A continuación, se realizó un proceso de mercerización para la eliminación de materiales orgánicos, en donde el sargazo fue inmerso en una solución de hidróxido de sodio (NaOH) en una proporción de 40 g de NaOH por cada litro de agua, luego fue

lavado con agua destilada a 80 °C, por último, se sometió a una deshidratación natural por 24 h.

Una vez realizado el lavado se trituró el sargazo hasta obtener una granulometría que cumpla con las características de un agregado fino siguiendo la norma NMX-C077-ONNCCE. Luego se le realizaron pruebas de caracterización tales como: humedad, absorción, peso volumétrico.

2.2.- Determinación de propiedades biológicas

2.2.1.- Identificación de material biológico

Se realizó la diferenciación e identificación de las especies recolectadas en el sargazo recién arribado, separando la muestra y utilizando un microscopio estereoscópico, posteriormente se pesaron en fresco y seco para calcular la biomasa.

Las muestras fueron separadas para identificar los epibiontes que se encontraron dentro de las algas recolectadas y separados por grupos, crustáceos, briozoarios, poliquetos, plantas. Los crustáceos y poliquetos fueron contados. Para los briozoarios y plantas se calculó el porcentaje de acuerdo a la muestra total en peso húmedo. La identificación se realizó utilizando las imágenes y características reportadas por Moreno (2019), Ippolitov y Rzhavsky (2015), Castellanos y Gasca (2002), y Van-Tussenbroek et al., (2010).

2.2.2.- Determinación de clorofila total

Para su determinación se tomaron 10 muestras de algas de cada una de las zonas recolectadas, fueron colocadas en tubos de ensayo con acetona al 90% (2 ml/mg) y homogenizadas y maceradas durante 24 h. Después fueron centrifugadas a 5000 rpm por 10 minutos a 4 °C. Se separó el sobrenadante y se realizó la lectura de la absorbancia en un espectrofotómetro UV-VIS, Shimadzu UV-

1201. Los resultados fueron calculados con las ecuaciones de Jeffrey y Humprey, 1995.

2.3.- Caracterización fisicoquímica

2.3.1.- Difracción de rayos X (DRX)

Para determinar la composición elemental de la muestra, los patrones fueron realizados usando un DRX PANalytica modelo Impyrean, 40 kV y 30 mA.

2.3.2.- Fluorescencia de rayos X (FRX)

La composición química fue determinada utilizando un FRX modelo Epsilon 1, 10-50 Kv.

2.3.3.- Espectroscopia de energía dispersa (EDS-SEM)

El análisis morfológico fue llevado a cabo usando un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo JEOL JSM-6010PLUS/LA, equipado con un espectroscopio de energía dispersa (EDS).

2.4.- Diseño y evaluación del mortero elaborado con sargazo

El mortero se diseñó realizando una sustitución del material pétreo, utilizando proporciones del 5, 10, 15 y 20% de sargazo. Para la evaluación y determinación de la funcionalidad del mortero modificado se realizaron pruebas mecánicas y térmicas realizando una comparación con respecto a un mortero convencional.

Las pruebas mecánicas se realizaron a los 3, 7, 14 y 28 días de curado, con base a norma ASTM C109/C109M, se evaluó la resistencia a la compresión, en una prensa eléctrica digital marca ELVEC, elaborando cubos de concreto de 2 in de diámetro, las cuales fueron sometidos a compresión por medio de una prensa hidráulica para determinar su punto de falla, elaborando 3 réplicas por cada proporción determinada.

Para realizar el cálculo de la resistencia se utilizó la siguiente fórmula:

$$S = \frac{P}{A}$$

Donde:

S= Resistencia a la compresión (MPa).

P= Carga máxima aplicada a la muestra (kg).

A= Área efectiva donde es aplicada la carga (cm²).

El análisis térmico se realizó a los 28 días de curado, se evaluaron la conductividad térmica, calor específico y densidad. La conductividad térmica se utilizó el método de medidor de flujo de calor protegido, que se basa en la norma ASTM E1530, se elaboraron placas circulares con un diámetro de 2 in y un espesor de entre 1 y 2 cm, realizando 5 réplicas por cada porcentaje de sustitución. Dichos resultados fueron evaluados mediante la fórmula:

$$k = \frac{Q \cdot \Delta x}{t \cdot A \cdot \Delta T}$$

Donde:

k= Conductividad Térmica (W/mK)

Q= Calor suministrado (Joule)

t= tiempo (Segundo)

A= Área del espécimen (m²)

ΔT= Gradiente de temperatura (K°)

Δx= Espesor del espécimen (m)

Para evaluar la transmitancia térmica del mortero se realizó con el método de la caja caliente. El cual consistió en colocar una placa de 40 cm de largo, 20 cm de ancho y un espesor entre 1 y 2 cm, en una caja cerrada herméticamente con materiales que impiden el flujo de calor hacia el exterior o hacia el interior.

La evaluación del calor específico se determinó en el equipo DSC Q 200, el cual mide la cantidad de calor que recibe la muestra. Para realizar el cálculo se utilizó la siguiente fórmula:

$$Cp = \frac{Q}{m \cdot \Delta t}$$

Donde:

Cp= Calor específico

Q= Cantidad de calor suministrada

m= Masa

Δt= La diferencia de temperatura de la muestra.

La densidad se determinó con el método de la densidad aparente, relacionando la masa de la muestra en función del volumen aparente contemplando espacios vacíos del material. Se realizó el cálculo a partir de la siguiente fórmula:

$$Q = \frac{A}{A - B} \times Q_0$$

Donde:

Q= Densidad del sólido

A= Peso del sólido en el aire

B= peso del sólido en el líquido auxiliar

Q₀= Densidad del líquido auxiliar

P= Empuje hidrostático del sólido en el líquido auxiliar.

3.- Resultados y Discusión

3.1.- Tratamiento del sargazo recolectado

El material recolectado inicialmente fue de aproximadamente 0.36 m³, el cual luego del lavado físico, químico y el proceso de deshidratación natural, disminuyó aproximadamente en volumen un 33.33%. Una vez realizado el lavado, se trituro a un tamaño de partícula menor a 4.75 mm para cumplir con la norma y se le realizó una caracterización (Tabla 1).

Tabla 1. Parámetros de caracterización del sargazo.

Parámetro a evaluar	Valor
Humedad (%)	9.49 ± 0.007
Absorción (%)	17.72 ± 0.06
Peso volumétrico seco (Kg/m ³)	413.65 ± 12.96
Peso específico (Kg/m ³)	1228.35 ± 147.30

*Los resultados provienen de tres muestras, se muestra el valor de la desviación estándar.

3.2.- Propiedades biológicas

Se identificaron dos especies de *Sargassum fluitans* (60%), *S. natans* (22%) y en menor cantidad residuos de un alga (18.23%). Se observó un arribo de sargazo con una mayor proporción de *S. fluitans*, que es una especie de modo de vida pelágico.

S. fluitans se diferencia de *S. natans* por la ausencia de la espina en el neumatóforo y de la morfología de los filoides. Los organismos

que arribaron a la costa presentaban una apariencia fresca, saludable, vigorosa, hasta aproximadamente 1 m de longitud, con una gran cantidad de epibiontes (Tabla 2) (Figura 1), siendo éstos un indicador de disminución de la productividad del alga (Moreira y Alfonso, 2013). Sus características físicas indican una coloración verde pardo, de ahí la clasificación de algas pardas, su forma más común es cilíndrica, con pequeñas vesículas rellenas de gas de hasta 3 mm, que les permite flotar (Moreira y Suarez, 2002).

Tabla 2. Epibiontes identificados en muestras de *S. fluitans* y *S. natans*.

Especie	Nombre común	Descripción	Cantidad
<i>Membraniporopsis tubigera</i>	Briozoario	Briozoario formador de colonias incrustantes sobre plásticos, rocas, algas. Forman parches unilaminares sobre la superficie del sustrato. Aparentemente la estructura es de quitina o calcio (Moreno, 2019).	Representó el 16.6% del peso húmedo.
<i>Membraniporopsis membranae</i>	Briozoario	Briozoario formador de colonias incrustantes sobre plásticos, rocas, algas. Forman parches unilaminares circulares sobre la superficie del sustrato (Moreno, 2019).	
<i>Spirorbis spirorbis</i> (Linnaeus, 1758)	Poliqueto tubícola	Es un poliqueto que genera una estructura calcárea milimétrica en forma de espiral, vive generalmente sobre algas y pastos marinos (Ippolitov y Rzhavsky, 2015).	Se encontraron 140 individuos, lo que representa menos del 0.5% de las muestras.
<i>Stylocheiron carinatum</i>	Eufáusido	Son crustáceos con exoesqueletos de quitina, de vida libre y tallas máximas de 1 cm (Castellanos y Gasca, 2002).	Se encontró uno solamente lo que representa el 0.01% del peso húmedo.
<i>Syringodium filiforme</i>	Pasto marino	Es un pasto marino filamentosos que puede alcanzar hasta 50 cm de longitud en las hojas (Van-Tussenbroek et al., 2010).	Representa el 10% del volumen y masa.

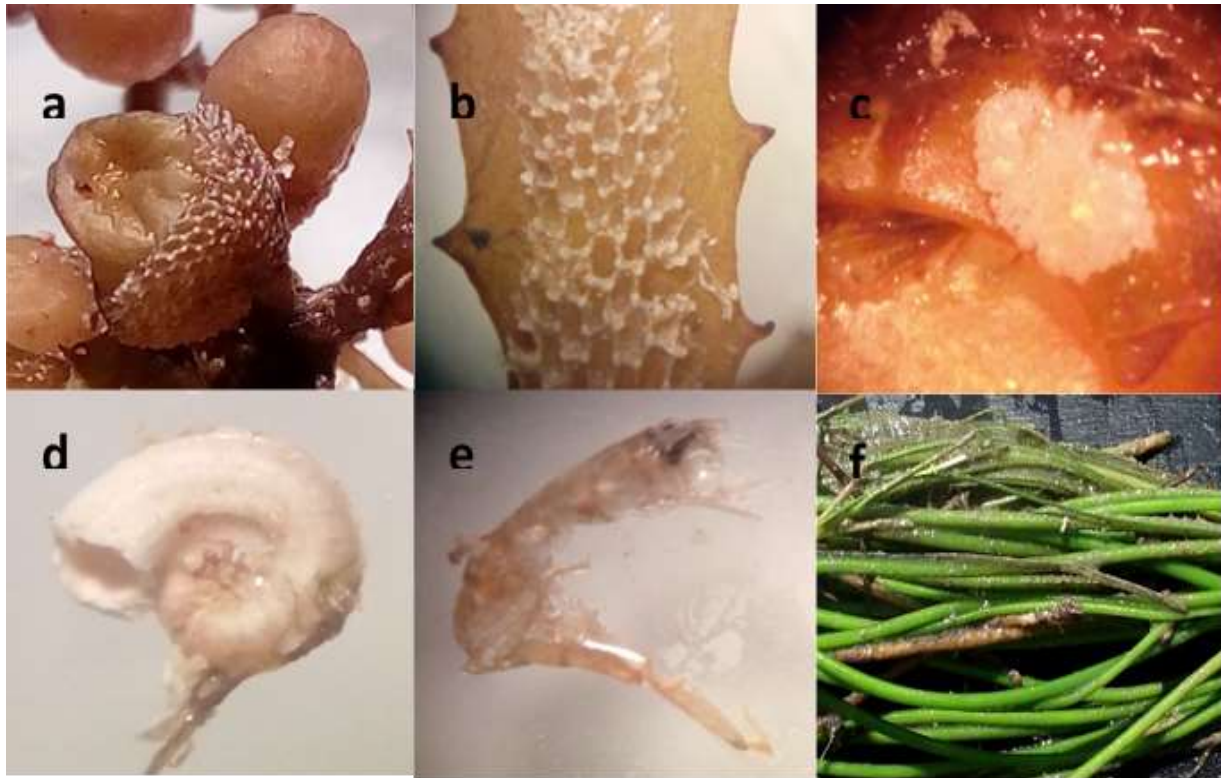


Figura 1. Epibiontes identificados: a) y b) *Membraniporopsis tubigera*; c) *Membraniporopsis membranae*; d) *Spirorbis spirorbis*; e) *Stylocheiron carinatum* y f) *Syringodium filiforme*.

Todas las macroalgas poseen clorofila a, además de otros pigmentos que dan un color característico. En este caso el color marrón u oliva se debe a la combinación del carotenoide ficoxantina presente en sus plástidos con el verde las clorofilas a y c. La luz es importante para la fotosíntesis y repercute directamente en el crecimiento, junto con otros factores como la temperatura y la disponibilidad de carbono inorgánico (Lobban y Harrison, 2004; Wiencke y Kai Bischof, 2012).

La concentración de clorofila-a indica en forma indirecta la biomasa, debido a que es el principal pigmento fotosintético presente en las algas (Gregor y Marsálek, 2004). La

clorofila-a también es un indicador del grado de descomposición y un importante índice del estado fisiológico de las algas (Pinto et al., 2001). Los resultados obtenidos mostraron que las algas recientes contienen una mayor concentración de clorofila a y c (11.4 ± 1.03 y 6.23 ± 0.54 , respectivamente), comparado con las algas colectadas en la orilla (6.75 ± 0.60 y 3.63 ± 0.78 , respectivamente) o en medio de la costa (6.95 ± 0.34 y 4.07 ± 0.59 , respectivamente) indicando su degradación al acumularse en la orilla (Figura 2). La disminución en el contenido de clorofilas está relacionado a la senescencia celular y por lo tanto a la disminución de la actividad fotosintética.

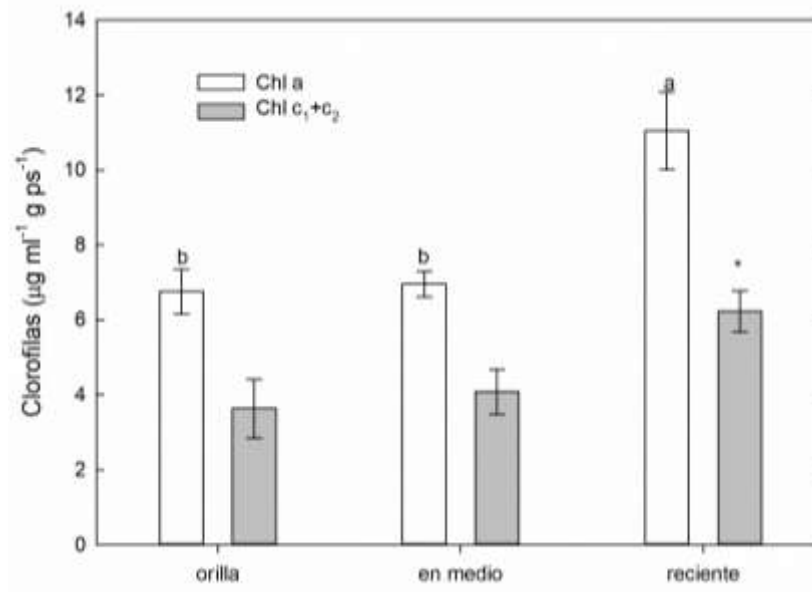


Figura 2. Contenido de clorofila a y c1+c2 de las muestras recolectadas.

3.3.- Propiedades fisicoquímicas

a) Difracción de rayos X (DRX)

La muestra presenta alta intensidad en los picos que corresponden al carbonato de calcio (CaCO_3) JCPDS#47-1743 (Fig. 3), indica que

el sargazo al ser sometido al tratamiento de limpieza de impurezas orgánicas, se obtiene un material similar a la calcita, lo cual representa un componente de la roca caliza, del cual son obtenidos los materiales utilizados en la construcción local.

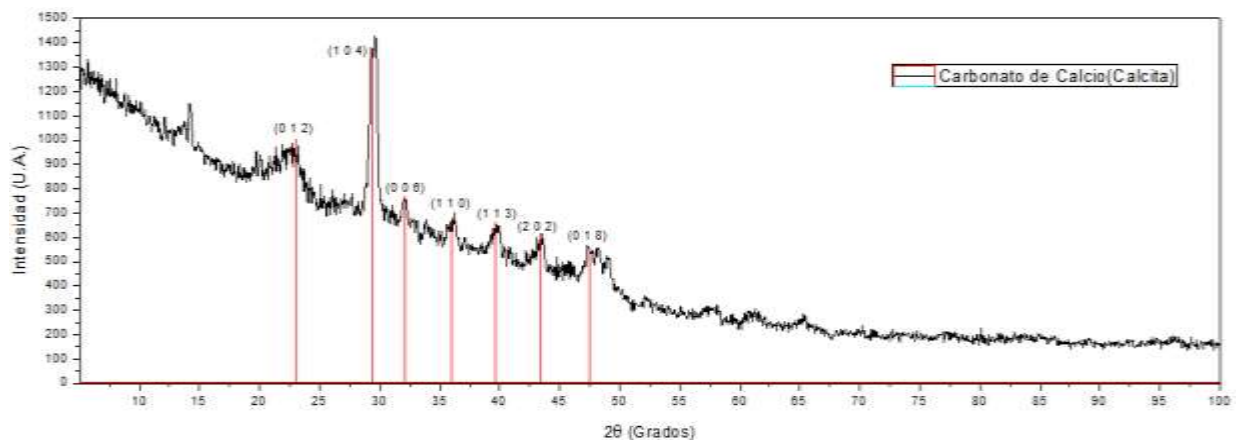


Figura 3. Difractograma de Rayos X del sargazo tratado.

b) Fluorescencia de rayos X (FRX)

El análisis determinó la presencia de diversos compuestos en el sargazo (Tabla 3), encontrándose en mayor proporción el óxido de calcio (CaO) en un 69% y un 21.3% de óxido de sodio (Na_2O). Contiene compuestos que son necesarios que contenga el material

orgánico con el cual se desea realizar la sustitución tales como óxido de hierro (Fe_2O_3) y óxido de aluminio (Al_2O_3).

Es importante mencionar que, a pesar del tratamiento que se le aplicó al sargazo, se encontraron compuestos que pueden ser

perjudiciales para la durabilidad del mortero como recubrimiento, por lo cual es necesario aplicar otro tratamiento para eliminar las

impurezas encontradas para obtener un material que cumpla con las características y que beneficie su calidad.

Tabla 3. Compuestos presentes en el sargazo.

Fluorescencia de Rayos X													
COMPUESTO	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	SO ₃	Cl	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	ZnO	Br	SrO	Ag ₂ O
UNIDAD	%	%	%	%	%	ppm	%	%	%	%	ppm	%	%
CANTIDAD	21.38	1.42	0.16	1.82	2.53	708.3	0.044	69.02	0.57	0.42	860.4	1.58	0.51

c) Espectroscopía de energía dispersa (EDS-SEM)

Se puede observar que la morfología de las partículas es de un material poroso y sin una morfología definida, predominando

partículas ovaladas y alargadas. Se detectaron elementos predominantes tales como el oxígeno, calcio, carbono y en menor cantidad sodio, magnesio, silicio y aluminio. No se detectaron partículas contaminantes externos (Fig. 4).

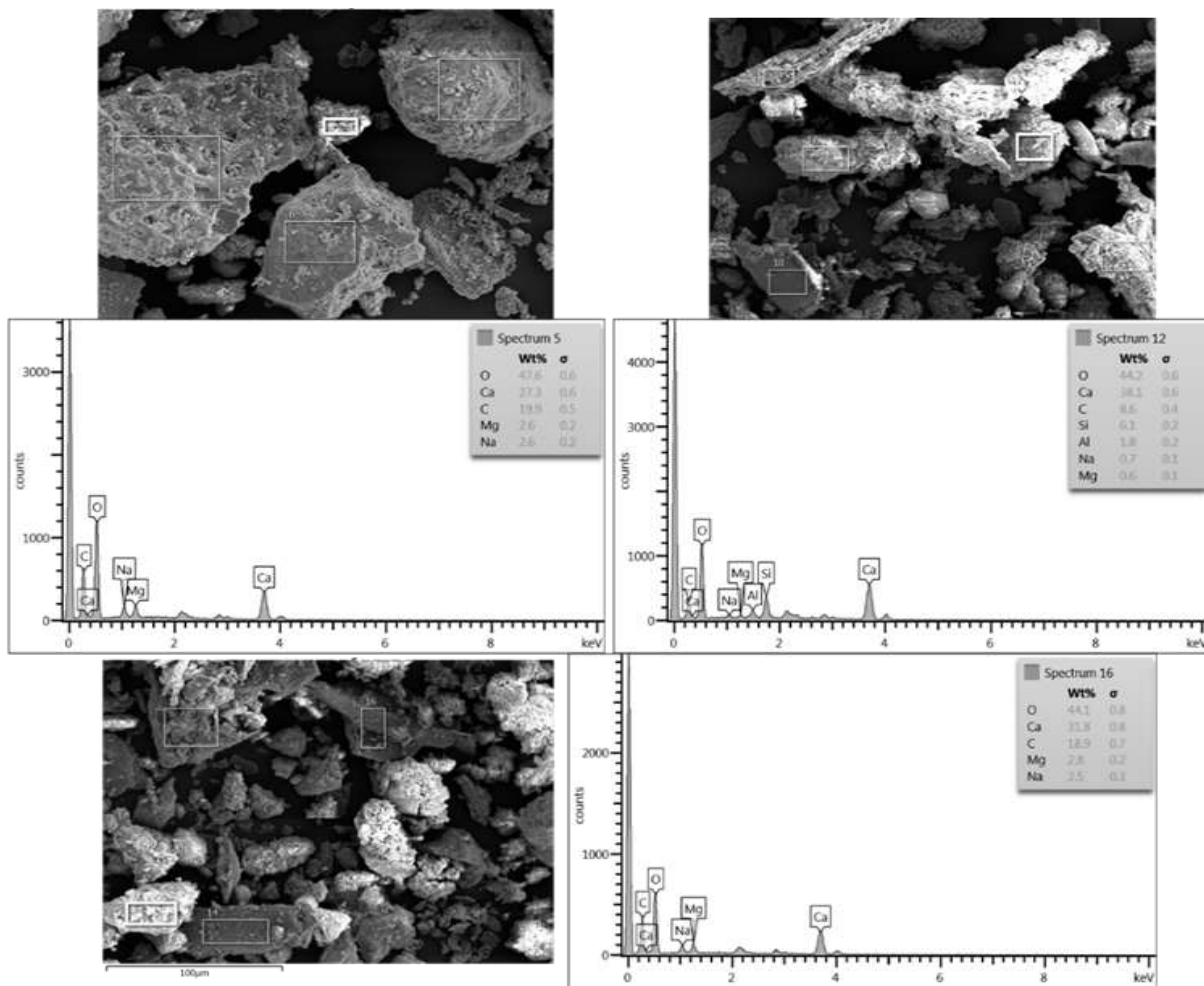


Figura 4. Imágenes del microscopio óptico del sargazo a 500x.

Los resultados obtenidos indican que el material está compuesto de carbonato de calcio (CaCO_3) con partículas de Mg, Al y Si, composición similar al agregado pétreo que se utiliza en la construcción de la región (Fig.

5), sin embargo, la presencia de Na, afectaría la durabilidad del mortero, ya que permitiría el flujo de agentes externos al interior del recubrimiento, disminuyendo la calidad del mismo.

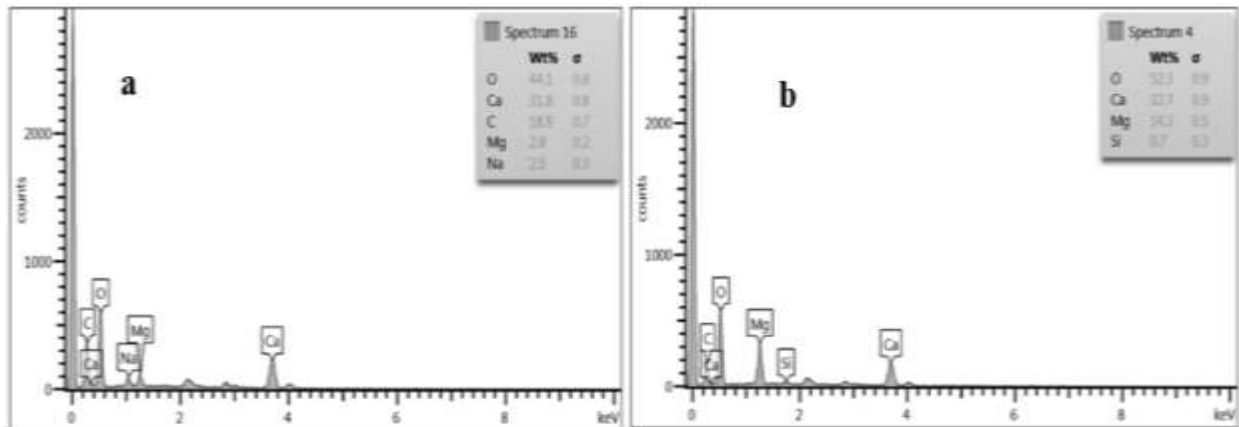


Figura 5. Comparación de la composición química del sargazo (a) y el agregado pétreo regional (b).

3.4.- Caracterización del mortero elaborado con sargazo

El mortero se diseñó con base al manual de dosificación de morteros y dado las pruebas de absorción, humedad, peso volumétrico y peso específico (Tabla 1), se determinaron las

cantidades del material a utilizar en el diseño, proporcionándole una resistencia de diseño de 75 MPa, una fluidez entre 100 y 120% y una relación agua/cemento de 0.99. El mortero está compuesto principalmente por cemento portland, agregado fino, agua y el sargazo como sustituto (Tabla 4).

Tabla 4. Diseño del mortero con el sargazo como sustituto.

% de sustitución	Cemento (gr)	Agua (ml)	Agregado fino (gr)	Sargazo (gr)
0%	325	320	1669.9	0
5%	325	320	1586.4	27.9
10%	325	320	1502.9	55.8
15%	325	320	1419.4	83.7
20%	325	320	1335.9	111.6

a) Resistencia a la compresión

Los datos obtenidos con respecto a la resistencia mecánica de los morteros con el sargazo como sustituto, indican que, el porcentaje del 5% después de 28 días de curado presenta una resistencia $75.87 \text{ MPa} \pm 2.66$, con la cual fue diseñado, sin embargo,

si los comparamos con los porcentajes de 10, 15 y 20 que presentaron resistencias de 23.3 ± 0.9 , 9.2 ± 0.4 y 7.6 ± 0.1 MPa, respectivamente, muestran valores bajos comparados con el parámetro establecido como mínimo al momento de realizar el diseño (Fig. 6).

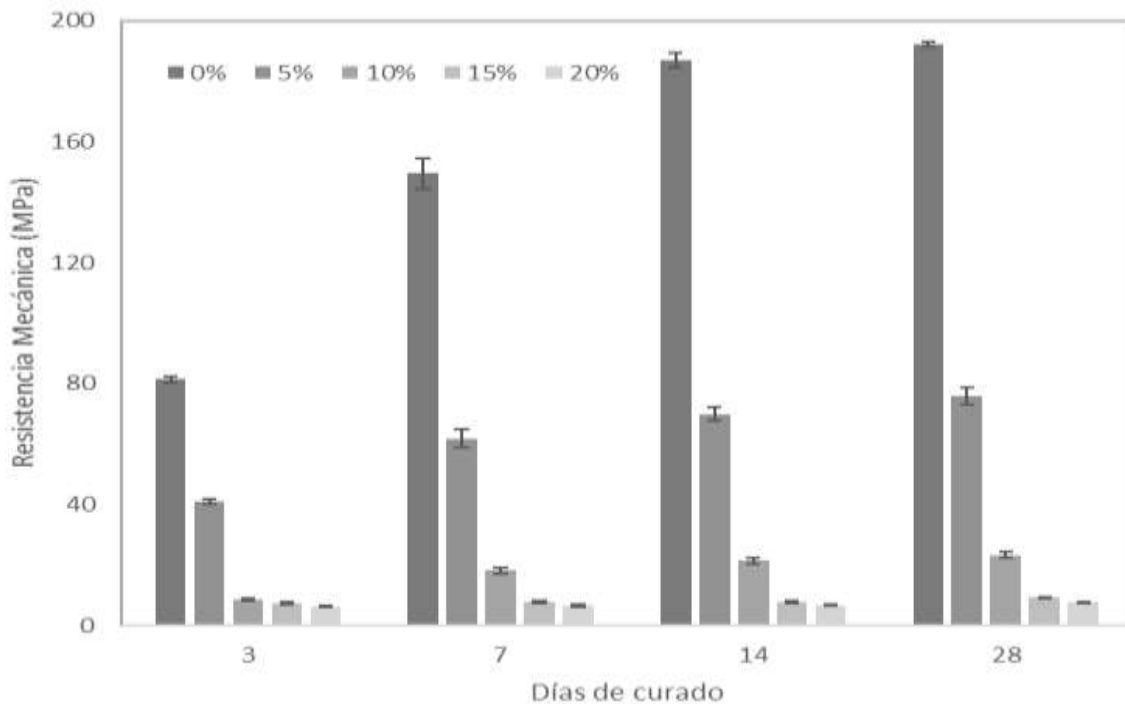


Figura 6. Resistencia mecánica de morteros con diversos porcentajes de sustitución.

Investigadores han utilizado polvo de alga cruda para la sustitución en pasta de cemento utilizando porcentajes de 5, 10, 15 y 20%, encontrando que el porcentaje de 10% es el que muestra una resistencia de 27 MPa, después de 28 días de curado (Chahbi et al., 2022); Chen et al., 2021, utilizaron como sustituto el alga *Chlorella* en un 5% obteniendo una resistencia de 32 MP.

Saidi et al., 2022 utilizaron tierra de diatomeas como sustituto para elaborar morteros con porcentajes de sustitución de 10, 20, 30 y 40%, en donde indican que a medida que incrementa el porcentaje de sustitución la resistencia disminuye obteniendo valores de 37.85, 33.91, 30.39, y 25.59 MPa, respectivamente.

Los resultados de esta investigación se atribuyen principalmente a la hidratación del sargazo, proceso que se da de manera lenta, pero progresiva del agua que va absorbiendo el material del mortero, debido a la cantidad

de espacios vacíos que se generan durante el proceso de fraguado, lo cual está estrechamente relacionado con los datos obtenidos en la morfología por la porosidad y el alto nivel de absorción de agua del material.

b) Densidad y propiedades térmicas

Los resultados indican una densidad que disminuye con respecto al aumento del porcentaje de sustitución que se realiza en el mortero (Tabla 5), lo que indica que a mayor cantidad de sustitución con sargazo presenta una mayor cantidad de espacios vacíos, y una mayor absorción de agua durante el fraguado del mortero conforme va avanzando el tiempo. Los resultados son similares a los reportados por Shafigh et al., 2020, donde estudiaron diversas proporciones de sustitución en un mortero, mostrando valores de 2233 a 1973.4 Kg/m³, indicando que a mayor porcentaje de sustitución en la relación de morteros la densidad disminuye.

Tabla 5. Resultados de densidad, conductividad, transmitancia, calor específico realizados al sargazo natural.

% de Sustitución	Densidad Kg/m ³	Conductividad (W/MK)	Transmitancia (W/MK)	Calor específico (J/g°C)
0%	2027 ± 23.45	0.7814 + 0.046	0.63 + 0.1	0.88409
5%	1868 ± 12.09	0.5122 + 0.083	0.536 + 0.1	0.89309
10%	1753 ± 68.36	0.387 + 0.062	0.523 + 0.1	0.90209
15%	1744 ± 117.20	0.2358 + 0.029	0.474 + 0.1	0.91108
20%	1704 ± 18.85	0.2107 + 0.024	0.405 + 0.06	0.92008

Nota: se muestran los valores promedio de las réplicas y la desviación estándar.

La conductividad térmica y la transmitancia térmica del mortero tiende a disminuir con el aumento del uso del sargazo como sustituto, obteniéndose valores desde 0.78 ± 0.05 W/MK hasta 0.21 ± 0.25 W/MK, lo que se traduce a una disminución del 32% y de 0.63 ± 0.10 W/MK, hasta 0.405 ± 0.06 , con una disminución del 25%, respectivamente.

Con respecto al calor específico se puede observar que, presenta un aumento directamente proporcional con respecto al aumento de porcentaje de sustitución con el sargazo (Tabla 5). Lo que se traduce que a mayor calor específico es mayor la cantidad de energía requerida para calentar el material, es decir que el aumento de esta propiedad es una mejora en las propiedades térmicas en el material.

Estos resultados indican una disminución de la transferencia de calor dentro de la vivienda en donde son utilizados los morteros presentando una mejora en las propiedades del aislamiento térmico aumentando el confort higrotérmico de las mismas.

3.5.- Relación entre parámetros físicos y térmicos de un mortero

En el análisis de un mortero es importante relacionar los parámetros físicos y térmicos, lo anterior para determinar el consumo de

energía, costos y el tiempo en los diversos edificios que se deseen construir actualmente.

Se realizó una correlación entre la conductividad térmica y la compresión, determinando la correlación entre ambos valores, obteniendo una $R^2 = 0.9418$ (Fig. 7), indicando que ambos parámetros tienen una estrecha relación, y son directamente proporcionales dados que ambos disminuyen o aumentan según el porcentaje de sustitución que se utilizó en este estudio. Tomando en cuenta lo anterior se puede determinar que, mientras el porcentaje de sustitución aumente la conductividad térmica y la compresión disminuyen.

Con respecto a las correlaciones entre la compresión y la transmitancia y el calor específico, se obtuvieron valores de $R^2 = 0.7956$ y de $R^2 = 0.7789$, respectivamente. Lo anterior indica que la compresión no impacta de manera directa con respecto a la transmitancia y al calor específico, sin embargo, son parámetros de importancia para evaluar la calidad de un mortero.

Resultados similares fueron reportados por Yükses, 2019, mencionando que hay una relación entre los parámetros de la resistencia con respecto a la conductividad térmica, sin embargo, los resultados obtenidos son de diseños de morteros modificando las proporciones de cemento y arena.

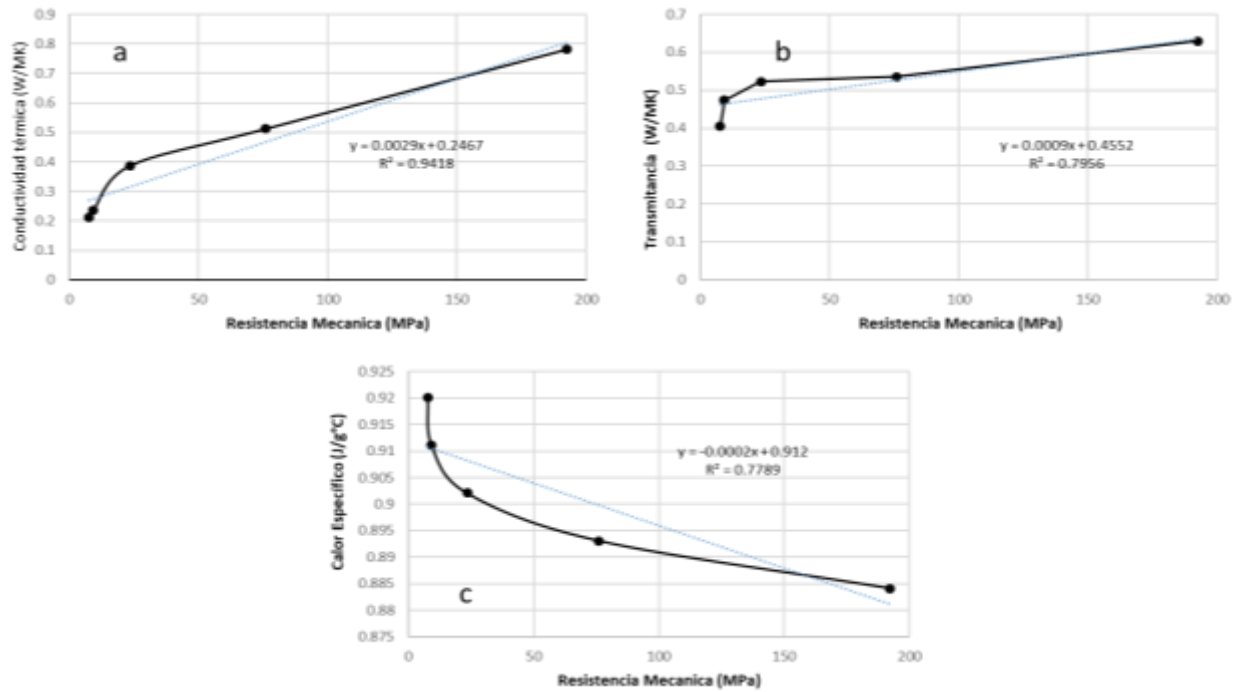


Figura 7. Correlación entre parámetros la resistencia mecánica y la conductividad térmica (a); transmitancia (b) y el calor específico (c).

Otro parámetro importante es la relación entre la densidad, la resistencia mecánica y la conductividad. Con los datos obtenidos se realizó la correlación y se obtuvo que ambos parámetros entran estrechamente relacionados con la densidad del mortero, ya que se obtuvieron $R^2 = 0.978$ y de $R^2 = 0.956$ con respecto a la resistencia mecánica y la conductividad, respectivamente (Fig. 8).

Dado que las propiedades térmicas y físicas de un mortero están en función de la densidad que presenta, es necesario mencionar que en este estudio hay que tomar en cuenta los porcentajes de sustitución del alga por lo que, para los morteros con el 15 y 20% de sustitución disminuyen ambos valores, sin embargo, no obtuvieron una resistencia óptima para su utilización en la construcción.

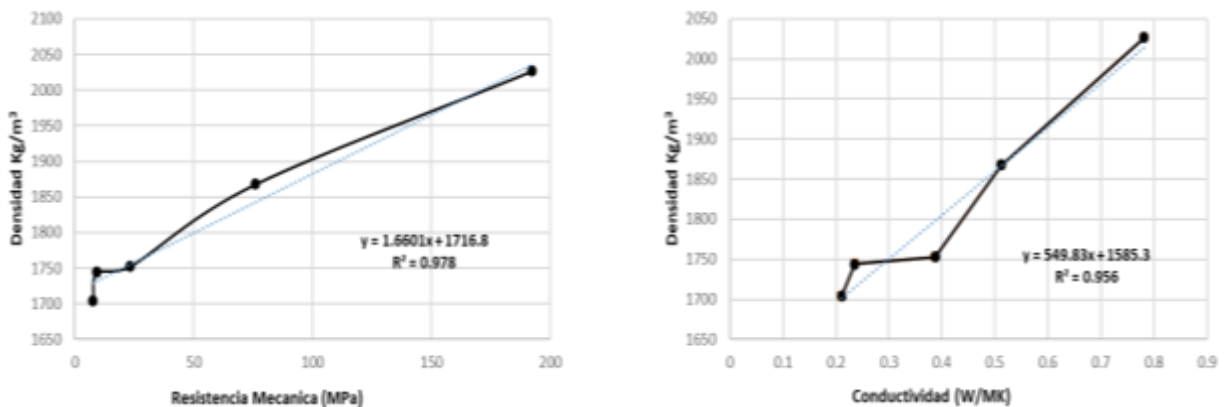


Figura 8. Relación entre la resistencia mecánica y la conductividad con respecto a la densidad de un mortero.

Con la correlación obtenida se infiere que la tendencia de la densidad tiene un impacto mayor en resistencia mecánica que en la conductividad.

Estudios realizados indican que fabricar un mortero con un porcentaje de sustitución del 10% con corcho, los valores de las propiedades térmicas no están controladas por la densidad (Panesar, 2012). Sin embargo, en este estudio se demuestra que si están estrechamente ligadas para obtener un mortero con calidad y que cumpla con las normas establecidas en el país.

Conclusiones

Se identificaron dos especies de sargazo el *S. fluitans* (60%) y *S. natans* (22%). El alga que se recolectó presentó una concentración de clorofila-a y c (11.4 ± 1.03 y 6.23 ± 0.54 , respectivamente) y la recolectada en la orilla (6.95 ± 0.34 y 4.07 ± 0.59 , respectivamente), indicando la senescencia celular y la disminución de la actividad fotosintética.

La sustitución del agregado pétreo con sargazo es posible utilizarlo hasta en un 5% en un mortero, cumpliendo la función como material aislante, con una resistencia mecánica de 75.87 MPa y la reducción de la conductividad térmica hasta en un 34%, disminuyendo la transferencia de calor en un muro proporcionando un bienestar en el interior de las viviendas. No se recomienda el uso del sargazo en sustituciones por arriba del 5% ya que disminuye la resistencia mecánica.

Hay una correlación directa entre la resistencia mecánica y la conductividad térmica con una $R^2 = 0.9418$ y entre la densidad con la resistencia mecánica y la conductividad térmica con $R^2 = 0.978$ y de $R^2 = 0.956$ respectivamente.

Considerando las propiedades evaluadas del mortero con el sargazo como sustituto

cementante, es una alternativa a utilizar en la fabricación de material de construcción sustentable.

Agradecimientos

Al TecNM por el financiamiento del proyecto 16908.23-P “Estudio potencial de la ceniza de sargazo como material cementante suplementario en la industria de la construcción”. Al CONAHCYT por la beca de posdoctorado otorgada.

Referencias Bibliográficas

- Ahmad, W.; Ahmad, A.; Ostrowski, K.A.; Aslam, F.; Joyklad, P. (2021). A scientometric review of waste material utilization in concrete for sustainable construction. *Case Stud. Constr. Mater.*, 15, e00683.
- Al-Kutti, W., Saiful Islam, A.B.M., Nasir, M., (2019). Potential use of date palm ash incement-based materials. *J. King Saud Univ. Eng. Sci.* 31, 26–31.
- Asdrubali F., D’Alessandro F, Schiavoni S. (2015). A review of unconventional sustainable building insulation materials. *Sustainable Materials and Technologies.* 4 1-17.
- ASTM C109/109M-16a, 2016. Standard test method for compressive strength of hydraulic cement mortars (using 2-in. or [50-mm] cube specimens).
- ASTM E1530-99 Standard Test Method For Evaluating The Resistance To Thermal Transmission Of Thin Specimens Of Materials By The Guarded Heat Flow Meter Technique.
- Benmansour, N. Agoudjil B., Gherabli, A. Kareche, A Boundenne A. (2014) Thermal and mechanical performance of natural mortar reinforced with date palm fibers for

use as insulating materials in building. 81 98-104.

Bunganaen, W., Hunggurami, E., Beingala, Y. (2006). Pengaruh penambahan gula pasir terhadap kuat tekan dan sifat kedap air mortar. *J. Teknik Sipil Univ. Nusa_Cendana* 5 (1), 105–116.

Castellanos, I., Gasca, R. (2002). Eufáusidos (Crustacea:Malacostraca) del centro y sur del Mar Caibe mexicano. *Rev. Biol. Trop.*, 50(1): 77-85.

Chahbi M., Mortadi A., El Moznine R., Monkade M., Zaim S., Nmila R. & Rchide H. (2022). A new approach to investigate the hydration process and the effect of algae powder on the strength properties of cement paste. *Australian Journal of Mechanical Engineering* 1-10.

Chen X, Mohammad G M, Beatty D, and Srubar W. (2021). Retardation of Portland Cement Hydration with Photosynthetic Algal Biomass. *ACS Sustainable Chem. Eng.* 9, 13726–13734.

Gregor J y Marsálek B. (2004). Freshwater phytoplankton quantification by chlorophyll a: a comparative study of in vitro, in vivo and in situ methods. *Water Research* 38(3):517-22. doi: 10.1016/j.watres.2003.10.033

Guiry, M.D., Guiry, G.M., (2022). *Algae Base*. World-Wide Electronic Publication. National University of Ireland, Galway. <https://www.algaebase.org>.

Hernández, E. F.; Cano-Barrita, P.F.d.J.; Torres-Acosta, A. A. (2016). Influence of cactus mucilage and marine brown algae extract on the compressive strength and durability of concrete. *Mater. Constr.*, 66, 7514.

Hossain, M.M., Karim, M.R., Hasan, M., Hossain, M.K., Zain, M.F.M., (2016). Durability of mortar and concrete made up of pozzolans as a partial replacement of cement: a review. *Constr. Build. Mater.* 116, 128–140.

Ippolitov, A., Rzhavsky, A. (2015). Tube morphology, ultrastructures and mineralogy in recent Spirorbinae (Annelida: Polychaeta: Serpulidae). II. Tribe Spirorbini, *Invert. Zool.*, 12, 61–92.

Jeffrey SW. y Humprey GF. (1975). New Spectrophotometric equations for determining chlorophylls a, b, c1 y c2 in Higher plants, algae and natural phytoplankton. *Biochem. Physiol. Pflanzen* 167 191-194

Johns, E. M., Lumpkin, R., Putman, N. F., Smith, R. H., Muller-Karger, F. E., Rueda-Roa, T. (2020). The establishment of a pelagic Sargassum population in the tropical Atlantic: biological consequences of a basin-scale long distance dispersal event. *Prog. Oceanogr.* 182:102269. doi: 10.1016/j.pocean.2020.102269

Khan, M.N.N., Jamil, M., Karim, M.R., Zain, M.F.M., Kaish, A.B.M.A., (2017). Filler effect of pozzolanic materials on the strength and microstructure development of mortar. *KSCE J. Civ. Eng.* 21, 274–284.

León-Martínez, F. M.; Cano-Barrita, P.F.d.J.; Lagunez-Rivera, L.; Medina-Torres, L. (2014). Study of nopal mucilage and marine Brown algae extract as viscosity-enhancing admixtures for cement based materials. *Constr. Build. Mater.* 53, 190–202.

Lobban CS y Harrison PJ. (2004). *Seaweed ecology and physiology*. Cambridge University Press. ISBN-13 978-0-521-40334-4

- Michalak, I.; Chojnacka, K. (2018). Introduction: Toward algae-based products, in: Chojnacka, K.; Wiczyński, P.P.; Schroeder, G.; Michalak, I. (Eds.) *Algae biomass: characteristics and applications: towards algae-based products*; Springer International Publishing: Cham; pp 1–5. DOI: 10.1007/978-3-319-74703-3_1.
- Mistry A, Ganta U, Chakrabarty J and Dutta S. (2019). Mistry, A. N.; et al. A review on biological systems for CO₂ sequestration: Organisms and their pathways. *Environ. Prog. Sustainable Energy* 38 (1), 127–136.
- Moreira L. y Suarez A. (2002). Estudio del género *Sargassum* C. AGARDH, 1820 Phaeophyta, Fucales, Sargassaceae) en aguas cubanas. 2. Variaciones morfológicas en *Sargassum natans* (Linnaeus) Meyer en dos localidades. *Rev. Invest. Mar.* 23, 51-68.
- Moreira A. y Alfonso G. (2013). Inusual arribazón de *Sargassum fluitans* (Borgeren) Borgeren en la costa centro-sur de Cuba. *Rev Invest Mar* 33(2): 17-20
- Moreno, A.G. (2019). Ectoproctos (= Briozoos). *Apuntes de Zoología*. 1-2. <https://www.ucm.es/data/cont/docs/465-2013-08-22-I4%20ECTOPROCTOS.pdf> Descargado 25 de mayo 2019.
- NMX-C077-ONNCCE-2018. Industria de la Construcción-Agregados para Concreto-Análisis Granulométrico-Método de Ensayo.
- Osseni, S. O. G. Ahouannou C., Sanya, E. A. Jannot Y. (2016). Investigation on the use of the cement mortar containing banana fibers as thermal insulator in building. 4,1142-1152.
- Panesar D and Shindman B. (2012). The mechanical, transport and thermal properties of mortar and concrete containing waste cork. *Cement & Concrete Composites*. 34 982-992.
- Pinto A., Von Sperling E., Perling E. y Moreira R. (2001). Chlorophyll-a determination via continuous measurement of plankton fluorescence: methodology development. *Water Res.* 35(16): 3977-3981.
- Ramakrishna and Sundararajan, (2019). A novel approach to rheological and impact strength of fibre-reinforced cement/cementitious composites for durability evaluation. In: *Durability and Life Prediction in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, Woodhead Publishing, Cambridge, US, 389–405.
- Saidi T, and Hasan M. (2022). The effect of partial replacement of cement with diatomaceous earth (DE) on the compressive strength and absorption of mortar. *Journal of King Saud University – Engineering Sciences* 34 250–259
- Shafiq P., Asadi, I, Akhiani A, Mahyuddin N, Hashemi M. (2020). Thermal properties of cement mortar with different mix proportions. *Mater. Construcc.* 70 [339], e224 <https://doi.org/10.3989/mc.2020.09219>.
- Shah V., Parashar, A., Mishra, G., Medepalli, S., Krishnan, S., Bishnoi, S., (2020). Influence of cement replacement by limestone calcined clay pozzolan on the engineering properties of mortar and concrete. *Adv. Cem. Res.* 32 (3), 101–111.
- Shahnaz A., Shahnaz, A., Syahzadi, P., Mujahid, A., Khan, M.S., Abbass, A., Kanwal, A., (2016). Utilization of bio materials as pozzolanic material for partial replacement of cement. *J. Chem. Mater. Res.* 5 (5), 85–91.
- Sicakova, A, Draganovska, M, Kovac, M. (2017). Water absorption coefficient as a

performance characteristic of building mixes containing fine particles of selected recycled materials. Proc. Eng. 180, 2017, 1256–1265.

Wiencke C y Bischof K. (2012). Seaweed Biology. Novel insights into ecophysiology, ecology and utilization. Springer Heidelberg New York. ISBN 978-3-642-28451-9

Van-Tussenbroek, B., Barba-Santos, M.G. Ricardo-Wong, J.G., van-Dijk, J.K., Waycott, M. (2010). Guía de los pastos marinos tropicales del Atlántico oeste. Universidad Nacional Autónoma de México. México.

Yüksek, S., (2019). Mechanical properties of some building stones from volcanic deposits of mount Erciyes (Turkey). Mater. Construcc. 69 [334], e187.

Vassilev, S. V.; Vassileva, C. G. (2016). Composition, properties and challenges of algae biomass for biofuel application: an overview. Fuel 181, 1–33.

Zavala-Arceo, A, Cruz-Arguello, J, Figueroa-Torres, M y Yeladaqui-Tello, A. (2019). Determinación de las propiedades térmicas de un mortero modificado con sargazo como material alternativo en construcción. Revista de Ingeniería Civil. 3-10: 1-9.



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Anaerobic-aerobic sequential biofilters packed with polyurethane/polypyrrole-co-polyaniline and constructed wetland for municipal wastewater treatment

Biofiltros secuenciales anaerobio-aerobio empacados con poliuretano/polipirrol-co-polianilina y humedal artificial para el tratamiento de aguas residuales municipales

Antonio-Carmona, I.D.^a, Ovando-Medina, V.M.^b, Rodríguez-de la Garza, J.A.^c, Martínez-Amador, S.Y.^{a*}

^a Departamento de Botánica, Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro. Calzada Antonio Narro 1923 Buenavista, Saltillo, Coahuila, C.P. 25315, México.

^b Ingeniería Química, Coordinación Académica Región Altiplano, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Carr. Central Km 5+600 Ejido San José de las Trojes, Matehuala, S.L.P., C.P. 78700.

^c Departamento de Biotecnología, Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Ciencias Químicas. Boulevard Venustiano Carranza s/n, C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, México.

dalila_antonio@yahoo.com; victor.ovando@uaslp.mx; antonio.rodriguez@uadec.edu.mx; silvia.martinez@uaaan.edu.mx*

Technological innovation: Polyurethane/polypyrrole-co-polyaniline packaging.

Industrial application area: Wastewater treatment.

Received: July 04th, 2023

Accepted: November 28th, 2023

Resumen

Debido a la creciente demanda y a la problemática del agua que actualmente existe, se requieren sistemas de tratamiento de aguas residuales eficientes y económicos para fomentar el reúso de este vital líquido. Este trabajo tuvo como objetivo evaluar el desempeño de un sistema secuencial consistente de dos biofiltros anaerobio-aerobio y un humedal artificial a diferentes tiempos de retención hidráulica (TRH) en el tratamiento de agua residual municipal (ARM). Los biofiltros fueron empacados con compósitos de poliuretano/polipirrol-co-polianilina como soporte para la formación de biopelícula. El humedal artificial contenía tezontle como soporte para las plantas de *Canna indica*. Los parámetros analizados fueron la demanda química de oxígeno (DQO), la demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅), las coliformes fecales (CF), los huevos de helmintos

(HH) y los sólidos totales (ST). Se observó que la remoción de estos parámetros se incrementó en proporción directa al TRH logrando hasta un 93% de eficiencia de remoción para la DQO, un 99% para la DBO, 28% de remoción en los ST, las CF disminuyeron de $1 \times 10^{6 \pm 1}$ hasta $1 \times 10^{1 \pm 1}$ MPN/100 mL y los HH de incontables a 3 ± 3 h/L, operando a un TRH de 9.9 días.

Palabras clave: biofiltro, compósitos, *Canna indica*, humedal artificial, tratamiento de agua residual municipal.

Abstract

Due to the growing demand and the current water problems, efficient and economical wastewater treatment systems are required to promote the reuse of this resource. The objective of this work was to evaluate the performance of a sequential system consisting of two anaerobic-aerobic biofilters and a constructed wetland at different hydraulic retention times (HRT) in treating municipal wastewater (MWW). The biofilters were packed with polyurethane/polypyrrole-copolyaniline composites as support for biofilm formation. The constructed wetland contained tezontle as substratum for *Canna indica* plants. The parameters analyzed were chemical oxygen demand (COD), biochemical oxygen demand (BOD₅), fecal coliforms (FC), helminth eggs (HE) and total solids (TS). It was observed that the removal of these parameters increased in direct proportion to the HRT, achieving up to 93% removal efficiency for COD, 99% for BOD₅, 28% removal in TS, FC decreased from $1 \times 10^{6 \pm 1}$ to $1 \times 10^{1 \pm 1}$ MPN/100 mL and HEs decreased from being uncountable to 3 ± 3 HE/L, operating at a HRT of 9.9 days.

Keywords: biofilter, composites, *Canna indica*, constructed wetland, municipal wastewater treatment.

1. Introduction

Biofilters are an attractive alternative for wastewater treatment and are used for pollutant removal from air and water. Biofilters are biologically active biomass adhered to a support material forming a biofilm (immobilized biomass), in which organic compounds are degraded. Some of the most important parameters that govern the performance of a biofilter are the adherence of the biomass to the support (Chaudhary *et al.*, 2003; Zhang *et al.*, 2019), roughness, and wettability (hydrophobic/hydrophilic balance) (Al-Amshawee *et al.* 2021). The materials used as support have been classified as natural or synthetic, the latter being biologically inactive. Various synthetic materials and composites have been previously reported for their use as support to

develop biofilters, such as polyvinyl alcohol, polyethylene, waste tire (Al-Amshawee *et al.*, 2020), polypropylene (Naz *et al.*, 2018), styrene (Portune *et al.*, 2020), basalt fibers (Gao *et al.*, 2021), polyurethane (Dacewicz and Grzybowska-Pietras, 2021), modified polyurethane (Feng *et al.*, 2019) Polyurethane has advantages, such as mechanical strength, chemical resistance, porosity (Rastegar *et al.*, 2022), low cost (Sandip and Kalyanraman, 2019) and a large surface area (Pi *et al.*, 2020).

Composites (hybrid materials) confer advantages such as high strength and stiffness (Campbell, 2010; Sundeep *et al.*, 2023). Zhou *et al.* (2010) reported using a Fe₃O₄-based composite/polyurethane foam as a support for a biofilter, detecting higher microbial

colonization and high toluene removal efficiency compared to alone polyurethane foam. Chu *et al.* (2014) evaluated the performance of a moving bed biofilm reactor packed with cationic hydrophilic modified polyurethane foam (from a mixture of toluene diisocyanate, polyether polyol, foam stabilizer, dichloromethane, phosphoric acid, and acetic acid) for its use in the removal of synthetic municipal wastewater. The results indicated that the modified polyurethane foam improved the biofilm formation 1.3 times more than unmodified polyurethane foam. Feng *et al.* (2019) modified polyurethane foam with sodium alginate and polyvinyl alcohol to pack a trickling biofilter, obtaining a higher degradation of toluene, ethylbenzene and xylene, higher microbial diversity and stability when compared with a polyurethane foam control without modification.

The MWW contains organic matter, nitrogen, phosphorus, and other chemical pollutants and a high concentration of pathogenic organisms such as fecal coliforms and helminths, etc. Generally, the organic matter contained in the MWW is removed in high percentages through primary and secondary wastewater treatment; sometimes, it is necessary to implement a tertiary treatment, such as a constructed wetland, in such a way that it can be used to improve the chemical and microbiological quality (viruses, bacteria, protozoa and worms) of effluents that have been previously treated by traditional biological treatment processes such as oxidation lagoons or anaerobic or aerobic reactors (Wang *et al.*, 2006; Desta *et al.*, 2015; Muñoz-Nava and Baumann, 2017; Herrera-Lopez *et al.*, 2021). Constructed wetlands have physical, chemical and biological mechanisms which can reduce solids, nitrogen, phosphorus and microbial pollutants concentration (Biswal and Balasubramanian, 2022). An essential part of a constructed wetland is the hydrophytic

plants that can be floating, submerged and emergent (Selvaraj and Velvizhi, 2021). Among the most common emergent plants used in constructed wetlands are the genus *Canna*, *Iris*, *Heliconia* and *Zantedeschia*, which are also ornamental plants (Sandoval *et al.*, 2019). Constructed wetlands with *Canna indica* have shown high removal efficiency for COD, BOD, nitrogen, turbidity, *E. coli* and faecal coliforms (Chang *et al.*, 2012; Sharma and Brighu, 2014; Rahmadyanti and Audina, 2020; Mittal *et al.*, 2023). As a standalone treatment process, constructed wetlands can also be considered a low-cost alternative (Somprasert *et al.*, 2021) and can be a highly efficient secondary or tertiary treatment (Ennabili and Radoux, 2021).

This work aimed to evaluate the performance of a system consisting of two anaerobic-aerobic biofilters packed with polyurethane/polypyrrole-co-polyaniline composites and a constructed wetland with *Canna indica* for the treatment of municipal wastewater at different HRTs.

2. Materials and Methods

This research was carried out in the Biology Laboratory of the Department of Botany of the Autonomous Agrarian University Antonio Narro, Saltillo Unit. The experiments were carried out over a year at room temperature (during the time of operation, the temperature varied from 5 to 29 °C with an annual average temperature of 17 °C), and the municipal wastewater used in these experiments was collected weekly from the reception module of the wastewater treatment plant (WWTP) of the Mexican Army Park (Bosque Urbano Ejército Mexicano) of the City of Saltillo, Coahuila. Table 1 shows the characterization of the municipal wastewater used in this study; the wastewater parameters varied over the course of the year.

Table 1. Chemical and microbiological characterization of the municipal wastewater used in the present paper.

Parameter	Average	Maximum	Minimum
COD (mg/L)	589	1070	53
pH	7.1	7.5	6.9
FC (MPN/100 mL)	2.2 x 10 ⁶	1 x 10 ⁸	4 x 10 ⁵
HE (HE/L)	+	+	+
BOD ₅ (mg/L)	95	175	78
TS (mg/L)	1340	2400	500

+ presence of helminth eggs (uncountable).

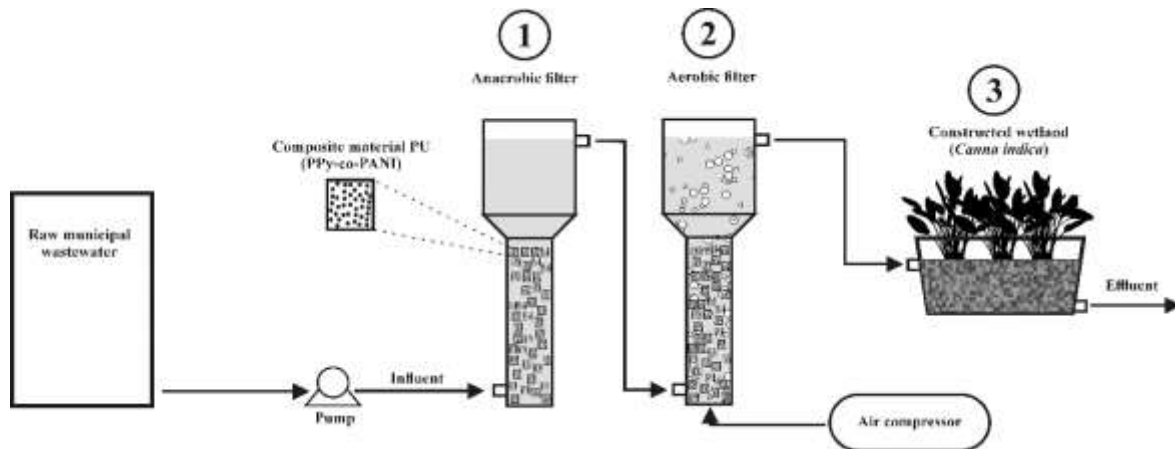


Figure 1. Sequential system.

The anaerobic biofilter was constructed with acrylic and had an effective working volume of 5.8 L. The biofilter was packed with 18 grams of polyurethane/polypyrrole-copolyaniline composite. The composites were prepared according to the methodology used by Antonio-Carmona *et al.* (2015); the polyurethane foam was cut into cubes of approximately 1 x 1 x 1 cm, and these were submerged in one liter of an aqueous solution containing a mixture of two solutions (0.5 g of pyrrole /L with 0.5 g of aniline /L). The solution and the polyurethane foam were mixed with magnetic stirring for 2 hours to eliminate the air trapped in the foam; when this step is done, an oxidizing agent (ammonium persulfate) was added and mixed with a magnetic stirrer bar for 5 hours. Subsequently, the composites were washed with distilled water to remove unadhered residues and dried at 60 °C for 48 hours. The anaerobic sludge (obtained from a UASB

reactor that treated wastewater from the brewing industry) was previously macerated to facilitate biofilm development on the surface of the support material.

The aerobic biofilter was also acrylic and had an effective working volume of 5.8 L. The biofilter was packed with composites prepared in the same way as those used in the anaerobic biofilter. An Elite model 799 aerator pump (1 L/min) was used to supply air to the biofilter. The sludge used in this biofilter also was provided by WWTP (activated sludge) Mexican Army Park.

The constructed wetland consisted of a plastic rectangular module with a volume of 27 L (73 L x 45 W x 35 H cm). Tezontle (volcanic rock of approximately 2 cm in diameter) was added to the plastic module (up to a height of 19 cm) as a substratum for the *Canna indica* plants. Nine *Canna indica* plants were

planted with an approximate height of 30 cm in the plastic module (approximately 27 plants per m²). The plants were collected from a constructed wetland that treated wastewater from a fishpond. The working volume of the constructed wetland was 16.2 L. An Elite model 799 aerator pump (1 L/min) was used to supply air to the constructed wetland.

2.2 Sampling and quantification

The influent and effluent of each stage (anaerobic, aerobic, and constructed wetland) were analyzed for the following parameters: pH, COD, BOD₅, TS, FC, and HE. The analysis of the parameters was carried out as follows: the pH using a pH meter (Thermo Scientific Brand, Model ORION STAR A215); TS was determined according to NMX-AA-034-SCFI-2015 (ARSA Brand Oven Model AR-290; US SOLID Brand Electronic Precision Balance Model USS-DBS 15-3); BOD₅ was determined according to NMX-AA-012-SCFI-2001 and NMX-AA-028-SCFI-2001 (HACH Model 205 Incubator); FC was determined according to NMX-AA-042-2015 (Vortex Brand SCIOLOGEX Model MX-S; Incubator Brand Boekel Scientific Model 133000); the determination of HE was carried out using the modified Bailenger Method described by Ayres and Mara, in 1996 (Solbat Brand Centrifuge Model J-600; McMaster Chamber); COD was determined according to NMX-AA-030/2-SCFI-2011 (Thermoreactor Brand HACH Model Digital Reactor Block 200; Spectrophotometer Brand HACH Model DR 5000).

2.3 Operation of the sequential treatment system

The operation of the sequential treatment system was carried out in three phases: the conditioning, the test, and the start-up phases. The conditioning or colonization phase of the

biofilters was carried out for three months to promote the formation of a biofilm by anaerobic microorganisms (anaerobic biofilter), whereas the aerobic biofilm (aerobic biofilter) formation on the polyurethane / polypyrrole-co-polyaniline composites was carried out by recirculation at a low feed rate (48 h HRT) of activated sludge and with MWW, as shown in Figure 2. The duration of this phase was established according to the time mentioned by Espinoza *et al.* (2019) of 30 days.

The colonization phase was unnecessary for the constructed wetland because the soil and *Canna indica* plants were collected from a constructed wetland that treated water from a fishpond and it was used immediately. Subsequently, the test phase was carried out, in which the anaerobic, aerobic biofilters and the constructed wetland were connected sequentially to establish the treatment system, as shown in Figure 1. In this phase, the performance of the system was evaluated at three HRT (d = days): 9.9 d (36 h in the anaerobic biofilter, 36 h in the aerobic biofilter, and 167 h in the constructed wetland, equivalent to a total of 9.9 d), HRT 6.6 d (24 h in the anaerobic biofilter, 24 h in the aerobic biofilter, 112 h in a constructed wetland equivalent to a total of 6.6 d), and HRT 3.3 d (12 h in an anaerobic biofilter, 12 h in an aerobic biofilter, 56 h in a constructed wetland equivalent to a total of 3.3 d). Each treatment (HRT) was repeated five times, and the parameters analyzed are the average of these repetitions. At the end of this phase, the HRT was reduced to 8 h to eliminate the excess sludge that did not adhere to the composites; this HRT was kept for one day. In the start-up phase (6 months in which seven repetitions were performed), the sequential system was maintained at an HRT of 9.9 d; during this time, the best results were obtained.

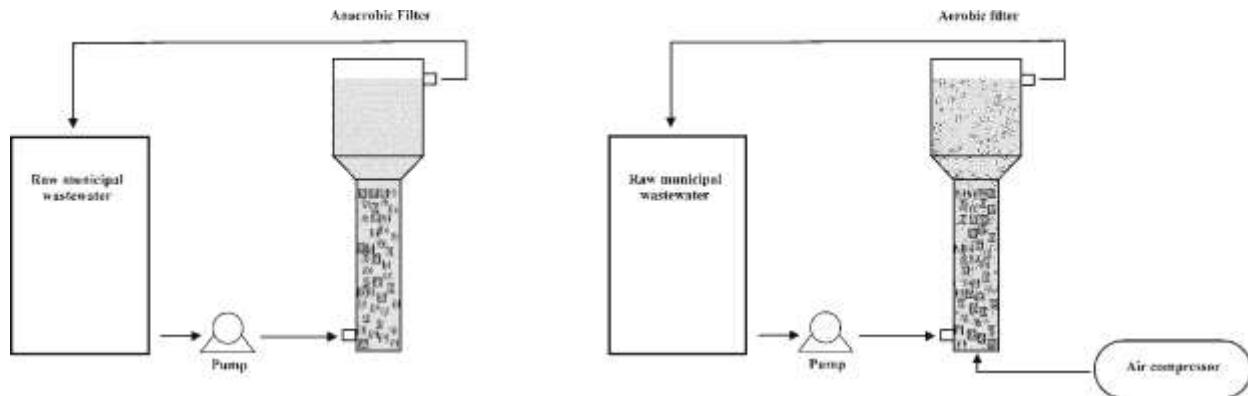


Figure 2. Anaerobic and aerobic biofilters in recirculation regime during the conditioning phase.

3. Results and Discussion

3.1 Test-evaluation phase at three different HRTs

At the end of the colonization phase, the biofilters and the wetland were connected in series. The HRT was established in 9.9 days, and previous tests were carried out for 15 days before evaluating the different HRT to know the operation of each part of the system and to solve possible failures in any of the parts of the system. Table 2 is presented below with the preliminary average results, where the performance of each part of the system, anaerobic filter, aerobic filter, and constructed wetland can be observed. The COD contained in municipal wastewater was removed in a 37% anaerobic biofilter, while up to 71% is removed in the aerobic biofilter (34% more in this part of the system) and up to 90% in the wetland (19% more in this stage), being the anaerobic biofilter where a greater removal occurred, these results agree with the work carried out by Jing *et al.* (2015) when treating contaminated surface water with a double layer biofilter (aerobic and anoxic) and a wetland and the one carried out by Rahmadyanti *et al.* (2020) that when treating residual water from a dyeing process (batik) with a biofilter and constructed wetland system, it was in the biofilters where a greater COD removal was detected. The average fecal coliforms present in the influent were 1×10^8 MPN/100 mL; when treated by

the anaerobic biofilter, they decreased to 1×10^7 MPN/100 mL, resulting in a 90% removal, the effluent from the aerobic biofilter contained 1×10^6 MPN/100 mL removing 99.9% and the highest removal (99.99%) was detected in the constructed wetland effluent, reaching 1×10^3 MPN/100 mL. The MWW and the effluents from the biofilters contained a high number of helminth eggs that were not counted (uncountable), and the removal is not disclosed as there is no approximate number of HE, in the effluent of the constructed wetland the HE were lower or equal to 5 HE/L though. It is possible to appreciate the need for a tertiary treatment, with the results of microbiological contamination, such as constructed wetlands, which can greatly reduce the presence of pathogenic organisms (Wu *et al.*, 2016). The BOD contained in the MWW was removed by 50% in the anaerobic biofilter, 82% in the aerobic biofilter (32% more) and 93% in the constructed wetland (11% more), for which the highest percentage of removal was in the anaerobic biofilter. Amiri *et al.* (2019) tested a system of biofilters and constructed wetlands in the treatment of domestic wastewater and detected that in the biofilters there was a BOD removal of 73.5%. TS was removed by 22% in the anaerobic biofilter and 40% in the aerobic biofilter (18%), while no removal was detected in the constructed wetland.

Table 2. Removal efficiency for each stage of the system.

Parameter	Anaerobic biofilter effluent	Aerobic biofilter effluent	Constructed wetland effluent
COD % RE	37	71	90
FC % RE	90	99.9	99.99
HE/L	+	+	≤ 5
BOD ₅ % RE	50	82	93
TS % RE	22	40	40

% RE: percent removal efficiency; + uncountable.

After the 15 days of the preliminary phase, the effect of three different HRTs was evaluated: 9.9, 6.6 and 3.3 days (in this order), by quantifying the following parameters: COD, BOD₅, TS, FC, and HE (Table 3). The removal percentages of all the analyzed parameters depended on HRT: the higher HRT, the greater the removal. COD removal was 80% at an HRT of 3.3 days, 87% at an HRT of 6.6 days, and up to 94% at an HRT of 9.9 days. It is important to mention that, in the six months that this phase lasted, the COD of the MWW varied, and it was observed that when the COD was less than 100 mg/l, the removal percentage of this parameter drastically decreased to less than 50%. The COD removal was greater (93-94 %), when the MWW contained more than 770 mg COD/L, observing a lower removal when

the MWW concentration was less than this value (84-88 % with a COD of 380-725 mg/L). The variation of the COD content of wastewater is common; therefore, some researchers suggest mixing this type of water with industrial wastewater (with a greater amount of organic matter) so that the COD remains stable before entering a biological treatment system (Kroiss *et al.*, 1992; LaPara and Alleman, 1999). This variability also affects the other parameters in the influent, which can be observed in Table 3. COD, FC, and TS are the parameters that vary in greater proportion, and the pH, the HE, and the BOD₅ vary in a lesser proportion. On average, the pH was higher in the influent, ranging between 8 and 8.87, with a decrease observed after passing through the sequential system (7.07 to 8.16).

Table 3. Results obtained at different HRTs in the test phase.

HRT d	3.3		6.6		9.9	
	Influent	Effluent	Influent	Effluent	Influent	Effluent
COD (mg/L)	523 ± 89	103 ± 50	444 ± 205	46 ± 0.71	642 ± 87	40 ± 5
pH	8.87 ± 0.25	8.16 ± 0.07	8 ± 0.19	7.07 ± 0.02	8.06 ± 1	7.71 ± 0.07
FC (MPN/100 mL)	1 x 10 ^{6±1}	1 x 10 ^{5±1}	1 x 10 ^{6±1}	1 x 10 ^{3±1}	1 x 10 ^{6±1}	1 x 10 ^{1±1}
HE (HE/L)	+	+	+	15 ± 5	+	3 ± 3
BOD ₅ (mg O ₂ /L)	108.14 ± 17.51	24.3 ± 0.6	96.04 ± 18	15.27 ± 4.02	118.62 ± 19.08	8.04 ± 4.38
TS (mg/L)	1162 ± 286.11	1305 ± 128	992 ± 127.89	834.48 ± 110	1385 ± 225.3	984.12 ± 156.64

+ presence of helminth eggs (uncountable); influent (municipal wastewater without treatment); effluent (municipal wastewater treated by the sequential anaerobic-aerobic biofilters-constructed wetland system).

The FC detected in the influent were at 1×10^{6±1} MPN / 100 mL, decreasing in the effluent to 1×10⁵, 1×10³ and 1×10¹, with HRT of 3.3, 6.6 and 9.9 days, respectively.

The results show a fecal coliform removal efficiency of over 99% in all HRTs assessed. Ling *et al.* (2009) used a combined system of biofilters and constructed wetlands with

Syzygium campanulatum and *Ficus microcarpa* to treat a mix of grey and black water, obtaining a removal efficiency of 96% of FC at an HRT of 20 h. Fuentes and Vizcaíno (2018) reported a system that combined the use of biodigesters and biofilters (macrophytes) to treat domestic wastewater at different HRTs (6, 12 and 18 days), obtaining a high removal efficiency of FC. Khuntia *et al.* (2021) assessed the FC removal in greywater using a sequential multi-chambered up-flow anaerobic biofilm reactor, an up-flow aerobic reactor, and a vertical greenery system inhabited by *Sphagneticola trilobata*, obtaining a 99.95% removal efficiency at an HRT of 2.25 days. Beutel and Larson (2015) also reported the advantages of using a sequential treatment system comprised of biofilters and constructed wetlands to remove FC compared to only using biofilters.

Jenssen *et al.* (2010) reported using a filter bed system that consisted of aerobic biofilters and plants, obtaining a removal efficiency that complied with the Norwegian regulations for reuse in agriculture for heavy metals, fecal bacteria, and parasites. In the present work, a high HE removal was obtained at HRTs of 6.6 and 9.9 d, decreasing from a very high density (uncountable) to 15 and 3 HE/L, respectively. According to NOM-003-SEMARNAT-1997 (which establishes the maximum permissible limits of contaminants in wastewater treated for reuse for public services with direct contact), the wastewater treated by the sequential system at an HRT of 9.9 days complies with the regulation mentioned above for FC (240 MPN/100 mL), and almost complies with the allowed HE (≤ 1).

The influent had a BOD₅ that ranged from 118 to 96 mg/L, decreasing to 24, 15, and 8 mg/L with an HRT of 3.3, 6.6 and 9.9 days, respectively. Inamori *et al.* (1986) observed a greater removal of BOD by increasing the HRT and the temperature using a sequential

system of anaerobic-aerobic biofilters for domestic wastewater treatment. Viguera-Cortés *et al.* (2013) detected that the removal of BOD in municipal wastewater was greater when the temperature increased in aerobic biofilters packed with agave fibers.

In an HRT of 3.3 days, no significant removal of TS was observed, but with HRTs of 6.6 and 9.9 days, the removal was 16 and 29%, respectively.

3.2 Start-up phase-HRT 9.9 days

Based on the best results of the test phase, the HRT of 9.9 days was selected for the start-up phase, which lasted six months, to assess the stability of the sequential system. Table 4 shows that the initial concentration of the evaluated parameters had variations. The effluent of the sequential system presented removal efficiencies of 88 to 93, 99, ≥ 90 , 90 to 96, and 24 to 41% for COD, FC, HE, BOD₅, and TS, respectively. The pH of the influent ranged from 6.68 to 7.58, and in the effluent ranged from 7.27 to 7.79. The effluent was visually colorless, transparent, and free of unpleasant odors. Viguera-Cortés *et al.* (2013) evaluated municipal wastewater treatment using aerobic biofilters packed with agave fibers, obtaining a 92% removal efficiency for BOD, 79.7% for COD, 98% for HE and 99.9% for fecal coliforms. Ling *et al.* (2009), carried out a study on the treatment of gray wastewater through a sequential system of biofilters packed with expanded clays and a constructed wetland with *Syzygium campanulatum* and *Ficus microcarpa* plants, obtaining a removal efficiency of 99% for BOD, and 95% for COD, and reducing the FC in the effluent by two orders of magnitude. Ling *et al.*, (2009) reported that the BOD, COD, and FC were mainly removed during the treatment by the biofilters (aerobic). The removal efficiency in constructed wetlands will depend on the climatic conditions: a cold climate directly or indirectly will affect plant

metabolism, plant absorption, rhizosphere oxygenation, substrate adsorption, and sedimentation capacity and metabolic rate

(Kataki *et al.*, 2021); in addition, microbial diversity, and its activity, also undergo seasonal changes (Khouja *et al.*, 2020).

Table 4. Results obtained during the start-up phase of the sequential system at an HRT of 9.9 days.

Parameter	Influent	Effluent
COD (mg/L)	666 ± 251	64 ± 13
pH	7.13 ± 0.45	7.52 ± 0.25
FC (MPN/100 mL)	10 ^{6±1}	10 ^{1±1}
HE (HE/L)	+	8 ± 3
BOD ₅ (mg/L)	137.04 ± 23.86	9.32 ± 3.82
TS (mg/L)	1480 ± 397.41	1002.14 ± 125.14

+ presence of helminth eggs (uncountable); * these parameters corresponds to the average of the cycles when stability was evaluated, considering only the wastewater without treatment (influent) and that of the wetland (effluent).

Figure 3 shows a visual comparison between the raw municipal wastewater and the effluents of each stage of the sequential treatment system. It can be visually observed that color, solids, and turbidity diminish greatly.



Figure 3. Visual comparison between the untreated wastewater (left), wastewater after treatment by biofilters (center), and wastewater after treatment by constructed wetland (right).

4. Conclusions

The material used as support to develop the biofilters (polyurethane foam coated with polypyrrole-co-polyaniline) and the whole system is a low-cost and highly efficient alternative to treat municipal or domestic wastewater that is similar in composition to municipal wastewater. *Canna indica* is a plant that, besides having beautiful flowers,

has great potential to remove pathogens, as demonstrated in this research, while biofilters proved to be more efficient in removing COD, BOD₅, and TS. The sequential system also showed stability throughout the different phases of work. Future research will focus on reducing the HRT to 9.9 days, where the highest removal efficiencies were detected, which could be achieved by increasing the amount of support added to increase microbial density in each biofilter. In addition, the type of constructed wetland, in this case, a horizontal flow, can be replaced by one of vertical flow; another factor, such as the plant density in the constructed wetland, can also be increased, and the addition of other species with the potential for phytoremediation can also be assessed.

5. Acknowledgments

The authors are thankful to the Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro for research funding.

6. References

1. Chaudhary, D., Vigneswaran, S., Ngo, H.H.; Wang-Geun, S. and Hee, M. (2003). Biofilter in water and wastewater treatment. *Korean Journal of Chemical*

- Engineering*, 20 (6): 1054-1065. <https://doi.org/10.1007/BF02706936>
2. Zhang, X., Zhou, X., Xie, Y., Rong, X., Liu, Z., Xiao, X., Liang, Z., Jiang, S., Wei, J., and Wu, Z. (2019). A sustainable bio-carrier medium for wastewater treatment: Modified basalt fiber. *Journal of Cleaner Production*, 225: 472-480. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.03.333>
 3. Al-Amshawee, S., Yunus, M. Y. B. M., Lynam, J. G., Lee, W. H., Dai, F., and Dakhil, I. H. (2021). Roughness and wettability of biofilm carriers: a systematic review. *Environmental Technology & Innovation*, 21: 101233. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.101233>
 4. Al-Amshawee, S., Yunus, M. Y. B. M., Vo, D. V. N., and Tran, N. H. (2020). Biocarriers for biofilm immobilization in wastewater treatments: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 18, 1925-1945. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01049-y>
 5. Sousa, M., Azeredo, J., Feijo, J., and Oliveira, R. (1997). Polymeric supports for the adhesion of a consortium of autotrophic nitrifying bacteria. *Biotechnology Techniques*, 11(10): 751-754. <https://doi.org/10.1023/A:1018400619440>
 6. Naz, I., Hodgson, D., Smith, A., Marchesi, J., Sehar, S., Ahmed, S., Lynch, J., Avignone-Rossa, C., and Saroj, D. P. (2018). Investigation of the active biofilm communities on polypropylene filter media in a fixed biofilm reactor for wastewater treatment. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 93(11): 3264-3275. <https://doi.org/10.1002/jctb.5686>
 7. Portune, K. J., Pérez, M. C., Álvarez-Hornos, J., and Gabaldón, C. (2020). Contribution of bacterial biodiversity on the operational performance of a styrene biotrickling filter. *Chemosphere*, 247, 125800. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.125800>
 8. Dacewicz, E., & Grzybowska-Pietras, J. (2021). Polyurethane foams for domestic sewage treatment. *Materials*, 14(4), 933. <https://doi.org/10.3390/ma14040933>
 9. Feng, R., Zhao, G., Yang, Y., Xu, M., Huang, S., Sun, G., and Li, J. (2019). Enhanced biological removal of intermittent VOCs and deciphering the roles of sodium alginate and polyvinyl alcohol in biofilm formation. *PLoS one*, 14(5): e0217401. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0217401>
 10. Gao, F., Zhou, X., Ma, Y., Zhang, X., Rong, X., Xiao, X., Wu, Z., and Wei, J. (2021). Calcium modified basalt fiber bio-carrier for wastewater treatment: Investigation on bacterial community and nitrogen removal enhancement of bio-nest. *Bioresour. Technol.*, 335: 125259. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125259>
 11. Rastegar, N., Ershad-Langroudi, A., Parsimehr, H., & Moradi, G. (2022). Sound-absorbing porous materials: a review on polyurethane-based foams. *Iranian Polymer Journal*, 1-23. <https://doi.org/10.1007/s13726-021-01006-8>
 12. Sandip, M., and Kalyanraman, V. (2019). Enhanced simultaneous nitrification-denitrification in aerobic moving bed biofilm reactor containing polyurethane foam-based carrier media. *Water Science and Technology*, 79(3): 510-517. <https://doi.org/10.2166/wst.2019.077>
 13. Pi, S., Sun, J., Feng, L., and Zhou, J. (2020). Performance and microbial diversity of denitrifying biofilms on polyurethane foam coupled with various solid carbon sources for nitrate-rich water purification. *International Microbiology*,

- 23(3): 405-413.
<https://doi.org/10.1007/s10123-019-00114-z>
14. Campbell, F. C. (2010). Introduction to composite materials. *Structural Composite Materials*, 1: 1-29.
<https://doi.org/10.31399/asm.tb.scm.t52870001>
 15. Sundeep, M., Limbadri, K., Manikandan, N., Savio, A. P., and Joseph, J. (2023). Study of mechanical properties of pineapple leaf fiber and E-glass fiber reinforced hybrid epoxy matrix composite materials. *Materials Today: Proceedings*.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.06.319>
 16. Zhou, L., Li, G., An, T. and Li, Y. (2010). Synthesis and characterization of novel magnetic Fe₃O₄/polyurethane foam composite applied to the carrier of immobilized microorganisms for wastewater treatment. *Research on Chemical Intermediates*, 36(3): 277-288.
<https://doi.org/10.1007/s11164-010-0134-5>
 17. Chu, L., Wang, J., Quan, F., Xing, X. H., Tang, L., and Zhang, C. (2014). Modification of polyurethane foam carriers and application in a moving bed biofilm reactor. *Process Biochemistry*, 49(11): 1979-1982.
<https://doi.org/10.1016/j.procbio.2014.07.018>
 18. Wang, L., Peng, J., Wang, B., and Yang, L. (2006). Design and operation of an eco-system for municipal wastewater treatment and utilization. *Water Science and Technology*, 54(11-12), 429-436.
<https://doi.org/10.2166/wst.2006.923>
 19. Desta, A. F., Assefa, F., Leta, S., Stomeo, F., Wamalwa, M., Njahira, M., and Appolinaire, D. (2015). Microbial community structure and diversity in an integrated system of anaerobic-aerobic reactors and a constructed wetland for the treatment of tannery wastewater in Modjo, Ethiopia. *PloS one*, 10(5): e0128053.
<https://doi.org/10.1371/journal.pone.0128053>
 20. Muñoz-Nava, H., and Baumann, J. (2017). Eliminación de bacterias coliformes mediante un sistema de lodos activados y humedales construidos. *Ecosistemas y Recursos Agropecuarios*, 4 (11): 287-297.
<https://doi.org/10.19136/era.a4n11.913>
 21. Herrera-López, D., Mejia-Gonzalez, G., Cuevas-González, R., Arévalo-Velázquez, M. A., and Guillen-Navarro, G. K. (2021). Sistema acoplado reactor anaerobio con deflectores-humedal artificial como alternativa para reúso de agua residual en riego de áreas verdes. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 37: 249-257.
<https://doi.org/10.20937/RICA.53643>
 22. Biswal, B. K., and Balasubramanian, R. (2022). Constructed wetlands for reclamation and reuse of wastewater and urban stormwater: A review. *Frontiers in Environmental Science*, 10, 201.
<https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.836289>
 23. Selvaraj, D., and Velvizhi, G. (2021). Sustainable ecological engineering systems for the treatment of domestic wastewater using emerging, floating and submerged macrophytes. *Journal of Environmental Management*, 286: 112253.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.112253>
 24. Sandoval, L., Zamora-Castro, S. A., Vidal-Álvarez, M., and Marín-Muñiz, J. L. (2019). Role of wetland plants and use of ornamental flowering plants in constructed wetlands for wastewater treatment: A review. *Applied Sciences*, 9(4): 685.
<https://doi.org/10.3390/app9040685>
 25. Chang, J. J., Wu, S. Q., Dai, Y. R., Liang, W., and Wu, Z. B. (2012). Treatment

- performance of integrated vertical-flow constructed wetland plots for domestic wastewater. *Ecological Engineering*, 44: 152-159.
<https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2012.03.019>
26. Sharma, G., and Brighu, U. (2014). Performance analysis of vertical up-flow constructed wetlands for secondary treated effluent. *APCBEE Procedia*, 10: 110-114.
<https://doi.org/10.1016/j.apcbee.2014.10.026>
27. Rahmadyanti, E., and Audina, O. (2020). The performance of hybrid constructed wetland system for treating the batik wastewater. *Journal of Ecological Engineering*, 21(3): 94-103.
<https://doi.org/10.12911/22998993/118292>
28. Mittal, Y., Srivastava, P., Pandey, S., and Yadav, A. K. (2023). Development of nature-based sustainable passive technologies for treating and disinfecting municipal wastewater: Experiences from constructed wetlands and slow sand filter. *Science of The Total Environment*, 900, 165320.
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.165320>
29. Somprasert, S., Mungkung, S., Kreetachat, N., Imman, S., and Homklin, S. (2021). Implementation of an integrated floating wetland and biofilter for water treatment in Nile tilapia Aquaculture. *Journal of Ecological Engineering*, 22(8):146-152.
<https://doi.org/10.12911/22998993/140267>
30. Ennabili, A., and Radoux, M. (2021). Nitrogen and phosphorus uptake and biomass production in four riparian plants grown in subsurface flow constructed wetlands for urban wastewater treatment. *Journal of Environmental Management*, 280, 111806.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111806>
31. Antonio-Carmona, I. D., Martínez-Amador, S. Y., Martínez-Gutiérrez, H., Ovando-Medina, V. M., and González-Ortega, O. (2015). Semiconducting polyurethane/polypyrrole/polyaniline for microorganism immobilization and wastewater treatment in anaerobic/aerobic sequential packed bed reactors. *Journal of Applied Polymer Science*, 132 (28): 42242-10.
<https://doi.org/10.1002/app.42242>
32. Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas método de prueba.
33. Norma Mexicana NMX-AA-012-SCFI-2001. Determinación de oxígeno disuelto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas método de prueba.
34. Norma Mexicana NMX-AA-028-SCFI-2001. Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno en aguas naturales, residuales (DBO₅) y residuales tratadas método de prueba.
35. Norma Mexicana NMX-AA-042-2015. Enumeración de organismos coliformes totales, organismos coliformes fecales (termotolerantes) y *Escherichia coli* – método del número más probable en tubos múltiples.
36. Ayres, R. M. and Mara, D. D. (1996). Analysis of Wastewater for Use in Agriculture - A Laboratory Manual of Parasitological and Bacteriological Techniques. *World Health Organization Geneva*.
https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/41832/9241544848_eng.pdf
37. Norma Mexicana NMX-AA-030/2-SCFI-2011. Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Método de prueba parte 2 determinación del índice de la demanda química de

- oxígeno-método de tubo sellado a pequeña escala.
38. Espinoza, K., Fernandez, C., Perez, J., Benalcazar, D., Romero, D., and Lapo, B. (2019). Support materials of fixed biofilm based on solid plastic wastes for domestic wastewater treatment. *Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería, Universidad del Zulia*, 42(2), 67-75. <https://doi.org/10.22209/rt.v42n2a03>
 39. Jing, Z., He, R., Hu, Y., Niu, Q., Cao, S., and Li, Y.Y. (2015). Práctica de sistema integrado de biofiltro y humedal construido en tratamiento de aguas superficiales altamente contaminadas. *Ingeniería Ecológica*, 75: 462-469. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2014.12.015>
 40. Rahmadyanti, E., Wiyono, A., and Firmansyah, G. A. (2020). Integrated system of biofilter and constructed wetland for sustainable batik industry. *GEOMATE Journal*, 18(70): 138-148. <https://doi.org/10.21660/2020.70.61681>
 41. Wu, S., Carvalho, P. N., Müller, J. A., Manoj, V. R., and Dong, R. (2016). Sanitation in constructed wetlands: a review on the removal of human pathogens and fecal indicators. *Science of The Total Environment*, 541: 8-22. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.09.047>
 42. Amiri, K., Hartani, T., and Zeddouri, A. (2019). The assessment of an integrated bio-filter systems for the wastewaters treatment in arid regions (Touggourt, Algeria). *Management of Environmental Quality*, 30 (4): 890-908. <https://doi.org/10.1108/MEQ-05-2018-0095>
 43. Kroiss, H., Schweighofer, P., Frey, W., and Matsche, N. (1992). Nitrification inhibition-a source identification method for combined municipal and/or industrial wastewater treatment plants. *Water Science and Technology*, 26(5-6): 1135-1146. <https://doi.org/10.2166/wst.1992.0555>
 44. LaPara, T. M., and Alleman, J. E. (1999). Thermophilic aerobic biological wastewater treatment. *Water Research*, 33(4): 895-908. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(98\)00282-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(98)00282-6)
 45. Ling, T. Y., Apun, K., and Zainuddin, S. R. (2009). Performance of a pilot-scale biofilters and constructed wetland with ornamental plants in greywater treatment. *World Applied Sciences Journal*, 6(11): 1555-1562.
 46. Fuentes, N., and Viscaino, L. Y. (2018). Integrated system biodigester biofilter a sustainable option for the environmental management of wastewater from small communities. *Contemporary Engineering Sciences*, 11(87): 4329-4337. <https://doi.org/10.12988/ces.2018.88446>
 47. Khuntia, H. K., Sushmitha, M. B., Hameed, S., Janardhana, N., Karthik, M. G., Madhuri, K. S., and Chanakya, H. N. (2021). Bench scale demonstration of greywater treatment in a 3-stage sequential process comprising anaerobic, aerobic, and vertical greenery system. *Journal of Water Process Engineering*, 43: 102246. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102246>
 48. Beutel, M. W., and Larson, L. (2015). Pathogen removal from urban pond outflow using rock biofilters. *Ecological Engineering*, 78: 72-78. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2014.05.001>
 49. Jenssen, P. D., Krogstad, T., Paruch, A. M., Mæhlum, T., Adam, K., Arias, C. A., Heistad, A., Jonsson, L., Hellström, D., Brix, H., Yli-Halla, M., Vråle, M., and Valve, M. (2010). Filter bed systems treating domestic wastewater in the Nordic countries—performance and reuse of filter media. *Ecological Engineering*,

- 36(12): 1651-1659.
<https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2010.07.004>
50. Norma Oficial Mexicana NOM-003-SEMARNAT-1997, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público.
51. Inamori, Y., Sudo, R., and Goda, T. (1986). Domestic sewage treatment using an anaerobic biofilter with anaerobic biofilter. *Water Science and Technology*, 18(7-8): 209-216.
<https://doi.org/10.2166/wst.1986.0292>
52. Viguera-Cortés, J. M., Villanueva-Fierro, I., Garzón-Zúñiga, M. A., Nívar-Cháidez, J. J., Chaires-Hernández, I., and Hernández-Rodríguez, C. (2013). Performance of a biofilter system with agave fiber filter media for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology*, 68(3): 599-607.
<https://doi.org/10.2166/wst.2013.285>
53. Kataki, S., Chatterjee, S., Vairale, M. G., Sharma, S., Dwivedi, S. K., and Gupta, D. K. (2021). Constructed wetland, an eco-technology for wastewater treatment: A review on various aspects of microbial fuel cell integration, low temperature strategies and life cycle impact of the technology. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 148: 111261.
<https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111261>
54. Khouja, I., Sullivansealey, K., M'hiri, F., Ouzari, H. I., and Saidi, N. (2020). Spatial-temporal variation of treatment performance and bacterial community diversity in a hybrid constructed wetland. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 17(6): 3217-3230. <https://doi.org/10.1007/s13762-020-02648-6>



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Funcionalización por impregnación de fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw con ácidos clorogénicos del café verde

Functionalization by impregnation of *Agave angustifolia* Haw bagasse fibers with green coffee chlorogenic acids

Roldán-Herrera, D.C.^a, Camacho-Díaz, B.H.^a, Buitrago-Arias, C.^a, Campos-Mendiola, R.^a, Alamilla-Beltrán, L.^b Arenas-Ocampo, M.L.^{a*}

^a Centro de Desarrollo de Productos Bióticos, Instituto Politécnico Nacional, carretera Yautepec-Jojutla, Km. 6, Calle CEPROBI No. 8, Colonia San Isidro, Yautepec C.P. 62731, México.

^b Escuela Nacional de Ciencias Biológicas, Instituto Politécnico Nacional, Av. Luis Enrique Erro S/N, Unidad Profesional Adolfo López Mateos, Zacatenco, Alcaldía Gustavo A. Madero, C.P. 07738, Ciudad de México.
droidanh2100@alumno.ipn.mx; bcamacho@ipn.mx; cbuitragoa1500@alumno.ipn.mx; rcmediola@ipn.mx;
lalamilla@ipn.mx; mlarenas@ipn.mx*

Innovación tecnológica: En los últimos años la combinación de materiales lignocelulósicos con compuestos antioxidantes ha ido incrementando en la industria alimentaria y farmacéutica, esta combinación tiene como fin ayudar con problemas de salud y nutrición.

Área de aplicación industrial: Agroindustria, nutraceutico, antioxidante.

Recibido: 13 julio 2023

Aceptado: 20 noviembre 2023

Abstract

The pollution caused by the excess of agro-industrial waste is a global issue. This is the case in the agave processing industry, which generates around 40% of waste in the form of bagasse, which is used for various purposes. In recent years, the combination of lignocellulosic materials with antioxidant compounds has been increasing in the food and pharmaceutical industry. Green coffee is an important source of antioxidant and anti-inflammatory compounds such as chlorogenic acid. Therefore, the objective of this work was to functionalize *Agave angustifolia* Haw bagasse fibers with a green coffee extract rich in chlorogenic acids through an impregnation process. For this purpose, two types of agave bagasse from fructan production (FBAF) and mezcal production (FBAM) were characterized. Impregnation functionalization of FBAF and FBAM with the green coffee extract (ECV) was standardized by setting the temperature, contact time, solvent, and

chlorogenic acid concentration in the extract. The main results showed that the impregnated bagasse fibers (FBAFI and FBAMI), despite containing residual phenols, were functionalized with ECV since they significantly increased their antioxidant activity, evaluated both by DPPH (1,1-diphenyl-2-picryl-hydrazyl) and ABTS (2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid); regarding the impregnation process, was optimized at 60 °C, for 6 h, 5 mg of chlorogenic acid using a hydroalcoholic solution in a proportion of 70% water and 30% ethanol; the final content of chlorogenic acids under optimal impregnation conditions was 650.6 µg/g and 425.8 µg/g for FBAFI and FBAMI, respectively. In conclusion, the functionalization of agave bagasse fibers with this hydroalcoholic extract of green coffee significantly increased the antioxidant activity of the fibers, due to the formation of irreversible bonds between chlorogenic acid and bagasse cellulose. Thus, favoring the conservation of the antioxidant in gastrointestinal conditions and therefore its use as functional dietary fiber.

Keywords: agro-industrial waste, antioxidants, phenols, plant fibers, bioaccessible.

Resumen

La contaminación generada por el exceso de residuos agroindustriales es una problemática mundial. Tal es el caso de la industria de transformación del agave que genera alrededor del 40% de residuos en forma de bagazo, aprovechado para diversos usos. En los últimos años la combinación de materiales lignocelulósicos con compuestos antioxidantes ha incrementado en la industria alimentaria y farmacéutica. El café verde es fuente importante de compuestos antioxidantes y antiinflamatorios como el ácido clorogénico. Por lo que el objetivo de este trabajo fue funcionalizar fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw con extracto de café verde rico en ácidos clorogénicos por un proceso de impregnación. Para ello, se caracterizaron dos tipos de bagazo de agave provenientes de la obtención de fructanos (FBAF) y de la producción de mezcal (FBAM). La funcionalización por impregnación de FBAF y FBAM con el extracto de café verde (ECV) se estandarizó ajustando temperatura, tiempo de contacto, disolvente y concentración de ácido clorogénico en el extracto. Los principales resultados mostraron que las fibras de bagazo impregnadas (FBAFI y FBAMI) a pesar de contener fenoles residuales, fueron funcionalizadas con el ECV ya que incrementaron significativamente ($p \leq 0.05$) su actividad antioxidante, evaluada tanto por DPPH (1,1-difenil-2-picril-hidrazilo) como por ABTS (ácido 2,2-azino-bis-3-etilbenzotiazolin-6-sulfónico); en cuanto al proceso de impregnación fue optimizado a 60 °C, durante 6 h, 5 mg de ácido clorogénico utilizando una solución hidroalcohólica en una proporción de 70% agua y 30% etanol; el contenido final de ácidos clorogénicos en condiciones óptimas de impregnación fue de 650.6 µg/g y 425.8 µg/g para FBAFI y FBAMI, respectivamente. En conclusión, la funcionalización de fibras de bagazo de agave con este extracto hidroalcohólico de café verde incrementó significativamente la actividad antioxidante de las fibras, debido a la formación de enlaces irreversibles entre el ácido clorogénico y la celulosa del bagazo. Favoreciendo así la preservación del antioxidante bajo condiciones gastrointestinales y por lo tanto su uso como fibra funcional dietaria.

Palabras clave: residuos agroindustriales, antioxidantes, fenoles, fibras vegetales, bioaccessible.

1. Introducción

En la última década la generación de residuos agroindustriales se ha convertido en una problemática mundial debido a la alta contaminación medioambiental que se genera a causa de algunos procesos industriales [1]. La industria del agave produce una considerable cantidad de residuos en forma de bagazo, que se estima en aproximadamente 360,000 toneladas al año en peso seco [2, 3]. Las características del bagazo residual puede variar según el proceso de elaboración, pudiendo obtenerse en estado crudo o cocido [4]. La composición principal del bagazo incluye celulosa, lignina y hemicelulosa [5, 6]. El bagazo es el componente estructural del tallo del agave y está considerando dentro de las fibras vegetales. La fibra de bagazo de agave se caracteriza por su excelente calidad, destacándose por su resistencia y durabilidad excepcional [7].

En los últimos años, la combinación de materiales lignocelulósicos como las fibras vegetales con compuestos antioxidantes ha incrementado en la industria alimentaria y farmacéutica [8], los compuestos con actividad antioxidante desempeñan una función crucial en el cuerpo al protegerlo contra el daño oxidativo causado por las especies reactivas de oxígeno (ROS, por sus siglas en inglés) [9], sin embargo, la efectividad de los antioxidantes en la prevención de enfermedades depende de preservar su biodisponibilidad. Esto representa un desafío, ya que después de ser ingeridos por vía oral, solo pequeñas proporciones de estas sustancias permanecen disponibles. Esto se debe a factores como el tiempo que pasan en el estómago, su habilidad para ser absorbidos en el intestino, su solubilidad y su reacción a las condiciones de pH, así como la presencia de enzimas y otros nutrientes [10]. Una fuente importante de antioxidantes es el café verde (granos sin

tostar). El café verde es rico en compuestos que exhiben actividad antioxidante como los ácidos clorogénicos [11].

El estudio de la estabilidad de compuestos bioactivos desde la dieta hasta la digestión gastrointestinal es un punto clave para evaluar sus efectos potenciales sobre la salud humana ya que la digestión gastrointestinal podría modificar la estructura química de compuestos bioactivos que afectan sus posibles efectos benéficos [12]. Es por esto que se busca la combinación de materiales lignocelulósicos con compuestos antioxidantes, ya que, las fibras de bagazo actúan como un medio físico que ayuda a transportar el ácido clorogénico a través del tracto gastrointestinal. La fibra de bagazo al ser insoluble no es digerida por el cuerpo humano, por lo que protege a los ácidos clorogénicos del café verde de la degradación enzimática en el estómago y el intestino delgado, permitiendo así mayor estabilidad, disponibilidad y liberación controlada manteniendo sus propiedades funcionales durante el proceso digestivo[12].

Para lograr la incorporación de compuestos antioxidantes en fibras vegetales existen técnicas como la funcionalización, proceso en el cual se modifican las propiedades de las fibras para mejorar su funcionalidad o adaptarlas a aplicaciones específicas; esto se logra mediante la introducción de nuevos grupos químicos, enlaces covalentes, o la adsorción de moléculas bioactivas en la superficie de las fibras. La funcionalización de fibras puede tener varios objetivos, como mejorar la resistencia, la hidrofobicidad o hidrofiliidad, la capacidad de adsorción, la actividad antimicrobiana, o la capacidad de liberación controlada de sustancias bioactivas. La funcionalización de fibras es un área de investigación activa en la ciencia de materiales y tiene aplicaciones en campos como la industria textil, medicina, biotecnología e ingeniería de tejidos [13].

Existen diversas técnicas utilizadas para funcionalizar fibras vegetales (Tabla 1), una de las más comunes es la impregnación, esta técnica implica la saturación de las fibras con soluciones químicas que contienen

compuestos funcionales permitiendo que se impregnen en la matriz de la fibra, lo que resulta en la modificación de sus propiedades [14].

Tabla 1. Funcionalización de fibras vegetales con antioxidantes

Autor(es)	Técnica de funcionalización	Soporte	Antioxidante	Resultados relevantes	Uso de la fibra funcionalizada
[15]	Modificación química e impregnación por inmersión	fibra de algodón	Ácido gálico y polilisina	La fibra de algodón posterior a la impregnación presentó propiedades antioxidantes y antibacterianas	Apósito dérmico, textil, farmacológico
[16]	Impregnación con disolventes supercríticos (SSI)	Fibras naturales de yute	Antioxidantes de uva roja	Se impregno el yute con antioxidantes extraídos de la uva roja y las mejores condiciones de impregnación fueron de 50 Mpa y 55 °C	Empaque de alimentos
[17]	Impregnación con disolventes supercríticos (SSI)	Tejido de algodón	Antioxidantes de mango	El tejido de algodón se impregnó con antioxidantes de mango y la mejor condición fue la aplicación de 300 bar y 45 °C	Conservación de alimentos, el cuidado de la piel o la cicatrización de heridas
[18]	Modificación química	Fibras de agave	Grafeno y dióxido de titanio	Mediante SEM se observó que las fibras de agave se funcionalizaron con las microplacas de grafeno y dióxido de titanio lo que le brinda propiedades fotocatalizadoras	Compuesto fotocatalítico
[19]	Modificación química	Fibra dietética de fresa	Antioxidantes de aceitunas	El uso de esta nueva fibra dietética soluble enriquecida con antioxidantes como ingrediente alimenticio funcional podría promover la salud intestinal	Fibra dietaria, alimento funcional

La revalorización de fibras naturales mediante su funcionalización con extractos vegetales (con actividad biológica) ofrece la posibilidad de combinar las propiedades de los fitoextractos (antioxidante, antimicrobianas, antiinflamatoria, entre otras) con las ventajas de las fibras naturales, como material de soporte, estabilizante, refuerzo o protección. Debido a esto, Berni, et al., 2019, mencionan que es necesario generar más estudios de investigación que busquen mejorar o hacer más eficiente y efectiva la funcionalización de fibras naturales para su aplicación en diversas industrias como la

textil, farmacéutica y alimentaria mediante métodos no solo innovadores, sino económicos y sustentables [20].

La fermentación de los compuestos fenólicos en el colon humano desempeña un papel significativo en la salud intestinal. Los polifenoles no son biodisponibles en el intestino delgado humano, lo que significa que no se absorben de manera significativa en esta parte del sistema digestivo y, por lo tanto, no están fácilmente disponibles para ser utilizados en el organismo; en el caso de los ácidos clorogénicos, su estructura química y

las condiciones del intestino delgado dificultan su absorción eficiente [12, 19]. La fibra actúa como una matriz que atrapa y acarrea a los compuestos con actividad antioxidante evitando su liberación a través del tracto intestinal [21, 22]. Dado que estos compuestos insolubles permanecen en el tracto gastrointestinal durante períodos prolongados, teniendo la capacidad de estabilizar los radicales solubles como lo son los producidos por los iones hierro y cobre provenientes de la dieta, que no son capaces de ser absorbidos en el intestino delgado [19, 23]. Por lo tanto, el objetivo de este trabajo fue funcionalizar fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw con un extracto hidroalcohólico de café verde rico en ácidos clorogénicos.

2. Materiales y equipos

Se trabajó con los siguientes materiales vegetales: fibra de bagazo de agave (*Agave angustifolia* Haw) de dos procesos productivos, una parte obtenida del proceso de extracción de fructanos (FBAF) por lixiviación mediante un proceso controlado (patente No. Mx/a/2015/016512) y otra parte se obtuvo en una productora de mezcal (FBAM) ubicado en San José Vista Hermosa en el municipio de Puente de Ixtla, Morelos (México); así como granos de café verde (*Coffea arabica* L.) provenientes de un cultivo ubicado en el estado de Morelos.

3. Métodos Experimentales

3.1. Fibra de bagazo de agave

Los residuos de fibra de bagazo de agave obtenidos de la extracción de fructanos y de la industria mezcalera, se deshidrataron en un secador de bandeja (I06040199274-1-1993, México) a 60 °C hasta llegar a un contenido de humedad del 5%. Se redujo el tamaño de partícula de las fibras de bagazo en un molino de granos (Pulvex, México) y posteriormente se tamizaron en malla no. 30 (80 µm) [24, 25].

3.1.1. Análisis del contenido de lignina y celulosa por tinción diferencial utilizando microscopía confocal de barrido láser

Para la caracterización de la distribución de lignina y celulosa en las fibras, se llevó a cabo un análisis utilizando un microscopio confocal de barrido láser (modelo LSM800, Zeiss, Alemania). Las muestras fueron observadas utilizando objetivos apocromáticos de 20X y 40X, con una apertura numérica de 0.8 y 1.3 respectivamente.

El bagazo fue contrastado con el fluorocromo calcoflúor White con la finalidad de que la celulosa florezca de color azul a un espectro de emisión de 400 nm a 495 nm, la lignina se observó gracias a su autofluorescencia identificable de color verde a una longitud de onda de 495 nm a 700 nm. Finalmente, se llevó a cabo el análisis de imagen empleando el software Image J. En este proceso, se separaron los canales de la imagen RGB en los canales verde y azul y se procedió a la cuantificación del porcentaje de luminosidad de cada uno de ellos utilizando la herramienta medida de color del mismo software [26].

3.1.2. Determinación de celulosa

La cuantificación de celulosa se realizó por el método planteado por Kurschner y Hoffer [25, 27]. En este método, se tomaron 0.5 g de muestra y se les aplicó un tratamiento inicial empleando una solución de etanol y ácido nítrico en una proporción de 4:1. Luego, estas muestras se sometieron a un proceso de reflujo en un sistema de baño maría durante una hora. Transcurrido este tiempo, se añadieron otros 20 mL de la solución de etanol y ácido nítrico, repitiendo el proceso de calentamiento en baño maría con reflujo durante otra hora. Las muestras resultantes fueron lavadas con agua destilada caliente durante una hora, seguidas de un lavado adicional con una solución saturada de acetato de sodio y otro lavado con agua

destilada caliente. Finalmente, el material se secó en una estufa (modelo Imperial V, Lab-line, USA) a 90 °C durante 24 horas antes de proceder a su pesaje [27]. El contenido de celulosa fue calculado con la Ec. (1).

$$\begin{aligned} & \% \text{ Celulosa} \\ & = \frac{\text{Masa final (g)}}{\text{Masa inicial de la muestra seca (g)}} \\ & * 100 \end{aligned} \quad (\text{Ec. 1})$$

3.1.3. Determinación lignina

La cuantificación de lignina se realizó empleando el método planteado por Klason (1922). Para ello, se tomaron 50 mg de muestra y se aplicó un tratamiento inicial, adicionando 5 mL de ácido sulfúrico al 72 % a temperatura ambiente. Luego, la muestra fue calentada a 50 °C con agitación continua durante 2 horas. Después de este paso, se añadieron 85 mL de agua destilada y se sometió la muestra a una hidrólisis completa en una autoclave a 120 °C y 15 psi durante 1 hora. Posteriormente, la muestra fue filtrada y lavada hasta alcanzar un pH neutro. La muestra resultante se secó a 60 °C durante 12 horas en una estufa (modelo Imperial V, Lab-line, USA) y finalmente se procedió a su pesaje [29]. El contenido de lignina fue calculado con la Ec. (2).

$$\begin{aligned} & \% \text{ Lignina} \\ & = \frac{\text{Masa final (g)}}{\text{Masa inicial de la muestra seca (g)}} \\ & * 100 \end{aligned} \quad (\text{Ec. 2})$$

3.1.4. Análisis morfoestructural por microscopia electrónica de barrido ambiental

Se analizó a partir de imágenes obtenidas por medio de un microscopio electrónico de barrido ambiental (Zeiss modelo EVO | LS 10, Alemania). Para evitar que las muestras sufrieran daño por deshidratación en

condiciones de alto vacío se optó por trabajar con una presión variable incluyendo agua desionizada en la atmósfera a una presión de 90 Pa, condiciones de presión variable, un voltaje de aceleración de 20 y 30 kV y mediante el uso de un detector de electrones retrodispersos (BDS). Por último, el análisis de las imágenes se realizó utilizando el software Image J.

3.1.5. Identificación de grupos funcionales de las fibras de bagazo residual FT – IR

La identificación de grupos funcionales de las fibras de bagazo de agave se evaluó por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT - IR). Se utilizó un espectrofotómetro (IRAffinity-1, SHIMADZU, Japón), con cristal de seleniuro de zinc permitiendo el análisis de muestras en el infrarrojo medio (MIR). Para cada espectro se registró una media de 60 escaneos con una resolución de 8 cm⁻¹ en el intervalo de números de onda de 400 - 4000 cm⁻¹. Todas las determinaciones se realizaron por triplicado.

3.2. Obtención del extracto de fibra de bagazo de agave

Los biocompuestos presentes en la fibra se extrajeron mediante sonicación, para esto se utilizó la metodología descrita por Ibarra-Cantún et al., [30]. Se preparó una dispersión de fibra de bagazo y agua destilada (5 g/100 mL), la extracción se realizó en un sonicador (Branson CPX – 952 -519 R, Inglaterra) durante 1 h a una temperatura de 40 °C y una potencia de 550W, posteriormente se filtró con papel filtro Whatman no. 2. El extracto acuoso se utilizó en las pruebas de evaluación de compuestos fenólicos y actividad antioxidante.

3.2.1. Evaluación de la compuestos fenólicos y actividad antioxidante de los extractos de fibras de bagazo de agave

a. Cuantificación de fenoles

La cuantificación de fenoles totales se realizó utilizando el método espectrofotométrico de Folin – Ciocalteu. Se preparó una disolución de carbonato de sodio al 20% pesando 5 g de este en un matraz aforado a 25 mL con agua destilada y después se llevó al ultrasonido por 20 min a una frecuencia de 37 KHz y una potencia de 100, con el fin de homogenizar la disolución. Por otra parte, se preparó el reactivo Folin - Ciocalteu, con base a una relación de 1:2 con agua destilada en un frasco ámbar y se llevó a refrigeración para evitar la degradación [31].

b. Evaluación de la actividad antioxidante por ABTS

Se realizó con base en la metodología de Rufino et al., [32] y García-Solís et al., [33]; para esto se tomaron 50 μ L del extracto y se mezclaron con 1450 μ L de ácido 2,2-azino-bis-3-etilbenzotiazolin-6-sulfónico (ABTS \bullet +), la mezcla se mantuvo en oscuridad para favorecer la reacción, después de 30 min se midió la absorbancia a una longitud de onda de 732 nm en un espectrofotómetro (Genesys, 10UV-VIS Scanning, 335909, Thermospectronic, USA), usando etanol como blanco de referencia. Se calculó el porcentaje de actividad antioxidante con la Ec. (3).

$$\% \text{ Actividad de ABTS} = \frac{A_{\text{control}} - A_{\text{muestra}}}{A_{\text{control}}} * 100\% \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde:

A_{muestra} : Absorbancia de la muestra.

A_{control} : Absorbancia de una mezcla que contiene 50 mL de etanol en lugar de la muestra.

Se generó una curva de calibración utilizando Trolox (ácido 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcromano-2-carboxílico) como estándar, abarcando concentraciones de 0 a 0.5 mg/mL. La relación entre el porcentaje de inhibición y la concentración de Trolox se utilizó para determinar la actividad antioxidante, la cual se expresó en μ mol de Trolox por gramo de muestra.

c. Evaluación de la actividad antioxidante por DPPH

Esta técnica se realizó con el método descrito por Mensor et al., [34] y García-Solís et al., [33]. Se tomaron 500 μ L del extracto y se adicionaron 2000 μ L de DPPH (1,1-difenil-2-picril-hidrazilo), la mezcla se mantuvo en oscuridad para favorecer la reacción, después de 30 min se midió la absorbancia a una longitud de onda de 529 nm en un espectrofotómetro (Genesys, 10UV-VIS Scanning, 335909, Thermospectronic, USA), usando etanol como blanco de referencia. El porcentaje de actividad antioxidante se calculó mediante la Ec. (4).

$$\% \text{ Actividad de DPPH} = \frac{A_{\text{control}} - A_{\text{muestra}}}{A_{\text{control}}} * 100\% \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde:

A_{control} : Absorbancia de una mezcla que contiene 500 mL de etanol en lugar del extracto.

A_{muestra} : Absorbancia del extracto.

Se generó una curva de calibración utilizando Trolox como estándar, abarcando concentraciones de 0 a 0.5 mg/mL. La relación entre el porcentaje de inhibición y la concentración de Trolox se utilizó para determinar la actividad antioxidante, la cual se expresó en μ mol de Trolox por gramo de muestra.

3.3. Obtención de la muestra de café verde

Se trituraron los granos de café verde utilizando un molino de cuchillas (IKA, M 20, China) y luego se tamizaron a través de una malla no. 40, que corresponde a una apertura de 425 μm . Se realizó el desengrasado de la muestra utilizando el método Soxhlet. Para ello, las muestras pulverizadas se colocaron en cartuchos de celulosa y se realizaron lavados con hexano durante 7 h, siguiendo el protocolo establecido por AOAC [35].

3.3.1. Extracción de antioxidantes por sonicación

Se llevó a cabo la extracción de los compuestos antioxidantes de los granos molidos y desengrasados utilizando el método de sonicación, siguiendo la metodología descrita por Castro et al., [31]. Se tomó una muestra de 1 g de los granos molidos y desengrasados (utilizando el método Soxhlet; [35]), se agregaron 5 mL de etanol al 70% cada 20 min, hasta alcanzar una relación disolvente/muestra de 15 mL/g. La extracción se realizó en un sonicador (Branson, CPX – 952 - 519 R, Inglaterra) a una temperatura de 40 °C y una potencia de 550W. Una vez obtenido el extracto, se filtró utilizando papel filtro Whatman no. 2. Posteriormente, se eliminó el disolvente utilizando un rotavapor, posteriormente se llevó hasta sequedad para finalmente reconstituir 1mg/mL de extracto (Bioevopeak, REV-2000, China).

3.3.2. Cuantificación de compuestos antioxidantes

a. Cuantificación de ácidos clorogénicos

La cuantificación se llevó a cabo mediante cromatografía en capa fina de alta resolución (HPTLC), según las indicaciones descritas

por Crețu et al., [36] y García-Solis et al., [33].

Se preparó la solución madre de los ácidos clorogénicos (Sigma Aldrich®) diluyendo 1 mg en 1 mL de metanol grado HPLC. Las soluciones se rociaron en placas de sílice para HPTLC 60 F254, utilizando un equipo automático de TLC y una jeringa de 25 μL (velocidad de aplicación: 150 nL/s). La fase móvil para la elución del extracto fue una mezcla de acetato de etilo, ácido acético, ácido fórmico y agua (10: 1.1: 1.1, 2.3 v / v). La curva de calibración del estándar se obtuvo con el registro del área de los picos, altura de los picos en UA y los espectros de absorción en $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ de extracto, tomando en cuenta seis puntos en el intervalo de 2-10 $\mu\text{L}/\text{banda}$ ($y=4.895 \times 10^{-9} x + 1.623 \times 10^{-2}$, $R^2 = 0.9901$).

3.4. Funcionalización

3.4.1. Optimización de la Impregnación

Las condiciones de impregnación para los dos tipos de fibra (FBAF y FBAM), se obtuvieron de un diseño Taguchi el cual se realizó empleando el software estadístico Minitab 18, con nueve corridas y tres repeticiones cada una. Las variables analizadas fueron: temperatura de impregnación (25, 40 y 60 °C), tiempo de impregnación (1, 6, y 12 h), combinación de los disolventes (%agua/%etanol= 30/70; 100/0; 50/50) y cantidad de ácidos clorogénicos (0.1, 0.2 y 0.5 mg). El diseño experimental arrojó nueve corridas y como variable de respuesta se tuvo el contenido de ácidos clorogénicos impregnados determinado por HPTLC, por triplicado para cada una de las nueve corridas por cada tipo de fibra.

Las fibras de bagazo (FBAF y FBAM) fueron sometidas a lavados con agua destilada con la finalidad de eliminar los azúcares solubles. Se prepararon soluciones utilizando 5 g de cada tipo de fibra y 100 mL del extracto de café

verde, siguiendo las condiciones del diseño experimental (combinación de disolventes y cantidad de ácidos clorogénicos). Las soluciones fueron agitadas a una temperatura y tiempo específico. Posteriormente, se filtraron las soluciones y se cuantificaron los ácidos clorogénicos en la fracción sólida obtenida mediante HPTLC, según las indicaciones descritas por Crețu et al., [36] y Garcia-Solis et al., [33]. Además, se evaluó la actividad antioxidante por las técnicas de ABTS y se realizó la identificación del contenido de ácidos clorogénicos (observados gracias a su autofluorescencia de color azul) utilizando la microscopia confocal de barrido láser (MCBL) y la identificación de grupos químicos y funcionales por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT - IR).

3.5. Análisis estadístico

Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de una vía, con el software estadístico Minitab 18 (Minitab Inc., State College, PA, USA). Las diferencias significativas entre las medias de cada uno de los tipos de fibras de bagazo (FBAF y FBAM) se compararon

mediante la prueba t-Student con un nivel de significancia del 95% ($p < 0.05$).

4. Discusión de Resultados

4.1. Fibra de bagazo de agave

4.1.1. Análisis del contenido de lignina y celulosa por tinción diferencial

En las micrografías (Figura 1) para ambos bagazos residuales mediante un análisis de imagen se obtuvo el porcentaje correspondiente a la mayor intensidad de color por cada canal y por tipo de fibra, teniendo que el mayor porcentaje de intensidad de luminosidad en ambas fibras se presentó en el canal azul (B) (58.60% para la FBAF y 58.88% para la FBAM) el cual correspondió a la presencia de celulosa contrastada con el fluorocromo (calcofluor). Dichos resultados fueron similares a los obtenidos en trabajos previos, Rosas-Hernández et al., [25] reportaron una mayor intensidad de azul correspondiente a la celulosa que del canal verde correspondiente a la lignina en bagazo de *Agave angustifolia* Haw; esto debido al proceso de deslignificación al que fueron sometidas las fibras con organosolv asistida por microondas.

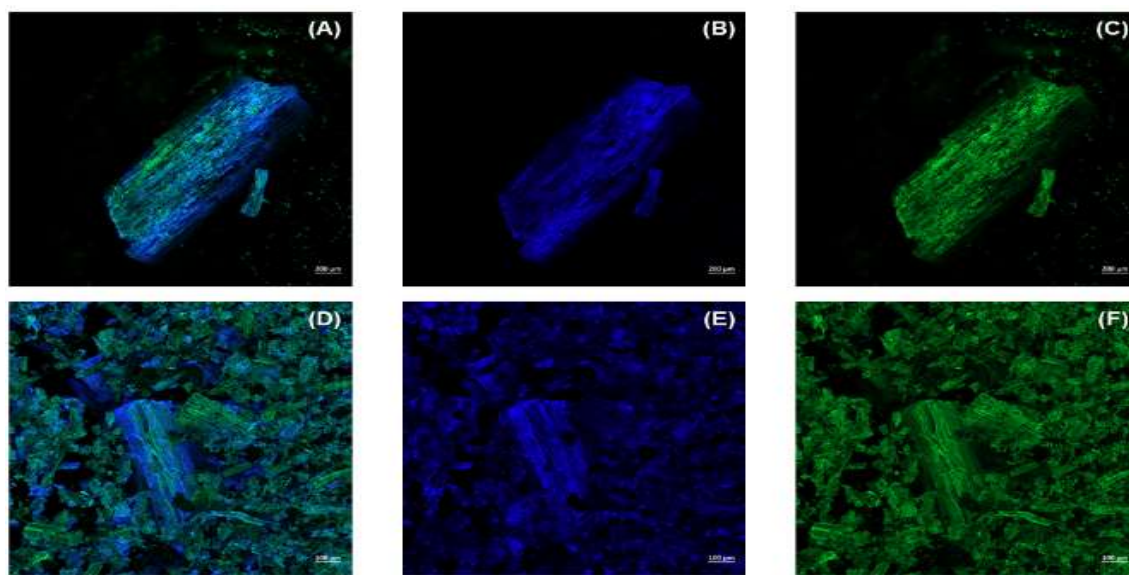


Figura 1. Micrografía confocal de barrido láser de la fibra del proceso de extracción de fructanos (A, B y C) y la fibra del proceso de producción de mezcal (D, E y F).; **A, D)** Ambos canales **B, E)** Canal azul **C, F)** Canal verde.

Mediante la cuantificación del contenido lignocelulósico para la fibra de bagazo de agave del proceso de producción de mezcal con métodos gravimétricos se obtuvieron resultados para celulosa y lignina de $28.35 \pm 0.48\%$ y $15.77 \pm 0.54\%$, respectivamente y para la fibra del proceso de extracción de fructanos se encontraron porcentajes de celulosa y lignina de $26.54 \pm 0.54\%$ y $12.84 \pm 0.29\%$, a diferencia de lo reportado por Ibarra-Cantú et al., 2020 [30] quienes obtuvieron resultados similares pero contenidos más altos de celulosa y lignina en *Agave angustifolia* de 48.04% y 20.69% , respectivamente [37].

El bagazo proveniente de un mismo material cuenta con características y aplicaciones distintas dependiendo del método de transformación del que provenga (cocido, fermentado, deslignificado o simplemente molido) [4]. El método de transformación del que provenga el bagazo será el que defina las características funcionales de ese posible subproducto. Tal es el caso del bagazo residual obtenido de la producción de mezcal el cual es sometido a procesos no controlados como: altas temperaturas, degradación enzimática y tiempos de fermentación prolongados [38].

Gracias a la presencia de compuestos fenólicos provenientes de la degradación de lignina de las fibras de bagazo, este podría exhibir propiedades antioxidantes [39] y un mayor contenido de ligninas representaría una mayor capacidad antioxidante del residuo. Además de que recientemente Bermúdez-Oria et al., 2019 [19] mencionan la importante interacción de los polisacáridos como la celulosa con los polifenoles formando complejos irreversibles entre ellos [26].

4.1.2. Análisis morfoestructural

El análisis de las fibras por microscopia electrónica de barrido ambiental Figura 2, permitió apreciar las micrografías de ambos tipos de fibras, con el fin de identificar las diferencias morfológicas que pudieran existir en los materiales e influyeran en la funcionalización de las mismas para su posterior aplicación.

En la fibra de bagazo obtenido de la extracción de fructanos (Figura 2 D, E y F) se pueden apreciar las fibrillas de celulosa (FC), la visualización de estas fibrillas podría indicar una deslignificación y erosión de hemicelulosa, ya que son los biopolímeros encargados de recubrir y unir la parte celulósica de la fibra. En la fibra derivada del proceso de producción de mezcal (Figura 2 C, D) de igual manera se pueden observar las fibrillas de celulosa, sin embargo, no se encuentran tan expuestas como en el caso anterior.

En la (Figura 2 C y F) se pueden analizar células vegetales del bagazo de agave demostrando que tanto en el bagazo de mezcal (C) como en el bagazo de fructanos (F) se pueden observar células estructuralmente dañadas, presentando roturas en la superficie celular, este daño se debe a la despolimerización del material lignocelulósico ocasionado por las altas temperaturas y la hidrólisis ocasionada en los diferentes procesos de obtención de ambos bagazos.

Las Figuras 2A y D corresponden a fibras de bagazo de agave, desde un punto de vista transversal en las que en ambas micrografías se pueden observar mayormente tejidos vasculares y paquetes celulares que pueden corresponder a tejido de la parénquima, en ambos tipos de extracciones se evidencia pérdida del contenido parenquimatoso debido

a una hidrólisis provocada por las altas temperaturas de los procesos ocasionando que se vean de mejor manera los microtubos que en ambos casos cuentan con una estructura íntegra significando esto que ambos procesos de obtención del bagazo no son muy destructivos con este [25]. La

eliminación del parénquima se debe a que se encuentra conformado por regiones amorfas de polisacáridos termolábiles como hemicelulosas y pectinas y en ambos procesos se somete la piña de agave a altas temperaturas.

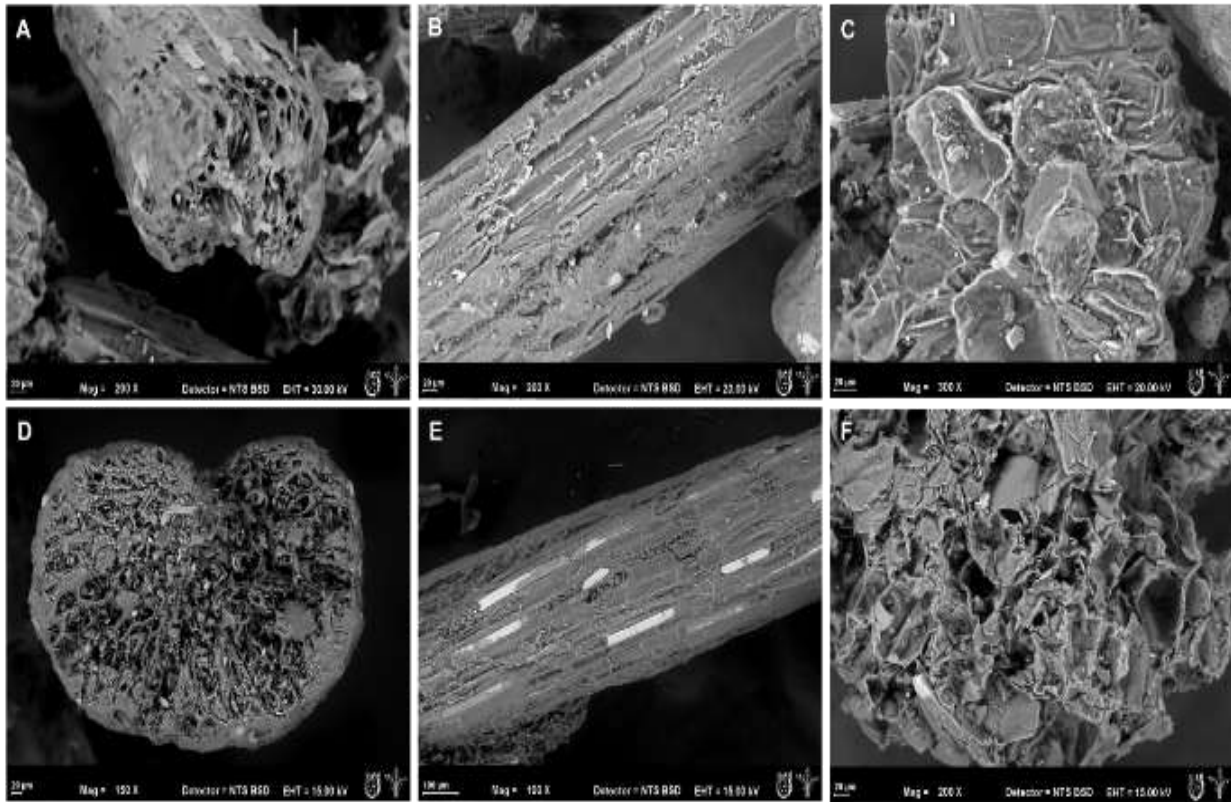


Figura 1. Micrografías de las fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw del proceso de producción de mezcal (A, B y C) y la fibra del proceso de extracción de fructanos (D, E y F).

4.1.3. Identificación de los grupos funcionales de las fibras de bagazo de agave

En la Figura 2 se muestra el FT - IR de las fibras de bagazo (FBAF y FBAM). Los espectros de FT - IR se llevaron a cabo para caracterizar la estructura química al identificar los grupos funcionales presentes en cada muestra, se presentan espectros con solapamiento de las bandas, encontrando diferencias espectrales entre las dos fibras de

bagazo en la región del $1700 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ correspondiente a la vibración de enlaces $\text{C}=\text{O}$ y $\text{C}=\text{C}$ característicos de los anillos aromáticos presentes en los fenoles, se muestra una señal con mayor intensidad en la fibra del bagazo del proceso de mezcal, esto se debe a, que esta fibra cuenta con un mayor contenido de polifenoles frente a la fibra del proceso de fructanos. En la Tabla 2 se describen las señales reportadas en cada muestra.

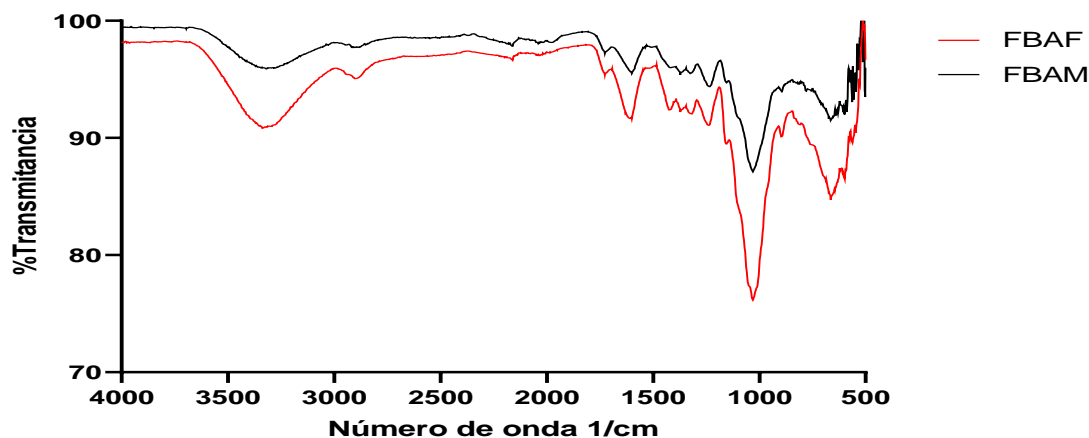


Figura 2. Espectro FT - IR de las fibra bagazo agave (FBAF y FBAM).

Tabla 2. Asignación de bandas vibratorias correspondientes a las muestras de las fibras de bagazo de agave (FBAF y FBAM).

Número de onda (1/cm)	Modo vibracional	Grupo funcional
3700 – 3100	Vibraciones de enlaces de grupos hidroxilo (-OH)	Vibraciones asociadas a la tensión del enlace OH con formación de puentes de hidrógeno; presenta características en los carbohidratos [40]
1700 – 1500	Vibraciones de enlaces C=O y C=C	Característicos de los anillos aromáticos de la lignina [26].
1660 – 1500	Vibraciones de estiramiento de enlaces N-H	Corresponde a aminoácidos presentes en la goma arábiga [40].
1300 – 750	Corresponde a vibraciones de enlaces C-O-C	Características de enlaces glucosídicos presentes en los fructanos [26, 27].
1200 – 900	Corresponde a vibraciones de enlaces C-H y C-O	Característicos de la integridad de los polímeros presentes en la lignina, la hemicelulosa y la celulosa [26].

4.1.4. Contenido de fenoles de bagazo de agave

En el presente trabajo se encontraron contenidos de fenoles de 0.91 mg GAE/g y de 2.65 mg GAE/g para FBAF y FBAM, respectivamente (Tabla 3). El contenido de fenoles de ambos extractos de las fibras residuales se relaciona con la estructura de las muestras, ya que, son materiales lignocelulósicos con contenidos altos de lignina, polímero fenólico compuesto por tres monolignoles principales: alcohol paracumarílico, alcohol sinapílico y alcohol conílico [30]. La diferencia entre las muestras se debe a que como se mencionó anteriormente, el bagazo residual obtenido de la producción de mezcal cuenta con un porcentaje de lignina mayor al presente en la

fibra de bagazo de la extracción de fructanos 15.77% y 12.84%, respectivamente.

4.1.5. Actividad antioxidante bagazo de agave

La determinación de la actividad antioxidante de FBAF y FBAM se realizó con los métodos basados en la capacidad de secuestro de radicales libres (ABTS y DPPH) y se obtuvieron valores de $21.91 \pm 0.73 \mu\text{M}$ Trolox/g con el método ABTS y de $14.42 \pm 0.34 \mu\text{M}$ Trolox/g con el método DPPH para FBAF y para FBAM una actividad antioxidante de $155.15 \pm 0.71 \mu\text{M}$ Trolox/g con el método ABTS y de $164.96 \pm 0.56 \mu\text{M}$ Trolox/g con el método DPPH. Existen diferencias significativas en el contenido de actividad antioxidante de ambas fibras de

bagazo (Tabla 3). Siendo esto relacionado con el mayor contenido de fenoles que están presentes en la fibra obtenida del proceso de producción de mezcal. Los compuestos fenólicos generan actividad antioxidante debido a que su estructura química les permite la donación de electrones o hidrógenos a los radicales libres y otras especies reactivas de oxígeno, neutralizándolos y reduciendo su capacidad de causar daño oxidativo.

Uno de los motivos por lo que la fibra de bagazo de mezcal mostró una capacidad antioxidante mayor y un contenido de fenoles muy por encima de la de fructanos, podría estar asociada con un contenido mayor de lignina y los fenoles residuales que son componentes provenientes de la hidrólisis del

material residual y de otros componentes que además la prueba de Folin puede detectar además de los fenólicos por ser una reacción de óxido-reducción inespecífica. Por otro lado, podría ser que en el caso del bagazo de mezcal donde fue un proceso sometido a condiciones no controladas durante la producción del destilado, existió una mayor interacción con compuestos fenólicos y otros atrapados en la matriz y que estos pudieron solubilizarse en los disolventes de extracción, que tuvo lugar. Tal como Chávez-Sifontes y Dómine, (2013) [38], quienes mencionaron que la hidrólisis ácido térmica de la lignina puede dar lugar a la formación de compuestos fenólicos como la vainillina, cresoles, catecoles y guayacol con capacidad antioxidante.

Tabla 3. Análisis de compuestos antioxidantes de las fibras de bagazo de agave.

Muestra	Fenoles (mgEAG/g)	ABTS ($\mu\text{M Trolox/g}$)	DPPH ($\mu\text{M Trolox/g}$)
FBAF	0.91 ± 0.38^a	21.91 ± 0.73^a	14.42 ± 0.34^a
FBAM	2.65 ± 1.15^b	155.15 ± 0.71^b	164.96 ± 0.56^b

Media \pm desviación estándar (n=3). Las medias con superíndice con la misma letra entre columnas no presentan diferencia significativa ($p < 0.05$) por la prueba de t-Student.

4.2. Cuantificación de ácidos clorogénicos en extracto de café verde

El contenido de ácidos clorogénicos del extracto de granos de café verde el cual fue de 25.54 mg/g se muestra en la Tabla 4. El resultado obtenido fue similar al reportado por Garcia-Solis et al., [33] quienes encuentran valores de ácidos clorogénicos en granos de café verde de 21.78 mg/g.

Se han reportado valores de ácidos clorogénicos en granos de café verde con intervalos entre 3.01 mg/g y 27.74 mg/g [42], las diferencias que se encuentran son principalmente por la variedad, especie del café y el método de extracción.

4.2.1. Actividad antioxidante del extracto de café verde

Las técnicas utilizadas evalúan diferentes condiciones por lo que los resultados son complementarios. El ECV contó con un valor de actividad antioxidante de $435.56 \pm 0.83 \mu\text{M Trolox/g}$ con el método ABTS y de $381.18 \pm 0.91 \mu\text{M Trolox/g}$ con el método DPPH. Esto se debe a que el extracto de granos de café verde es hidrófilo, lo que sugiere que tuvo mayor solubilidad en las condiciones para el método de ABTS, ya que este método se relaciona con antioxidantes hidrofílicos [41].

Murthy y Madhava-Naidu [43] realizaron un estudio de la composición del grano café verde y encontraron en la especie Arábica

porcentajes entre 76 y 92 %, los autores concluyen que los extractos de café verde tienen un efecto notable en la eliminación de radicales libres, lo cual está atribuido a los compuestos fenólicos, pues estos tienen capacidad de donar hidrógeno desde sus grupos hidroxilos a los radicales libres obteniendo un producto estable. Se han

reportado valores de actividad antioxidante que van de 296 – 688 μM Trolox/g [44, 47]. La variabilidad del porcentaje de la actividad antioxidante en el café verde se da por diversos factores, como lo pueden ser: variedad, procedencia, tipo de cultivo, entre otras [42].

Tabla 4. Análisis de compuestos antioxidantes del extracto del café verde.

Muestra	ABTS (μM Trolox/g)	DPPH (μM Trolox/g)	Ácidos clorogénicos HPTLC (mg/g)
ECV	435.56 \pm 0.83	381.18 \pm 0.91	21.78 \pm 1.08

Media \pm desviación estándar (n=3). significativa ($p < 0.05$) por la prueba de t-Student.

4.3. Optimización de la funcionalización por impregnación

De los factores tomados en cuenta para la funcionalización mediante el diseño experimental Taguchi, considerando como variable de respuesta la cantidad de ácidos clorogénicos impregnados en las fibras, se obtuvo la gráfica de la media de los datos con cada factor (Figura 4). La temperatura fue el factor de mayor influencia para la variabilidad de la concentración de los ácidos clorogénicos impregnados, esto se debe a que

en un proceso de impregnación la temperatura es un factor que aumenta la solubilidad de los biocompuestos, lo que permite que una mayor parte del ácido clorogénico se absorba en la superficie de la fibra, además, el aumento de la temperatura permite que las moléculas tanto del ácido clorogénico como de las fibras de bagazo de agave tengan una mayor movilidad molecular favoreciendo la penetración del ácido clorogénico a la estructura de las fibras y por ende una mayor interacción entre ambos [17].

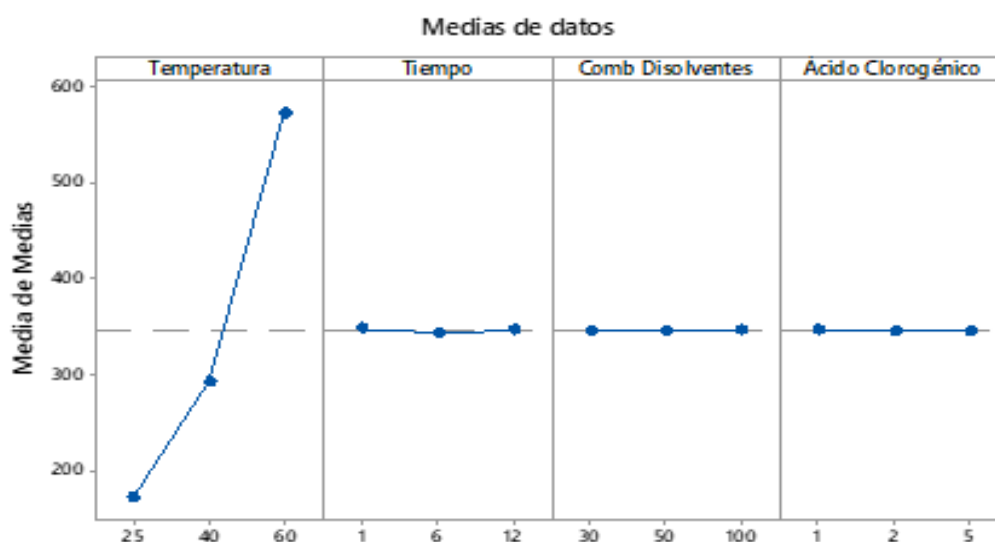


Figura 4. Variación de la concentración de ácido clorogénico por efecto de las principales variables del proceso de impregnación como método de funcionalización de las fibras de bagazo (mezcal y fructanos).

Para ambas fibras funcionalizadas (FBAFI y FBAMI) la mejor combinación de variables fue 60 °C, 6 h, una combinación de disolventes 70% agua y 30% etanol y 5mg de ácidos clorogénicos. Para FBAFI se reportó un contenido de ácidos clorogénicos de 650.6 µg/g y para la fibra de bagazo de agave obtenida de la producción de mezcal impregnada un contenido de ácidos clorogénicos de 425.8 µg/g. Las fibrillas naturales de celulosa presentan estructuras multicelulares en las que la unión de varias células individuales se da por polímeros naturales como la lignina y la hemicelulosa, la cavidad vacía que generan estas uniones celulares se conoce como lumen y la presencia de este disminuye la densidad aparente [48]. Después del proceso de hidrólisis al que se someten los dos tipos de fibras, la FBAFI conserva de mejor manera los poros característicos del lumen del material lignocelulósico contando con un área superficial mayor lo que hace que la permeabilidad de los ácidos clorogénicos aumente.

4.3.1. Fibras de bagazo de agave funcionalizadas

La combinación de tiempo y temperatura influyen directamente en la impregnación como se puede observar en la Figura 5 y en la Figura 6; **Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, esto se debe a que, como se mencionó anteriormente, la temperatura tiene una influencia significativa en la solubilidad de la sustancia activa pero también en su difusividad ya que mejora la penetración de los compuestos y posteriormente la impregnación [17, 49]. El tiempo de impregnación está relacionado con la afinidad de los ácidos clorogénicos (ACG) con la matriz de las fibras, los ACG son moléculas de carácter polar y esto puede conducir a una mejor afinidad con los polímeros presentes en la matriz lignocelulósica de las fibras, permitiendo la formación de puentes de hidrógeno, lo que hace que estos compuestos sean fuertemente retenidos por la matriz [50].

Los resultados fueron comparados con los obtenidos por Fernández-Ponce et al., [17] quienes reportan que las mejores condiciones de funcionalización fue a partir de las 5 h de impregnación con temperaturas entre 35 - 55 °C.

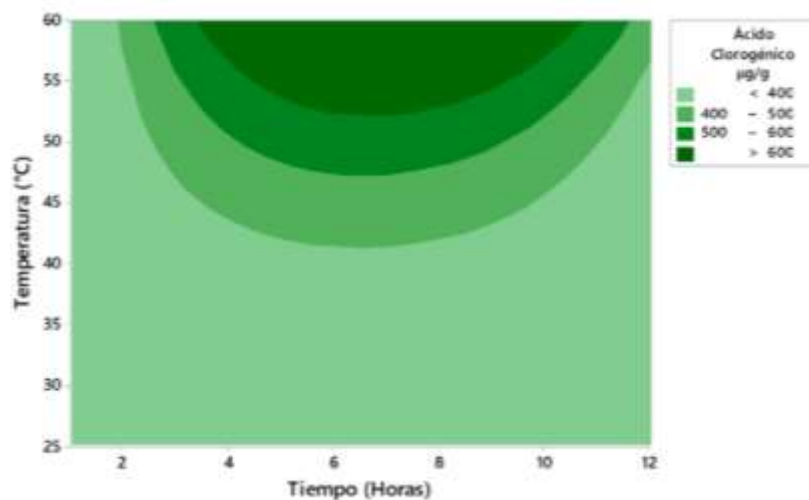


Figura 5. Superficie de respuesta de concentración de ácidos clorogénicos vs. tiempo, temperatura de la fibra de bagazo de agave obtenida de la extracción de fructanos funcionalizada.

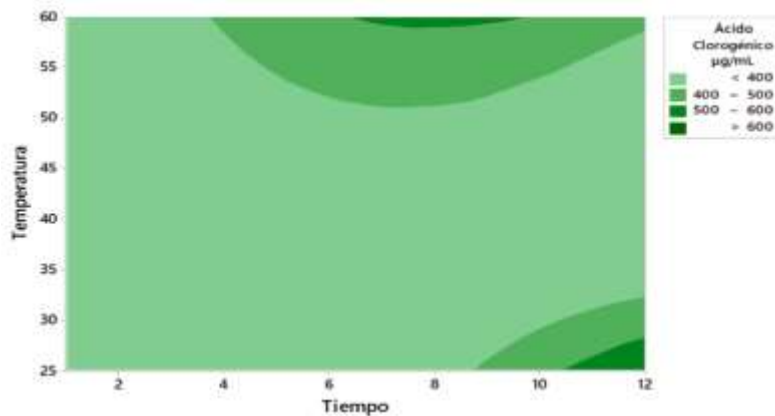


Figura 6. Superficie de respuesta de concentración de ácidos clorogénicos vs. tiempo, temperatura de la fibra de bagazo de agave obtenida de la producción de mezcal impregnada.

4.3.3. Actividad antioxidante de fibras de bagazo funcionalizadas

Los resultados del contenido de compuestos antioxidantes de las fibras impregnadas se observan en la Tabla 5. Para ambas fibras impregnadas (FBAFI y FBAMI) se reportó un aumento de la actividad antioxidante en comparación a las fibras sin impregnar de cada proceso (Tabla 3), para FBAFI del 90.95% por el método ABTS y del 85.69% por el método DPPH y para FBAMI del 61.04% y del 73.25%; además, no se

encontraron diferencias significativas en el porcentaje de actividad antioxidante entre la FBAFI y la FBAMI. Lo que evidencia que se dio una funcionalización entre las fibras y los ácidos clorogénicos del café verde, ya que el aumento de la actividad antioxidante de FBAFI y FBAMI se da gracias a los grupos hidroxilo de los ácidos clorogénicos. Teniendo resultados similares a los reportados por Zhang et al., [15] quienes en fibra de algodón reportaron un aumento de la actividad antioxidante del 80.1% después de funcionalizar este material con fenoles.

Tabla 5. Análisis de compuestos antioxidantes de las fibras de bagazo funcionalizadas.

Muestra	Ácidos clorogénicos HPTLC ($\mu\text{g/g}$)	ABTS ($\mu\text{M Trolox/g}$)	DPPH ($\mu\text{M Trolox/g}$)
FBAFI	650.64 ± 1.52^a	425.23 ± 0.66^a	396.30 ± 1.02^a
FBAMI	425.82 ± 1.34^b	427.18 ± 0.91^a	391.61 ± 0.56^a

Media \pm desviación estándar (n=3). Las medias con superíndice con la misma letra entre columnas no presentan diferencia significativa ($p < 0.05$) por la prueba de t-Student.

a. Análisis de presencia de ácidos clorogénicos en las fibras funcionalizadas utilizando MCBL.

Las micrografías se analizaron utilizando el canal azul debido a que los ácidos clorogénicos presentan fluorescencia en el espectro azul de la luz visible, específicamente a los 449 nm [51].

En las micrografías de ambas fibras de bagazo se observa una mayor fluorescencia en las fibras impregnadas (Figura 7; **Error! No se encuentra el origen de la referencia.** (B) y (D)). Mediante un análisis de imagen se obtuvo el porcentaje correspondiente al área fluorescente en el que se obtuvo el porcentaje de aumento de la fluorescencia para ambas fibras, teniendo que para el caso de la FBAFI se obtuvo un aumento del 19.37% y la FBAMI un aumento del 18.29%.

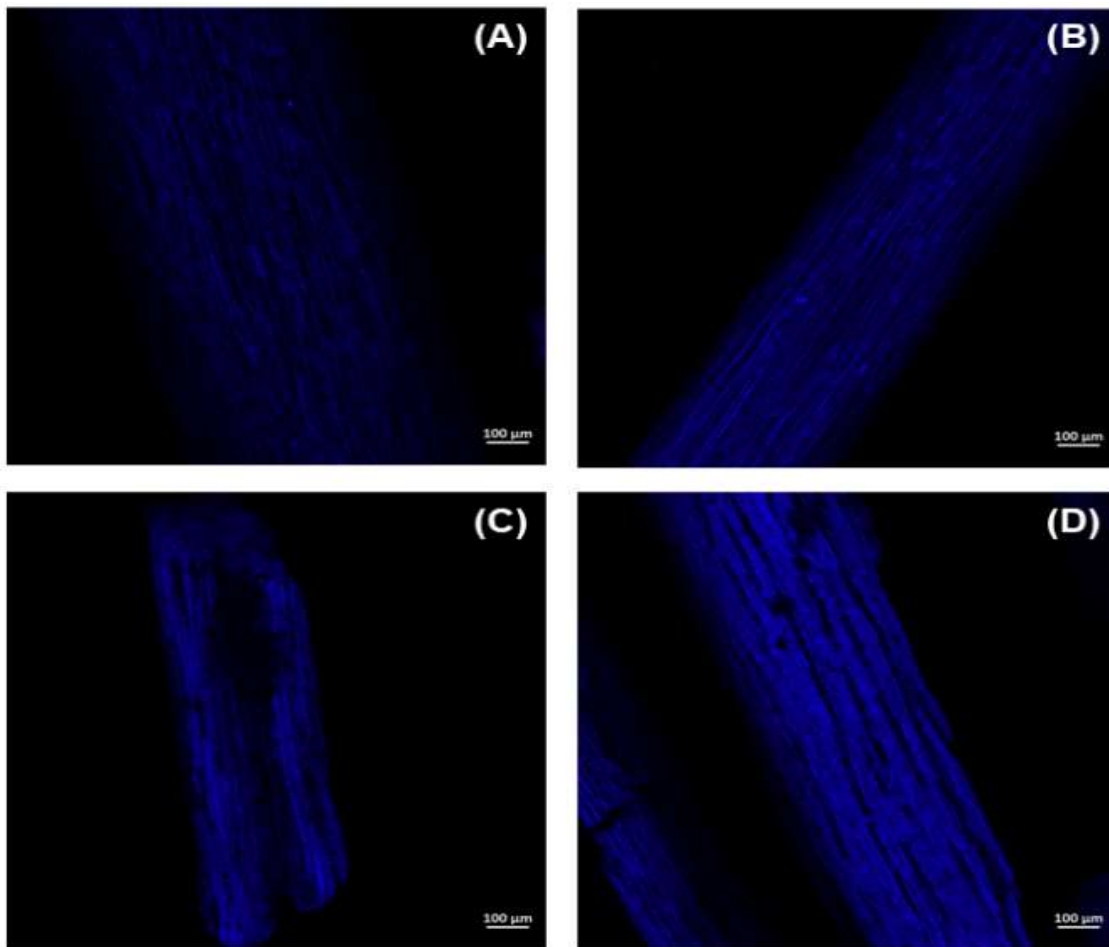


Figura 7. Micrografía confocal de barrido laser de las fibras de bagazo de la extracción de fructanos A) Sin impregnar B) Impregnada a 60 °C durante 6 horas y la obtenida de la producción de mezcal C) Sin impregnar D) Impregnada a 60 °C durante 6 horas.

b. Espectroscopia infrarroja de las fibras funcionalizadas.

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** Figura 8 se presentan los espectros FT - IR de las fibras funcionalizadas a 60 °C durante 6 h. Se presenta una nueva banda en comparación con las fibras sin impregnar (Figura 3) en la región de 1490 - 1530 cm^{-1} correspondiente a la vibración y estiramiento del enlace C=C,

característico de los anillos aromáticos presentes en la estructura de los ácidos clorogénicos, indicando la presencia de este grupo funcional en las fibras. El resultado fue similar al reportado en el 2019 por Jiao, et al., [52] quienes observaron la presencia de un nuevo pico de absorción en la región del 1490 – 1524 cm^{-1} sugiriendo que se debe a la presencia de ácidos clorogénicos en las muestras del estudio.

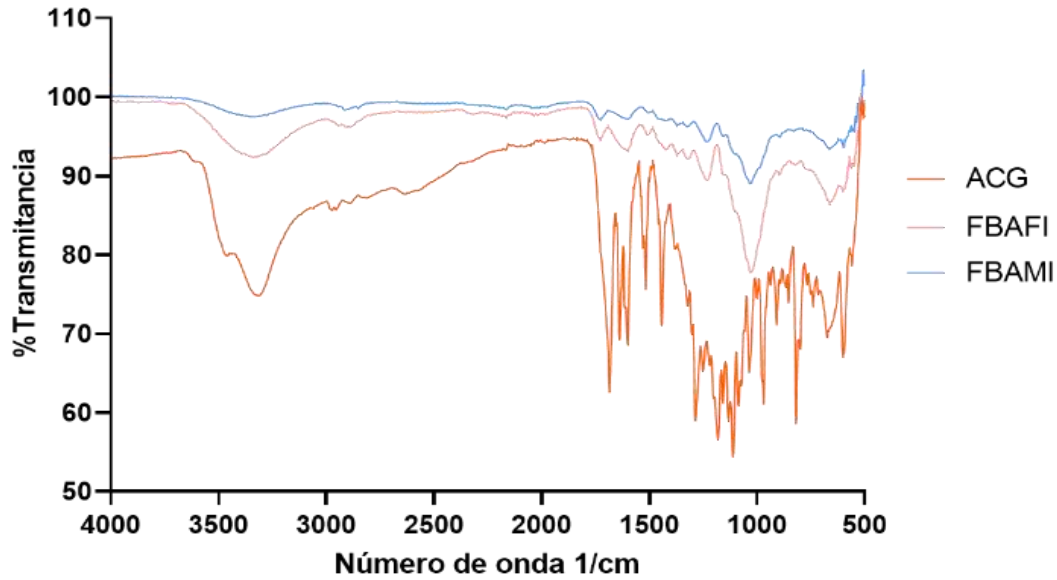


Figura 8. Espectro FT - IR de las fibra bagazo agave funcionalizadas (FBAFI y FBAMI).

Con base en el Análisis de componentes principales (ACP) (Figura 9), fue posible

clasificar las muestras utilizando como criterio el tiempo de impregnación.

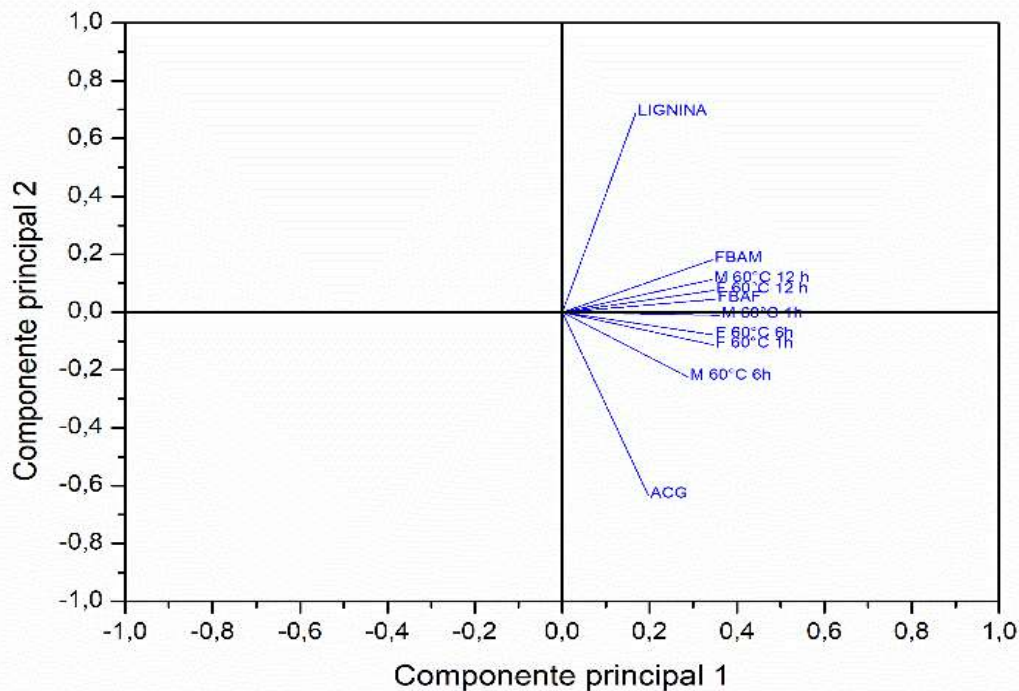


Figura 9. Análisis de componentes principales de las fibras de bagazo de ambas industrias sin impregnar e impregnadas a 60 °C durante 1, 6 y 12 horas usando solo la región del 1750 – 1530 cm^{-1} .

Se detectaron dos secciones específicas, una relacionada con la presencia de ácidos

clorogénicos y la otra con la presencia de lignina. Las FBAM impregnadas durante 1 y

6 horas y de igual manera las FBAF impregnadas durante las mismas horas (1 y 6) presentaron una mayor concentración de ácidos clorogénicos esto al predominar los valores negativos del primer componente.

Para el componente 2 las fibras de ambos procesos (FBAM y FBAF) sin impregnar e impregnadas durante 12 horas tiene una mayor relación con la lignina. Por otro lado, se puede apreciar que existe una diferencia entre los dos componentes principales, lo que indica que la impregnación está siendo favorable ya que las fibras se están funcionalizando con ácidos clorogénicos y no con otros compuestos como los fenoles de la degradación de la lignina en el caso de las fibras de bagazo de mezcal.

5. Conclusiones

Mediante la caracterización de las fibras de bagazo de *Agave angustifolia* Haw se pudo obtener que FBAF y FBAM contienen compuestos fenólicos que les proporciona actividad antioxidante, dependiendo del grado de hidrólisis del proceso del que provenga el bagazo.

Por otro lado, se constató que la técnica de impregnación por inmersión resultó eficaz para funcionalizar fibras vegetales con antioxidantes provenientes del café verde, siendo susceptible el método a variaciones de temperatura, tiempo de inmersión y factores como la solubilidad del compuesto activo, la difusión y su afinidad con la matriz. Obteniéndose interacciones químicas irreversibles entre el ácido clorogénico y los polisacáridos de la fibra del bagazo mediante el proceso de impregnación probado en el presente trabajo.

Por lo que la funcionalización de la fibra de bagazo de agave con antioxidantes de café verde podría tener diversas aplicaciones potenciales, como empaques antioxidantes y

antimicrobianos, textiles de fibras naturales para el cuidado de la piel y su uso como fibra dietaria funcional antioxidante.

6. Agradecimientos

Se agradece al consejo nacional de humanidades ciencias y tecnologías (CONAHCyT) por el apoyo económico con el que se logró la realización de este manuscrito, además del financiamiento dado con el proyecto de la Secretaría de Investigación y Posgrado SIP 20210222, 20220586 y 20231612.

7. Conflictos de interés

Los autores declaran no tener conflicto de interés.

8. Referencias

- [1] L. Casas-Godoy y I. Barrera-Martínez, «Revalorización de residuos agroindustriales: Caso Jalisco», *Gobierno de Mexico*, 2021. <https://ciatej.mx/el-ciatej/comunicacion/Noticias/Revalorizacion-de-residuos-agroindustriales--Caso-Jalisco/194> (accedido 21 de abril de 2022).
- [2] L. Caspeta, M. A. Caro-Bermúdez, T. Ponce-Noyola, y A. Martínez, «Enzymatic hydrolysis at high-solids loadings for the conversion of agave bagasse to fuel ethanol», *Applied Energy*, vol. 113, pp. 277-286, ene. 2014, doi: 10.1016/j.apenergy.2013.07.036.
- [3] Consejo Regulador del Tequila, «Producción total de tequila», *Consejo Regulador del Tequila*, 2010. <https://www.crt.org.mx/EstadisticasCR-Tweb/> (accedido 27 de mayo de 2023).
- [4] M. R. Rodríguez *et al.*, «La industria mezcalera en el año 2014 generó alrededor de 1,000 toneladas de bagazo

- en peso seco», *Interciencia*, vol. 35, n.º 7, pp. 515-520, 2010.
- [5] M. R. Crespo-González, D. R. González-Eguiarte, R. Rodríguez-Macías, L. A. Rendón-Salcido, J. I. Del Real-Laborde, y J. P. Torres-Morán, «Evaluación de la composta de bagazo de agave como componente de sustratos para producir plántulas de agave azul tequilero», *Revista mexicana de ciencias agrícolas*, vol. 4, n.º 8, pp. 1161-1173, dic. 2013.
- [6] D. Castillo-Quiroz, J. T. Sáenz-Reyes, M. Narcia-Velasco, y J. A. Vázquez-Ramos, «Propiedades físico-mecánicas de la fibra de Agave lechuguilla Torr. de cinco procedencias bajo plantaciones», *RMCF*, vol. 4, n.º 19, pp. 78-91, jun. 2018, doi: 10.29298/rmcf.v4i19.380.
- [7] J. Cruz y R. Figueiro, «Surface Modification of Natural Fibers: A Review», *Procedia Engineering*, vol. 155, pp. 285-288, ene. 2016, doi: 10.1016/j.proeng.2016.08.030.
- [8] C. S. Navas-Echenique, «Compuestos poliméricos reforzados con desechos agroindustriales regionales», Universidad Nacional de San Juan, 2019. [En línea]. Disponible en: https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/84607/CONICET_Digital_Nro.a119c867-0b9b-4fe6-8042-967d0a67338a_A.pdf?sequence=2&isAllowed=y
- [9] F. Surco-Laos, M. Valle-Campos, E. Loyola, M. Dueñas, y C. Santos, «Actividad antioxidante de metabolitos de flavonoides originados por la microflora del intestino humano», *Revista de la Sociedad Química del Perú*, vol. 82, n.º 1, pp. 29-37, ene. 2016.
- [10] Z. Fang y B. Bhandari, «Encapsulation of polyphenols – a review», *Trends in Food Science & Technology*, vol. 21, n.º 10, pp. 510-523, oct. 2010, doi: 10.1016/j.tifs.2010.08.003.
- [11] M. A. Puertas-Mejía, P. Villegas-Guzmán, y B. Alberto Rojano, «Borra de café colombiano (*Coffea arabica*) como fuente potencial de sustancias con capacidad antirradicales libres in vitro», *Revista Cubana de Plantas Medicinales*, vol. 18, n.º 3, pp. 469-478, sep. 2013.
- [12] J. M. Carbonell-Capella, M. Buniowska, F. J. Barba, M. J. Esteve, y A. Frigola, «Analytical Methods for Determining Bioavailability and Bioaccessibility of Bioactive Compounds from Fruits and Vegetables: A Review», *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, vol. 13, n.º 2, pp. 155-171, 2014, doi: 10.1111/1541-4337.12049.
- [13] S. Vigneshwaran *et al.*, «Recent advancement in the natural fiber polymer composites: A comprehensive review», *Journal of Cleaner Production*, vol. 277, p. 124109, dic. 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.124109.
- [14] C. M. Ewulonu, X. Liu, M. Wu, y H. Yong, «Lignin-Containing Cellulose Nanomaterials: A Promising New Nanomaterial for Numerous Applications», *Journal of Bioresources and Bioproducts*, vol. 4, n.º 1, pp. 3-10, feb. 2019, doi: 10.21967/jbb.v4i1.186.
- [15] W. Zhang, Q. Zeng, y R.-C. Tang, «Gallic acid functionalized polylysine for endowing cotton fiber with antibacterial, antioxidant, and drug delivery properties», *International Journal of Biological Macromolecules*,

- vol. 216, pp. 65-74, sep. 2022, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2022.06.186.
- [16] C. Cejudo-Bastante *et al.*, «Application of a Natural Antioxidant from Grape Pomace Extract in the Development of Bioactive Jute Fibers for Food Packaging», *Antioxidants (Basel)*, vol. 10, n.º 2, p. 216, feb. 2021, doi: 10.3390/antiox10020216.
- [17] M. T. Fernández-Ponce, E. Medina-Ruiz, L. Casas, C. Mantell, y E. J. Martínez de la Ossa-Fernández, «Development of cotton fabric impregnated with antioxidant mango polyphenols by means of supercritical fluids», *The Journal of Supercritical Fluids*, vol. 140, pp. 310-319, oct. 2018, doi: 10.1016/j.supflu.2018.06.022.
- [18] P. C. Hernández-Del Castillo, J. Oliva, y V. Rodríguez-Gonzalez, «An eco-friendly and sustainable support of agave-fibers functionalized with graphene/TiO₂:SnO₂ for the photocatalytic degradation of the 2,4-D herbicide from the drinking water», *Journal of Environmental Management*, vol. 317, p. 115514, sep. 2022, doi: 10.1016/j.jenvman.2022.115514.
- [19] A. Bermúdez-Oria, G. Rodríguez-Gutiérrez, Á. Fernández-Prior, B. Vioque, y J. Fernández-Bolaños, «Strawberry dietary fiber functionalized with phenolic antioxidants from olives. Interactions between polysaccharides and phenolic compounds», *Food Chemistry*, vol. 280, pp. 310-320, may 2019, doi: 10.1016/j.foodchem.2018.12.057.
- [20] R. Berni, G. Cai, J.F. Hausman y G. Guerriero, «Plant Fibers and Phenolics: A Review on Their Synthesis, Analysis and Combined Use for Biomaterials with New Properties», *Fibers*, vol. 7, n.º 80, 2019, doi.org/10.3390/fib7090080
- [21] B. Holst y G. Williamson, «Nutrients and phytochemicals: from bioavailability to bioefficacy beyond antioxidants», *Current Opinion in Biotechnology*, vol. 19, n.º 2, pp. 73-82, abr. 2008, doi: 10.1016/j.copbio.2008.03.003.
- [22] I. Goñi, M. E. Díaz-Rubio, J. Pérez-Jiménez, y F. Saura-Calixto, «Towards an updated methodology for measurement of dietary fiber, including associated polyphenols, in food and beverages», *Food Research International*, vol. 42, n.º 7, pp. 840-846, ago. 2009, doi: 10.1016/j.foodres.2009.03.010.
- [23] C. Holland, P. Ryden, C.H. Edwards, y M.M.L. Grundy, «Plant cell walls: Impact on nutrient bioaccessibility and digestibility», *Foods*, vol. 9, n.º 2, pp.201, 2020, doi.org/10.3390/foods9020201
- [24] E. Espino, M. Cakir, S. Domemek, A. D. Román-Gutiérrez, N. Belgacem, y J. Bras, «Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from industrial by-products of Agave tequilana and barley», *Industrial Crops and Products*, vol. 62, pp. 552-559, dic. 2014, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.09.017.
- [25] Y. Rosas-Hernández, L. A. García-Serrano, D. Tapia-Maruri, A. R. Jiménez-Aparicio, B. H. Camacho-Díaz, y M. L. Arenas-Ocampo, «Optimization of the Microwave-Assisted Ethanosolv Extraction of Lignocellulosic Compounds from the Bagasse of Agave angustifolia Haw Using the Response Methodology», *J. Agric. Food Chem.*, vol. 66, n.º 13, pp.

- 3533-3540, abr. 2018, doi: 10.1021/acs.jafc.7b04627.
- [26] H. M. Hernández-Hernández, J. J. Chanona-Pérez, A. Vega, P. Ligeró, R. R. Farrera-Rebollo, J. A. Mendoza-Pérez y N. G. Vera, «Spectroscopic and microscopic study of peroxyformic pulping of agave waste», *Microscopy and Microanalysis*, vol 22, n.º 5, pp. 1084-1097, 2016, doi:10.1017/S1431927616011818.
- [27] C. Buitrago-Arias, M. L. Arenas-Ocampo, y B. H. Camacho-Díaz, «Estudio de un sistema acarreador constituido por fructanos y material lignocelulósico para el transporte de compuestos bioactivos», 2017. Accedido: 12 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <http://tesis.ipn.mx/xmlui/handle/123456789/24297>
- [28] P. Klason, «Contributions to a more exact knowledge of the chemical composition of spruce wood, part I. Pap», *Trade J*, vol. 74, n.º 18, pp. 45-51, 1922.
- [29] I. R. Ramos-Sevilla, «Caracterización química de tres residuos lignocelulósicos generados en la región del Cantón Alausí», mar. 2018. Accedido: 16 de agosto de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://www.semanticscholar.org/paper/Caracterizaci%C3%B3n-qu%C3%ADmica-de-tres-residuos-generados-Sevilla/0527d8ab2e013da040cd36ce572b3b3b481133a4>
- [30] D. Ibarra-Cantún, M. E. Ramos-Cassellis, M. A. Marín-Castro, y R. C. Castelán-Vega, «Secondary Metabolites and Antioxidant Activity of the Solid-State Fermentation in Apple (*Pirus malus* L.) and Agave Mezcalero (*Agave angustifolia* H.) Bagasse», *Journal of Fungi*, vol. 6, n.º 3, Art. n.º 3, sep. 2020, doi: 10.3390/jof6030137.
- [31] A. C. C. M. Castro *et al.*, «Green coffee seed residue: A sustainable source of antioxidant compounds», *Food Chemistry*, vol. 246, pp. 48-57, abr. 2018, doi: 10.1016/j.foodchem.2017.10.153.
- [32] M. Rufino, R. Alves, E. Brito, S. Morais, C. Sampaio, y J. Pérez-Jimenez, «Metodologia Científica: Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical ABTS+», *Embrapa Agroindústria Tropical. Comunicado Técnico*, vol. 127, ene. 2007.
- [33] S. E. García-Solis *et al.*, «Microencapsulation of the green coffee waste extract with high antioxidant activity by spray-drying», *Journal of Food Processing and Preservation*, vol. 46, n.º 10, p. e16864, oct. 2022, doi: 10.1111/jfpp.16864.
- [34] L. L. Mensor *et al.*, «Screening of Brazilian plant extracts for antioxidant activity by the use of DPPH free radical method», *Phytotherapy Research*, vol. 15, n.º 2, pp. 127-130, 2001, doi: 10.1002/ptr.687.
- [35] AACC, «Approved Methods of Analysis (11th ed.). Method 02–03.02. Soxhlet—Rapid Method.», 1999. <https://www.cerealsgrains.org/resources/Methods/Pages/02Acidity.aspx> (accedido 8 de julio de 2023).
- [36] G. Crețu, G. E. Morlock, A. Raluca-Grosu, y A. C. Nechifor, «(PDF) A high-performance thin-layer

- chromatographic method for chlorogenic acid and hyperoside determination from berry extracts», *Romanian Biotechnological Letters*, vol. 18, n.º 5, 2013. Accedido: 30 de junio de 2023. [En línea]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/285957561_A_high-performance_thin-layer_chromatographic_method_for_chlorogenic_acid_and_hyperoside_determination_from_berry_extracts
- [37] M. Hidalgo-Reyes, M. Caballero-Caballero, L. H. Hernández-Gómez, y G. Urriolagoitia-Calderón, «Chemical and morphological characterization of Agave angustifolia bagasse fibers», *Botanical Sciences*, vol. 93, n.º 4, pp. 807-817, 2015, doi: 10.17129/botsci.250.
- [38] M. Chávez-Sifontes y m. Dómine, «Lignina, estructura y aplicaciones: Métodos de despolimerización para la obtención de derivados aromáticos de interés industrial», *Avances en Ciencias e Ingeniería*, vol. 4, pp. 15-46, ene. 2013.
- [39] M. Avello y M. Suwalsky, «Radicales libres, antioxidantes naturales y mecanismos de protección», *Atenea (Concepto)*, n.º 494, 2006, doi: 10.4067/S0718-04622006000200010.
- [40] C. De Dios-Naranjo *et al.*, «Aislamiento y caracterización de celulosas obtenidas de fibras de Agave salmiana aplicando dos métodos de extracción ácido-alcali», *Revista mexicana de ciencias agrícolas*, vol. 7, n.º 1, pp. 31-43, feb. 2016.
- [41] S. García-Solis, «Encapsulación y evaluación de la liberación in vitro de extracto del residuo de café verde», Instituto Politécnico Nacional, Escuela de ciencias biológicas, Ciudad de México, 2022.
- [42] B. Cheng, H. E. Smyth, R. J. Henry, y A. Furtado, «Influence of genotype and environment on coffee quality», *Trends in Food Science & Technology*, vol. 57, pp. 20-30, nov. 2016, doi: 10.1016/j.tifs.2016.09.003.
- [43] P. S. Murthy y M. Madhava-Naidu, «Sustainable management of coffee industry by-products and value addition—A review», *Resources, conservation, and recycling*, 2012, Accedido: 22 de abril de 2022. [En línea]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.06.005>
- [44] M. Jeszka-Skowron, E. Stanisz, y M. P. De Peña, «Relationship between antioxidant capacity, chlorogenic acids and elemental composition of green coffee», *LWT*, vol. 73, pp. 243-250, nov. 2016, doi: 10.1016/j.lwt.2016.06.018.
- [45] M. Madhava-Naidu, G. Sulochanamma, S. R. Sampathu, y P. Srinivas, «Studies on extraction and antioxidant potential of green coffee», *Food Chemistry*, vol. 107, n.º 1, pp. 377-384, mar. 2008, doi: 10.1016/j.foodchem.2007.08.056.
- [46] S. C. Pereyra-Castro *et al.*, «Microfluidization and atomization pressure during microencapsulation process: Microstructure, hygroscopicity, dissolution and flow properties», *LWT*, vol. 96, pp. 378-385, oct. 2018, doi: 10.1016/j.lwt.2018.05.042.
- [47] E. Stelmach, P. Pohl, y A. Szymczycha-Madeja, «The content of Ca, Cu, Fe, Mg and Mn and antioxidant activity of green coffee brews», *Food Chemistry*, vol.

182, pp. 302-308, sep. 2015, doi:
10.1016/j.foodchem.2015.02.105.

vol. 154, pp. 129-136, ago. 2019, doi:
10.1016/j.postharvbio.2019.05.003.

[48] G. Cruz, P. Santiago, C. Braz, P. Selegim, I. Polikarpov, y P. Crnkovic, «Investigation of porosity, wettability and morphology of the chemically pretreated sugarcane bagasse», nov. 2013.

[49] A. M. A. Dias, M. E. M. Braga, I. J. Seabra, P. Ferreira, M. H. Gil, y H. C. de Sousa, «Development of natural-based wound dressings impregnated with bioactive compounds and using supercritical carbon dioxide», *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 408, n.º 1, pp. 9-19, abr. 2011, doi: 10.1016/j.ijpharm.2011.01.063.

[50] C. Cejudo-Bastante, L. Casas-Cardoso, M. T. Fernández-Ponce, C. Mantell-Serrano, y E. J. Martínez de la Ossa-Fernández, «Characterization of olive leaf extract polyphenols loaded by supercritical solvent impregnation into PET/PP food packaging films», *The Journal of Supercritical Fluids*, vol. 140, pp. 196-206, oct. 2018, doi: 10.1016/j.supflu.2018.06.008.

[51] S. Navarro-Orcajada, A. Matencio, C. Vicente-Herrero, F. García-Carmona, y J. M. López-Nicolás, «Study of the fluorescence and interaction between cyclodextrins and neochlorogenic acid, in comparison with chlorogenic acid», *Sci Rep*, vol. 11, n.º 1, Art. n.º 1, feb. 2021, doi: 10.1038/s41598-021-82915-9.

[52] W. Jiao, C. Shu, X. Li, J. Cao, X. Fan, y W. Jiang, «Preparation of a chitosan-chlorogenic acid conjugate and its application as edible coating in postharvest preservation of peach fruit», *Postharvest Biology and Technology*,



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Aplicación de Técnicas de Minería de Datos para Clasificación: Un Caso de Estudio en la Educación Superior

Application of Data Mining Techniques for Classification: A Case Study in Higher Education

Chávez-Vega, N.B.¹, Pérez-Olguín, I.J.C.^{2*}, Luviano-Cruz, D.³, Portillo-Escobedo, A.⁴

¹ Departamento de Mecatrónica; Universidad Tecnológica de Chihuahua; C.P.31216; Chihuahua, México. <https://orcid.org/0000-0001-8868-4387>.

² Instituto de Ingeniería y Tecnología; Universidad Autónoma de Ciudad Juárez; C.P.32315; Chihuahua, México. <https://orcid.org/0000-0003-2445-0500>.

³ Instituto de Ingeniería y Tecnología; Universidad Autónoma de Ciudad Juárez; C.P.32315; Chihuahua, México. <https://orcid.org/0000-0002-4778-8873>.

⁴ División de Estudios de Posgrado e Investigación; Instituto Tecnológico de Chihuahua; C.P.31200; Chihuahua, México. <https://orcid.org/0000-0003-3309-4720>.

nchavez@utch.edu.mx; ivan.perez@uacj.mx*; david.luviano@uacj.mx; alberto.ep@chihuahua.tecnm.mx

Innovación tecnológica: Clasificación de alumnos vulnerables con técnicas de minería de datos.

Área de aplicación industrial: Educación.

Recibido: 03 marzo 2023

Aceptado: 11 diciembre 2023

Abstract

In Mexico, the EXANI_II assessment instrument has been designed to comprehensively assess academic skills and specific knowledge of applicants to enter higher education. The application of data mining techniques, such as decision trees for classification, can support the detection of vulnerable students. This research compares two decision trees: The J-48 algorithm and the random tree algorithm using the Weka software for its implementation in the EXANI-II database for the evaluation of applicants to enter the Technological University of Chihuahua in 2021. The results are reviewed regarding the accuracy in the classification obtained in each of the algorithms, with the J-48 algorithm having a better performance.

Keywords: Educative data mining, J-48 classification algorithm, random tree, Weka software application.

Resumen

En México, el instrumento de evaluación EXANI_II ha sido diseñado para evaluar integralmente habilidades académicas y conocimientos específicos de los aspirantes a ingresar a la educación superior. La aplicación de técnicas de minería de datos, como lo son los árboles de decisión para clasificación puedan apoyar en la detección de alumnos vulnerables. Esta investigación compara dos árboles de decisión: El algoritmo J-48 y el algoritmo de árbol aleatorio utilizando el software Weka para su implementación en la base de datos EXANI-II generada de la evaluación de aspirantes a ingresar a la Universidad Tecnológica de Chihuahua en el 2021. Se revisan los resultados en cuánto a la exactitud en la clasificación obtenida en cada uno de los algoritmos, teniendo un mejor desempeño el algoritmo J-48.

Palabras clave: Minería de datos educativos, algoritmo de clasificación J-48, árbol aleatorio, aplicación informática Weka.

1. Introducción

Las instituciones educativas tienen como finalidades la transmisión de valores, creencias, conocimientos y el desarrollo de habilidades técnicas y para la vida en sus estudiantes (Alfonzo y Pedagógica Experimental Libertador Venezuela, 2018). La efectividad con que se cumplen dichos propósitos es un factor determinante de la calidad educativa, la transformación y el progreso académico, lo que implica la adaptación de los centros educativos a la realidad social, sus necesidades presentes y, sobre todo, futuras (Jiménez-Cruz, 2019). En consonancia con lo anterior, la identificación precisa de fortalezas y deficiencias en el proceso enseñanza-aprendizaje es fundamental ya que, además, mejora las probabilidades de que los estudiantes finalicen su programa académico, y disminuya la deserción escolar (Herrera Rivas y Roque Hernández, 2019). El campo de la minería de datos educativos permite la exploración y análisis de grandes conjuntos de datos generados en entornos escolares, dando pauta a la toma de decisiones con respecto a la gestión de la participación en el aula, los métodos de enseñanza implementados y la predicción de estudiantes en riesgo de reprobación, entre otras.

Actualmente, en México ya existen investigaciones direccionadas en este sentido, como lo es el trabajo de (Ayala et al., 2021), en donde se busca predecir a estudiantes vulnerables académicamente a partir del análisis de variables cualitativas y cuantitativas del estudiante con apoyo de clasificadores con árboles de decisión y de esta manera lograr proponer estrategias de intervención educativa oportuna.

El estudio propuesto en este artículo tiene como objetivo comparar la exactitud en la clasificación y análisis entre el algoritmo J-48 y el árbol de decisión aleatorio analizando a alumnos de nuevo ingreso de la Universidad Tecnológica de Chihuahua con la finalidad de determinar estrategias didácticas como lo es el uso de tutores inteligentes para disminuir los índices de reprobación en matemáticas.

Estos algoritmos fueron seleccionados dado que ya se han encontrado estudios similares en la búsqueda de literatura, (Aslam et al., 2021; Hamoud et al., 2018) mostrando estabilidad, precisión, velocidad y facilidad en la interpretabilidad de los resultados.

Un medio para identificar el nivel de dominio logrado sobre determinados conocimientos y

habilidades, respecto a un estándar y/o grado académico, son las pruebas de logro académico (Wild Santamaría et al., 2015), instrumentos cuyo fin es caracterizar a una población estudiantil, comparar el rendimiento entre instituciones educativas y determinar el ingreso, o no, a un nuevo nivel de estudios. El Centro Nacional de Evaluación para la Educación Superior (CENEVAL), asociación civil, que diseña y aplica los Exámenes Nacionales de Ingreso (EXANI) para evaluar "...conocimientos, habilidades y competencias; así como el análisis y la difusión de sus resultados". (González-Marrón et al., 2017; Perfil Institucional - Ceneval, 2022), al respecto, dichos instrumentos son empleados por instituciones de educación superior, como criterio de admisión a sus planes y programas,

no obstante, un porcentaje significativo de estudiantes es rechazado debido a que "...la calidad educativa en el nivel medio superior podría no estar generando las competencias requeridas para que las personas continúen estudios posobligatorios". En la tabla 1 se observan los resultados del área de matemáticas mostrando un porcentaje elevado de estudiantes con resultados de desempeño insatisfactorios (CENEVAL, 2018); aunado a este factor de bajo rendimiento académico, existe también una problemática con la disponibilidad y la accesibilidad a la educación superior que propicia que solo seis de cada diez jóvenes se matriculen en dichas instituciones (Consejo Nacional de Evaluación de la Política de Desarrollo Social, 2018, pág. 25).

Tabla 1. Extracto de tabla de resultados del examen nacional de ingreso del año 2018, Ceneval.

	Variable	Categoría	Población	% población sustentante	Matemáticas			
					Sin dictamen %	Nivel desempeño insatisfactorio %	Nivel desempeño satisfactorio %	
Nacional	Sexo	Hombres	9485	57.34	0.03	29.31	28.00	
		Mujeres	7046	42.59	0.03	19.77	22.79	
		Respuesta no válida	11	0.07	0.00	0.05	2.00	
	Régimen	Público	13905	84.06	0.05	41.17	42.84	
		Privado	2604	15.74	0.01	7.86	787.00	
		Respuesta no válida	33	0.20	0.00	0.10	0.10	
	Modalidad	Bachillerato general	11079	66.97	0.04	31.99	3495.00	
		Bachillerato tecnológico	3974	24.02	0.01	12.12	11.90	
		Profesional técnico	1171	7.08	0.01	4.02	305.00	
		Bachillerato intercultural	16	0.10	0.00	0.04	0.05	
		Bachillerato internacional	94	0.57	0.00	0.13	0.44	
		Telebachillerato	173	1.05	0.00	0.73	32.00	
		Respuesta no válida	35	0.21	0.00	0.11	0.10	
	Promedio	6-6.9	413	250.00	0.00	1.52	98.00	
		7-7.9	4130	24.97	0.02	14.76	10.19	
		8-8.9	8282	50.07	0.03	24.33	257.00	
		9-9.9	3400	20.55	0.01	7.51	13.03	
		10	87	0.53	0.00	0.14	0.39	
		Respuesta no válida	230	1.39	0.00	0.88	0.51	
	Total			16542	100.00	0.06	49.14	50.80

La minería de datos (*Data Mining*) es un campo de la estadística, asistido por computadora, que estudia la extracción de información en fuentes masivas de datos, que permite identificar patrones, correlaciones y anomalías, para la toma de decisiones e incluso, para predecir resultados (Oviedo Carrascal y Jiménez Giraldo, 2019). Dicho proceso se puede aplicar en la detección de patrones en respuestas de estudiantes (*V.gr.* áreas de conocimiento vulnerables), para fortalecer los procesos de enseñanza-aprendizaje. La aplicación de la minería de datos en el ámbito educativo es la disciplina que busca desarrollar nuevos métodos de exploración de la información que se genera al interior de las instituciones educativas, para establecer la forma en que los estudiantes aprenden, y con ello, mejorar el proceso educativo (Alveiro et al., 2019).

En minería de datos, los árboles de decisión son una técnica, o modelo informático analítico, de clasificación, segmentación y predicción, basada en aprendizaje supervisado no paramétrico (Uvidia Fassler et al., 2018), que puede ser empleada para el diagnóstico de evaluaciones de rendimiento académico y así, beneficiar la propuesta de estrategias de mejora. De acuerdo con Kai *et al.* (2017), el uso de los modelos J-48 y J-Rip para generar árboles de decisión es pertinente para realizar predicciones de comportamiento de estudiantes en cursos virtuales, por ejemplo, a través de factores como la cantidad y/o frecuencia de revisión de calificaciones, y el total de vistas de mensajes en línea o de foros de discusión.

La predicción temprana del fracaso estudiantil es necesaria para la toma de decisiones y la generación de estrategias pedagógicas de apoyo a la retención de alumnos. En un estudio realizado por Mishra *et al.*, (2014), en la educación superior, se consideró el clasificador J-48 y el árbol de decisión aleatoria, para el análisis de 25

atributos que incluyen variables sociales, académicas y emocionales de estudiantes matriculados en el programa de Maestría de Computación Aplicada de la Universidad Guru Gobind Singh Indraprastha. Se aplicó un cuestionario a una muestra de 250 estudiantes y se evaluó su desempeño académico de tercer semestre y sus habilidades emocionales a través del estándar de evaluación de habilidades emocionales (ESAP, por sus siglas en inglés). Los resultados evidenciaron el rendimiento de los algoritmos: el árbol de decisión aleatoria con una exactitud del 94,418%, en comparación con el modelo J-48 con 88,372% de exactitud. Al igual que en esta investigación, el trabajo que se presenta en este artículo trata de demostrar el desempeño de los árboles de decisión como clasificadores en la minería de datos educativos.

Con la minería de datos es posible identificar patrones que ayuden a los estudiantes a elegir el programa académico adecuado, según su perfil y habilidades. En este tema particular, estudios como el de Patacsil (2020) muestran que, el promedio académico, en programas de matemáticas e ingeniería es una variable predictora dominante, a diferencia de programas de ciencias blandas como el inglés, en donde el promedio académico no tiene un aporte significativo para la predicción de patrones. En el resultado obtenido de la evaluación del desempeño en exactitud del algoritmo J-48, el bosque aleatorio y el árbol de decisión aleatorio, el primero de los tres tuvo mayor exactitud.

2. Materiales y métodos

La metodología consta de varias etapas que se desarrollaron con apoyo del software Weka versión 3.8.6, y van desde la selección de variables académicas definidas en la base de datos EXANI-II, preprocesamiento de datos utilizando filtros para eliminar valores atípicos y balanceo de datos; aplicación del

algoritmo J-48 y modelo de árbol aleatorio para clasificación y análisis de resultados (Ver figura 1).

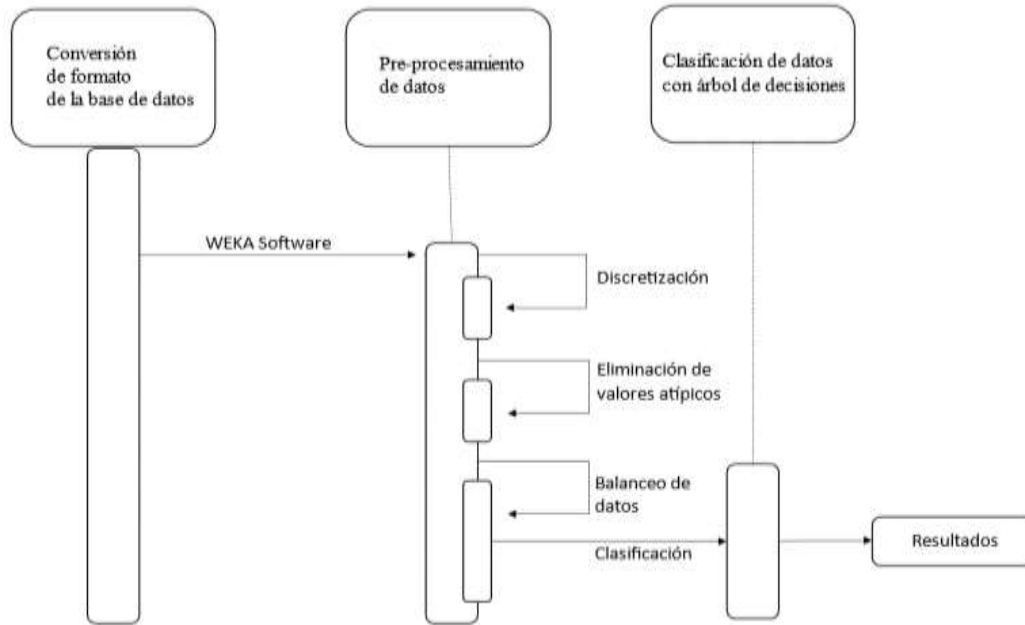


Figura 1. Diagrama secuencial para clasificación de alumnos con técnicas de minería de datos.

2.1. Análisis y selección de variables

El rendimiento académico de los estudiantes depende de factores de diversa índole, como variables académicas, psicológicas, económicas y sociales. En esta investigación se seleccionan índices de puntuación establecidos en el examen EXANI-II donde,

a través de un conjunto de preguntas, se evalúan áreas de física, cálculo, comprensión lectora y razonamiento lógico-matemático.

La Tabla 2 muestra el rango de valores de cada variable académica, así como una breve descripción de lo que evalúa.

Tabla 2. Variables académicas obtenidas del EXANI-II.

Variable	Descripción	Rango de valor
ICNE	Puntuación en el índice de la prueba de admisión.	700-1300
PORCENTAJE	Percentil de la prueba de admisión.	0-100
IMOD1	Puntuación en el módulo de Cálculo.	700-1300
IMOD2	Puntuación en el módulo de Física.	700-1300
ICLE	Calificación de comprensión lectora.	700-1300
IRIN	Calificación de escritura indirecta.	700-1300
IPMA	Puntuación de pensamiento matemático.	700-1300
CMPPMA	Puntuación de comprensión matemática en porcentaje de respuestas correctas.	0-100
PPMA MA	Puntaje de Matemáticas en Porcentaje de Respuestas Correctas.	0-100

Elaboración de los autores con información de la Universidad Tecnológica de Chihuahua, 2021.

2.2. Ajuste del conjunto de datos

Para analizar los datos se empleó el software especializado en aprendizaje automático; Weka, una colección de algoritmos de aprendizaje automático para tareas de minería de datos, creada por la Universidad de

Waikato en Nueva Zelanda bajo una Licencia Pública General (Markov y Russell, 2006).

Para leer los datos del software (ver Tabla 3), fue necesario convertir el formato de valores separados por comas (CSV), a un formato de tipo de texto ASCII que describe una lista de instancias con atributos comunes (ARFF).

Tabla 3. Muestra de la base de datos de evaluación EXANI II.

No.	1: SEXO Nominal	2: MOD_BAC Nominal	3: ICNE Numeric	4: PERCEN Numeric	5: PPMA_CM Numeric	6: PPMA_MA Numeric	7: IMOD1 Numeric	8: IMOD2 Numeric	9: ICLE Numeric	10: IRIN Numeric	11: IPMA Numeric
1	Mujer	bachillerato_general	1151.0	100.0	83.33	72.73	1150.0	1050.0	1140.0	1220.0	1176.0
2	Mujer	bachillerato_tecnologico	1138.0	99.69	83.33	54.55	1075.0	1075.0	1180.0	1200.0	1134.0
3	Hombre	bachillerato_tecnologico	1134.0	99.38	77.78	45.45	1200.0	1150.0	1100.0	1140.0	1093.0
4	Hombre	bachillerato_general	1120.0	99.06	55.56	36.36	1175.0	1100.0	1140.0	1200.0	990.0
5	Hombre	bachillerato_tecnologico	1116.0	98.75	55.56	63.64	1175.0	1025.0	1120.0	1200.0	1052.0
6	Mujer	bachillerato_tecnologico	1116.0	98.75	77.78	45.45	1025.0	1025.0	1180.0	1220.0	1093.0
7	Mujer	bachillerato_tecnologico	1112.0	98.13	72.22	72.73	1150.0	1025.0	1160.0	1080.0	1134.0
8	Hombre	bachillerato_tecnologico	1112.0	98.13	77.78	45.45	1100.0	1125.0	1120.0	1120.0	1093.0
9	Mujer	bachillerato_general	1107.0	97.5	61.11	54.55	1150.0	1050.0	1140.0	1140.0	1052.0
10	Hombre	bachillerato_general	1107.0	97.5	72.22	45.45	1125.0	1000.0	1140.0	1180.0	1072.0
11	Mujer	bachillerato_general	1107.0	97.5	55.56	36.36	1100.0	1025.0	1220.0	1180.0	990.0
12	Hombre	bachillerato_general	1103.0	96.56	66.67	63.64	1125.0	1025.0	1120.0	1140.0	1093.0

2.3. Preparación para el análisis de datos

Trabajar con datos reales la mayoría de las veces implica operaciones de preprocesamiento, como limpieza, discretización y balanceo de datos. La etapa de discretización reduce el número de valores de un atributo continuo al dividir el rango del atributo en intervalos (Rajalakshmi et al., 2016). Esto conduce a un nivel de conocimiento conciso y fácil de usar y se puede aplicar antes o después de la extracción de datos. En este caso, se optó por aplicarlo antes para preparar la información para la aplicación de las siguientes etapas de acondicionamiento. Para discretizar los datos con el parámetro del mismo ancho del intervalo, se aplica la Ecuación 1.

$$\delta = \frac{X_{Max} - X_{Min}}{k} \quad (\text{Ec. 1})$$

Dónde:

k : Indica el número de valores observados.

X_{Max} : Indica el valor máximo de las observaciones o datos.

X_{Min} : Indica el valor mínimo de las observaciones o datos.

δ : Indica el ancho del intervalo.

Los valores atípicos son patrones que no están en el rango de comportamiento normal de los datos, y es un problema concurrente cuando se aplican técnicas de minería de datos. A este respecto, para trabajar solo con valores dentro del rango normal, se utiliza un filtro de atributos no supervisado llamado Rango Intercuartil. Este tipo de filtro ubica valores atípicos en una determinada sección de datos mediante la creación de una ventana de tamaño " k ". Una vez que se localizan los valores atípicos, se pueden eliminar para obtener mejores resultados en el proceso de aprendizaje automático (Vinutha et al., 2018).

El filtro de rango intercuartil integrado en el software Weka se utiliza para realizar mediciones de variabilidad en los datos. La metodología consiste en ordenar de forma ascendente los datos y luego dividirlos en cuatro secciones de las mismas dimensiones. Los valores que seccionan la información se denominan cuartiles (Q_1, Q_2, Q_3).

En la Ecuación 2, el rango intercuartílico se define como:

$$I_{QR} = Q_3 - Q_1 \quad (\text{Ec. 2})$$

Las Ecuaciones 3 y 4 calculan los valores atípicos.

$$Q_3 + O_f * I_{QR} < x \leq Q_3 + E_{vf} * I_{QR} \quad (\text{Ec. 3})$$

$$Q_1 - E_{vf} * I_{QR} < x \leq Q_1 - O_f * I_{QR} \quad (\text{Ec. 4})$$

Aplicando las ecuaciones 5 y 6 que están implementadas en el diseño del filtro no supervisado “*interquartilerange*” que provee el software Weka, se obtienen los valores extremos.

$$x > Q_3 + E_{vf} * I_{QR} \quad (\text{Ec. 5})$$

$$x < Q_1 - E_{vf} * I_{QR} \quad (\text{Ec. 6})$$

Dónde:

Q_1 : percentil 25 de los datos.

Q_2 : percentil 50 de los datos.

Q_3 : percentil 75 de los datos.

I_{QR} : Rango intercuartil.

O_f : Factor atípico.

E_{vf} : Factor de valor extremo.

X : Conjunto de datos.

El desequilibrio de datos genera problemas por la disparidad de clases en las variables, provocando un sesgo en el clasificador hacia las clases mayoritarias, ya que el algoritmo tiende a aprender más sobre las clases que tienen más ejemplos en el conjunto de datos. La elección de la estrategia específica para

resolver este conflicto puede depender del tamaño del conjunto de datos, la naturaleza del problema y las características particulares de las clases minoritarias. Para corregir este problema, se aplica un filtro supervisado por instancia llamado Técnica de Sobremuestreo de Minorías Sintéticas (SMOTE), para crear nuevas muestras de las clases minoritarias o categorías que tienen menos instancias en comparación con otras en el conjunto de datos y, de esta manera, compensarlas y distribuir las más uniformemente (Katore, 2015).

El filtro selecciona uno de sus k vecinos más cercanos a X , que es parte de la clase minoritaria, luego encuentra un nuevo patrón Z (ecuación 7) en un punto aleatorio en el segmento de línea que conecta el patrón y el vecino seleccionado (Elreedy y Atiya, 2019).

$$Z = X_0 + w(X - X_0) \quad (\text{Ec. 7})$$

Dónde:

w : Es una variable aleatoria uniforme en el rango $[0,1]$.

X_0 : Representa los datos de la clase minoritaria.

X : Uno de los k vecinos más cercanos.

2.4. Clasificación de datos con algoritmo J-48 y árbol aleatorio

El algoritmo J-48 se utiliza para la creación de árboles de decisión que luego pueden encontrar nuevo conocimiento de patrones. El proceso de trabajo del algoritmo comienza con la conversión de un dato en un árbol de decisión soportado por reglas de decisión.

Para construir el árbol de decisión es necesario tener una base de datos de entrenamiento. Una vez definida la base de datos de entrenamiento, se selecciona un atributo para iniciar la primera división y a partir de esta operación se crea una rama para cada uno de los valores. Este proceso se

realiza recursivamente en orden descendente (Masrur et al., 2019).

La evaluación del desempeño de un modelo de clasificación se basa en el número de predicciones correctas e incorrectas. Esta información se registra en la matriz de confusión (ver Tabla 4). Para problemas de clasificación binaria, las predicciones correctas se obtienen de la suma de la posición de los elementos en F_{11} y F_{00} , y las predicciones incorrectas de la suma de F_{10} y F_{01} (Visa et al., 2011).

Tabla 4. Matriz de confusión.

	Predecido Positivo	Predecido Negativo
Actual Positivo	F_{00}	F_{01}
Actual Negativo	F_{10}	F_{11}

Para calcular la exactitud, se define en la Ecuación 8, como la suma de los elementos de la diagonal principal dividida por todos los elementos de la matriz de confusión.

$$\text{Exactitud} = \frac{F_{11} + F_{00}}{F_{11} + F_{00} + F_{10} + F_{01}} \quad (\text{Ec. 8})$$

3. Discusión de Resultados

Se aplicaron los algoritmos J-48 y árbol aleatorio en 2228 instancias obtenidas del EXANI-II, utilizando una validación cruzada de diez iteraciones (ver tabla 5). Los resultados estadísticos obtenidos en comparación de la exactitud esperada con la exactitud observada (kappa) muestran valores de 0,45 y 0,41, respectivamente, que según la escala propuesta por Landis y Koch (Landis & Koch, 1977), los coeficientes indican concordancia moderada.

Tabla 5. Comparativa de rendimiento de los algoritmos de árbol aleatorio y algoritmo J-48.

Criterio	Árbol aleatorio	Algoritmo J-48
Instancias clasificadas correctamente	1689/2228 (75.8078%)	1724/2228 (77.3788%)
Instancias clasificadas incorrectamente	539/2228 (24.1921%)	504/2228 (22.6212%)
Valor estadístico kappa	0.4132	0.4515
Error absoluto medio	0.2432	0.2672
Error raíz cuadrático medio	0.4643	0.4081
Error relativo absoluto	57.5727	63.2486
Error raíz cuadrático relativo	101.0343	88.7963

El clasificador categoriza correctamente el 77,37% de las instancias con el modelo J-48, y el 75,80% con el árbol aleatorio. En este caso de estudio, los algoritmos generaron resultados satisfactorios con muy poca variabilidad entre ellos, por lo que se considera que ambos son pertinentes para clasificar datos afines a los atributos académicos que ofrece el EXANI-II.

Los árboles de decisión son algoritmos estadísticos o técnicas de aprendizaje automático, que construyen modelos predictivos de análisis de datos para grandes cantidades de información, en función de su clasificación, según determinadas características o propiedades.

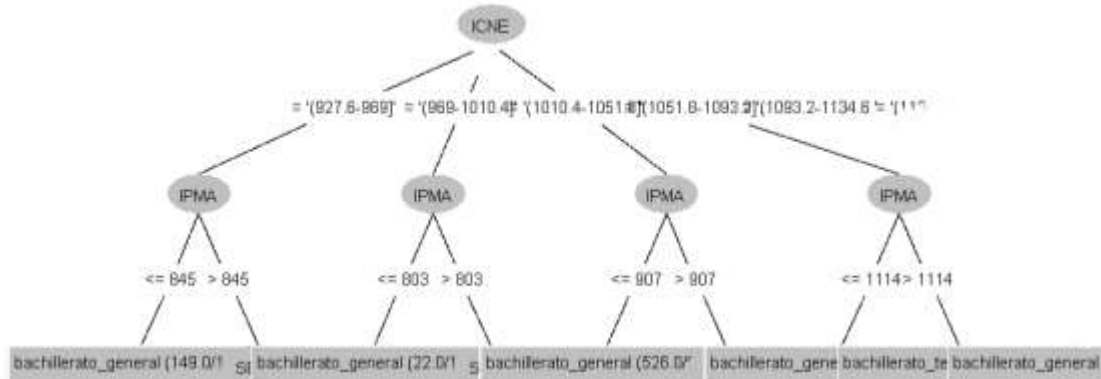


Figura 2. Extracto de diagrama de árbol generado con el algoritmo J-48.

En la figura 2 se visualiza una sección del árbol de decisión generado con el algoritmo J-48, en donde sigues el camino desde el nodo raíz (nodo principal superior), hasta una hoja, tomando decisiones en cada nodo interno según los valores que describen la variable académica evaluada para la toma de decisión y posterior ramificación.

Comparando los resultados obtenidos en esta investigación con los de otros autores (Kai et al., 2017; Mishra et al., 2014; Patacsil, 2020)

los árboles de decisión analizados muestran un buen desempeño como clasificadores de datos.

En la tabla 6, se despliegan las métricas calculadas con el software Weka para validar exactitud, precisión, sensibilidad, tasas de verdaderos y falsos positivos, tanto de estudiantes que provienen de bachillerato general como para alumnos que egresaron de bachillerato técnico.

Tabla 6. Comparativa de métricas obtenidas en los clasificadores.

Árbol de decisión	Clases	Tasa de verdaderos positivos	Tasa de falsos positivos	Precisión	Sensibilidad	Medida F
Algoritmo J-48	Bachillerato General	0.856	0.415	0.826	0.856	0.841
	Bachillerato Técnico	0.585	0.144	0.638	0.585	0.611
Árbol aleatorio	Bachillerato General	0.845	0.441	0.815	0.845	0.83
	Bachillerato Técnico	0.559	0.155	0.61	0.559	0.583

4. Conclusiones

La reprobación de alumnos en la educación superior es una gran problemática para mantener la calidad de los programas educativos. La predicción temprana de alumnos vulnerables genera oportunidades para aplicar estrategias didácticas que apoyen a mejorar el desempeño académico en los estudiantes de bajo rendimiento.

Este trabajo se centró únicamente en

variables académicas consideradas por el EXANI-II y se aplicó a estudiantes de nuevo ingreso en la Universidad Tecnológica de Chihuahua. El algoritmo J-48 dio una mayor exactitud que el árbol de decisión aleatorio. El uso de técnicas de minería de datos como lo son los árboles de decisión beneficia con la generación de retroalimentación que se puede considerar para el diseño de tutores inteligentes en cuanto a patrones en los procesos de aprendizaje y caracterización de

alumnos en función de su desempeño académico, influyendo en la toma de decisiones para selección de estrategias de enseñanza que fortalezcan las áreas débiles de cada alumno.

En investigaciones futuras se pretende incluir parámetros emocionales para analizar qué otros factores afectan el desempeño del estudiante y, posteriormente, desarrollar un sistema tutor inteligente para apoyo en la enseñanza de las matemáticas que incida en la reducción de índices de reprobación.

5. Agradecimientos

Esta investigación no se hubiera realizado sin el apoyo de la Universidad Tecnológica de Chihuahua, por permitir el acceso a la base de datos EXANI II de aspirantes a ingreso a su universidad.

6. Referencias

Alfonzo, M., & Pedagógica Experimental Libertador Venezuela, U. (2018). *Gestión del Conocimiento e Instituciones Educativas. IV.*

Alveiro, M., Rosado Gómez, A., Alejandra, E., & Ibáñez, V. (2019). *DATA MINING APPLICATION IN THE VIRTUAL EDUCATION.*

Aslam, S. M., Jilani, A. K., Sultana, J., & Almutairi, L. (2021). Feature Evaluation of Emerging E-Learning Systems Using Machine Learning: An Extensive Survey. In *IEEE Access* (Vol. 9, pp. 69573–69587). Institute of Electrical and Electronics Engineers Inc. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3077663>

CENEVAL. (2018). *Resultados del Examen Nacional de Ingreso a la Educación Superior en el año 2018.*

Elreedy, D., & Atiya, A. F. (2019). A Comprehensive Analysis of Synthetic Minority Oversampling Technique (SMOTE)

for handling class imbalance. *Information Sciences*, 505, 32–64. <https://doi.org/10.1016/j.ins.2019.07.070>

Franco, E. A., López Martínez, R. E., Hugo, V., & Domínguez, M. (n.d.). Predictive models of academic risk in computing careers with educational data mining. *Revista de Educación a Distancia. Núm.*, 66, 30–2021. <https://doi.org/10.6018/red>

Gonzalez-Marron, D., Enciso-Gonzalez, A., Karen Hernandez-Gonzalez, A., Gutierrez-Franco, D., Guizar-Barrera, B., & Marquez-Callejas, A. (2017). Evaluación de parámetros de encuesta de ingreso del CENEVAL para alumnos candidatos a ingresar al nivel superior, caso de estudio ITP Evaluation of CENEVAL Admission Surveyed Parameters for Students that are Candidates to Enter the Higher Education, ITP Study Case. In *Research in Computing Science* (Vol. 139).

Hamoud, A. K., Hashim, A. S., & Awadh, W. A. (2018). Predicting Student Performance in Higher Education Institutions Using Decision Tree Analysis. *International Journal of Interactive Multimedia and Artificial Intelligence*, 5(2), 26. <https://doi.org/10.9781/ijimai.2018.02.004>

Herrera Rivas, H., & Roque Hernández, R. V. (2019). Brecha digital, idioma inglés y su vínculo con la comprensión lectora en español. *RIDE Revista Iberoamericana Para La Investigación y El Desarrollo Educativo*, 10(19). <https://doi.org/10.23913/ride.v10i19.555>

Jimenez-Cruz, J. (2019). Transformando la educación desde la gestión educativa: hacia un cambio de mentalidad. *Praxis*, 15(2), 223–235. <https://doi.org/10.21676/23897856.2646>

Kai, S., Miguel, J., Andres, L., Paquette, L., Baker, R. S., Molnar, K., Watkins, H., & Moore, M. (2017). *Predicting Student*

Retention from Behavior in an Online Orientation Course.

Katore, L. S. (2015). Comparative Study of Recommendation Algorithms and Systems using WEKA. In *International Journal of Computer Applications* (Vol. 110, Issue 3).

Landis, J. R., & Koch, G. G. (1977). *This content downloaded from 128.230.234.162 on Fri* (Vol. 33, Issue 1).

Markov, Z., & Russell, I. (2006). *An Introduction to the WEKA Data Mining System.*
<https://doi.org/10.1145/1140123.1140127>

Masrur, A., Riyanarto, S., & Kelly, R. S. (2019). *2019 International Seminar on Application for Technology of Information and Communication (iSemantic).* IEEE.

Mishra, T., Kumar, D., & Gupta, S. (2014). Mining students' data for prediction performance. *International Conference on Advanced Computing and Communication Technologies, ACCT*, 255–262.
<https://doi.org/10.1109/ACCT.2014.105>

Oviedo Carrascal, A. I., & Jiménez Giraldo, J. (2019). Minería de datos educativos: Análisis del desempeño de estudiantes de ingeniería en las pruebas SABER-PRO. *Revista Politécnica*, 15(29), 128–140.
<https://doi.org/10.33571/rpolitec.v15n29a10>

Patacsil, F. F. (2020). Predicting University Students' Academic Success Using Different Tree Classifiers and Ensemble Approaches to Suggest Suitable Program. *INTERNATIONAL JOURNAL OF SCIENTIFIC & TECHNOLOGY RESEARCH*, 9, 2. www.ijstr.org

Perfil institucional - Ceneval. (n.d.). Retrieved December 6, 2023, from https://ceneval.edu.mx/sobre_el_ceneval-perfil_institucional/

Rajalakshmi, A., Vinodhini, R., Fathima Bibi, K., & Research Scholar, M. P. (2016). *Data Discretization Technique Using WEKA Tool.*
www.ijcset.net

Uvidia Fassler, M., Cisneros Barahona, A., Naranjo, P. M., & Villa Yáñez, H. (2018). Minería de datos para la toma de decisiones en la unidad de nivelación y admisión universitaria ecuatoriana Data mining for decision-making in the ecuadorian university leveling and admission unit. In *REVISTA CIENTÍFICA Revista Cumbres* (Vol. 4).
<http://investigacion.utmachala.edu.ec/revistas/index.php/Cumbres>

Vinutha, H. P., Poornima, B., & Sagar, B. M. (2018). Detection of outliers using interquartile range technique from intrusion dataset. *Advances in Intelligent Systems and Computing*, 701, 511–518.
https://doi.org/10.1007/978-981-10-7563-6_53

Visa, S., Ramsay, B., Ralescu, A., & van der Knaap, E. (2011). *Confusion Matrix-based Feature Selection.*

Wild Santamaría, G., Barrios Mendoza, S., Berlanga Reséndiz, K., & Hernández Castillo, L. (2015). *Estudio analítico del impacto de la información del cuestionario de contexto del Exani-II en el índice CENEVAL.*
<https://www.eumed.net/rev/tectzapic/2015/01/ceneval.html>



Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riit.com.mx

Implementación de trayectorias hipotéticas en el álgebra con apoyo de Tic y la metodología de Polya

Implementation of hypothetical learning paths in algebra with Tic's support and Polya methodology

Barradas-Arenas, U.D.^{a*}, Cocón-Juárez, J.F.^a, Vázquez-Aragón, M.R.^a, Pérez-Cruz, J.A.^a, Alcocer-Campos, M.H.^e

^a Facultad de Ciencias de la Información, Universidad Autónoma del Carmen, Avenida Periférica Norte 56, Fraccionamiento Lomas de Holché, Ciudad del Carmen, Campeche.

^e Universidad Pedagógica Nacional 042, Av. Héroes del Vigésima primera de Abril s/n, Playa Nte., 24100 Ciudad del Carmen, Campeche.

ubarradas@pampano.unacar.mx^{*}; jcocon@pampano.unacar.mx; mvazquez@pampano.unacar.mx; japcruz@pampano.unacar.mx; mario.alcocer@upn042.edu.mx

Innovación tecnológica: alternativas para el aprendizaje de álgebra.

Área de aplicación industrial: Educación.

Recibido: 24 octubre 2022

Aceptado: 16 junio 2023

Abstract

At present, the processes for teaching mathematics undergo constant changes with the introduction of new information technologies; the combination of robust methodologies such as Polya's presented in a planning based on hypothetical learning trajectories that include the Use of the ICT, are a tool that strengthens the learning process of students in key subjects such as algebra. The method used for this research is of a quantitative nature, applied to a first-semester group, modifying the planning in the numerical patterns, successions and series subjects and observing the results obtained with the other subjects with the usual planning.

Keywords: hypothetical trajectories, algebra, methodology, education, technological tools.

Resumen

En la actualidad los procesos para la enseñanza de las matemáticas sufren cambios constantes con la introducción de las nuevas tecnologías de información, la combinación de metodologías robustas como es el caso de la Polya presentada en una planeación basada en trayectorias hipotéticas de aprendizaje que incluyan el uso de las Tecnologías de información y comunicación (Tic), éstas son una herramienta que fortalece el proceso de aprendizaje de los estudiantes en asignaturas claves como el álgebra. El método utilizado para esta investigación es de carácter cuantitativo, aplicado a un grupo de primer semestre modificando la planeación en los temas patrones numéricos, sucesiones y series y observando los resultados obtenidos con los demás temas con la planeación habitual.

Palabras clave: trayectorias hipotéticas, álgebra, metodología, educación, herramientas tecnológicas.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo contiene la trayectoria hipotética del curso: Manejo de espacios y cantidades referente al tema “Caracterización de los fenómenos de variación constante”. En éste se presentan las hipótesis correspondientes que llevan las rutas de aprendizaje, las cuales mediante actividades constructivistas se detectan los posibles errores y con esto se buscan las alternativas correspondientes para generar los aprendizajes esperados en los estudiantes.

Los estudiantes del colegio de educación profesional técnica conforman una población de 500 alumnos en el primer semestre, los cuales presentan un examen de admisión el cual evalúa las áreas de razonamiento matemático y comprensión lectora, de acuerdo con datos estadísticos del departamento de control escolar, el área donde mayor problema se encuentra es la de razonamiento matemático, con esto, no llegan al primer semestre con las bases necesarias para poder comprender los contenidos temáticos del curso: Manejo de espacios y cantidades (Álgebra).

Se revisa los aspectos teóricos de las problemáticas del aprendizaje del álgebra en la cual se analizan los factores principales de

reprobación del curso y la necesidad de introducir nuevas herramientas basadas en tecnologías de información con las cuales se puede tener un apoyo en el aprendizaje.

A todo esto, se plantea la siguiente hipótesis de investigación, el uso de la trayectoria hipotética aprendizaje desarrolladas con la metodología de Polya será un apoyo para un mejor desempeño en los estudiantes del primer semestre en la asignatura de álgebra.

Este trabajo de investigación tiene como objetivo medir el impacto de la implementación de la trayectoria hipotética de aprendizaje en combinación con la metodología de Polya en la mejora de los aprendizajes de los estudiantes en el curso de álgebra con apoyo de la Tic.

El trabajo se encuentra integrado por la delimitación del problema que plantea los factores que generan la necesidad de implementar la trayectoria hipotética, el estado del arte en el cual se describe la problemática del aprendizaje del álgebra desde la perspectiva de los investigadores, las características que integran una trayectoria de aprendizaje, delimitación de los temas y contenidos, objetivo de los aprendizajes, capacidades de los estudiantes, estado del arte

de los errores y dificultades de los estudiantes, planteo de las hipótesis y trayectorias de aprendizaje, actividades a desarrollar, cerrando con los beneficios del uso de las trayectoria hipotéticas.

La metodología de Polya

Este método consiste en enumerar una serie de pasos para la resolución de problemas

matemáticos, parte de la comprensión, elaboración y ejecución de un plan, terminando con la visión retrospectiva (Figura 1), para realizar esto se plantean diversas interrogantes por cada una de las etapas, lo cual genera que el estudiante conozca todos los elementos a detalle y genere un aprendizaje significativo (Polya, 1965).



Figura 1. Pasos en la metodología de Polya. Fuente. Creación propia.

Paso 1: Comprender el problema.

Parte de las preguntas ¿Cuál es la incógnita y los datos?, ¿Cuál es la condición?, y si esta es suficiente redundante o contradictoria, con esto, se trata de visualizar el problema como un todo, buscando sea lo más claro posible.

Paso 2: Concebir un plan.

En este punto se deben considerar las partes principales del problema desde diferentes puntos de vista, los conocimientos previos son fundamentales, las interrogantes que se plantean son: ¿Existen problemas semejantes y que tan útiles pueden ser?, ¿En caso de no existir otro problema semejante como se puede resolver?, por último, ¿Se han empleado todos los datos?

Paso 3. Ejecutar el plan.

Para el paso tres se busca línea a seguir para llegar a la solución del problema, se debe estar seguro de que se tiene una plena comprensión del problema, la preguntar que se deben plantear son: ¿Se puede ver de manera clara que los pasos son correctos?, ¿Se puede demostrar?

Paso 4. Visión retrospectiva.

En el cierre se debe considerar todos los detalles de la solución y que estos sean lo más sencillos, es importante que siempre buscar una solución mejor a la obtenida y la relación

se puede tener para poder aplicarlo a otros problemas, las preguntas que se deben plantear son: ¿Se puede verificar el resultado y razonamiento?, ¿Se puede obtener el resultado de forma diferente?, ¿Se puede emplear el resultado en otro problema?

Las problemáticas en el aprendizaje del álgebra

Muchas son las problemáticas que presentan los estudiantes de bachillerato en el aprendizaje de las matemáticas, el 34.7% reprobaba el curso de matemáticas en el primer semestre (Ximhai, 2016).

Entre los factores principales de la reprobación del curso de álgebra se encuentran:

- *Falta de hábitos de estudio.* Los estudiantes se distraen en sus lugares de estudio, mantienen actitudes inapropiadas y no llevan un cronograma de tiempo para el estudio. Por lo general se preparan un día antes de las evaluaciones e intentan memorizar.
- *Dificultad para el razonamiento de problemas.* Requieren una gran cantidad de cálculos, no se basan en

memorización, estos necesitan que el estudiante este enfocado en el problema, por lo general los estudiantes siguen técnicas de memorización que no funcionan en este caso.

- *Deficiencia lecto-escritura.* De acuerdo con Celdran y Zamorano (2008), el estudiante debe conocer el proceso perceptivo, de acceso al léxico, sintáctico, semántico, ortográfico y de memoria operativa, los cuales son necesarios para poder comprender y razonar los problemas de forma correcta (Forero, 2006).
- *Falta de habilidad matemática.* La resolución de problemas consiste en un sofisticado proceso de poner en marcha diversas estrategias para solucionar el problema, esto se debe en la mayoría de los casos a que los estudiantes no poseen los conocimientos conceptuales necesarios para resolver los problemas (González, 2005).
- *Falta de interés.* La falta de interés es un factor muy común en las generaciones actuales, uno de los actores principales que lo genera es el docente, la falta de actualización y sobre todo el enfoque a las nuevas tecnologías de información genera que las sesiones de clases tengan que renovarse y en muchos de los casos no pasa.
- *Problemas de conducta.* Los estudiantes se encuentran en una etapa de rebeldía la cual tiene muchas otras prioridades que un buen desempeño en sus asignaturas.

Por tanto, la falta de comunicación entre el docente y los estudiantes genera parte de los factores antes mencionados, el uso de tecnologías de información puede ser un

apoyo de gran utilidad para evitar este problema (Guerrero y Flores, 2009).

De acuerdo con Gómez y Lupiáñez (2005), el uso de la tecnología permite el manejo dinámico de múltiples sistemas de representación de los objetos matemáticos lo cual es una característica muy importante en el aprendizaje de las matemáticas y sobre todo del álgebra.

Las nuevas aplicaciones tecnológicas ofrecen diversas características especiales las cuales son de gran utilidad en la enseñanza y aprendizaje del álgebra. Los conocimientos que se adquieren generan un proceso muy efectivo de la comprensión de las matemáticas de manera más significativa.

Los sistemas informáticos permiten a los estudiantes vivir experiencias desde una diferente perspectiva, construyendo modelos y representaciones con las cuales se puede probar diversas hipótesis y obtener conclusiones en un menor tiempo y con mayor exactitud (Castillo, 2011).

De acuerdo con Gamboa Araya (2007) otras ventajas que ofrece el uso de herramientas tecnológicas en la enseñanza del álgebra son:

- *Paso a paso.* Se requiere conocer el software, herramienta por herramienta, ya que con esto se puede saltar a soluciones de problemas con un grado mayor de complejidad.
- *Diferentes herramientas y métodos.* Se puede analizar un problema con una gran variedad de programas y analizar los resultados con diversos métodos, esto genera entre los estudiantes una discusión para saber cuál es la mejor solución, produciendo aprendizajes significativos.
- *Temas y tareas abiertos.* Para poder lograr el objetivo se debe dar libertad

al estudiante de seleccionar la herramienta que considere pueda darle la solución esperada.

- *Reflexiones y discusiones.* Estas consolidan los aprendizajes obtenidos, con esto se asegura si el estudiante obtuvo o no el aprendizaje esperado.

A su vez, no se puede escapar un factor muy importante, el profesor debe apoyar a los estudiantes para que estos desarrollen habilidades con el manejo del software, diseñando las tareas adecuadas con las cuales pueda lograr esta competencia (Sebastián y Figols, 2013).

La tecnología ha generado un cambio radical en la enseñanza del álgebra, esta es de gran ayuda en la resolución de problemas con resultados más eficientes y con un mayor grado de exactitud; sin embargo, siempre se debe considerar la posibilidad de cometer ciertos errores. Con esto se refiere que las buenas bases del papel y lápiz son fundamentales para tener la certeza de que los resultados que generan los programas utilizados son los adecuados (Arenas et al., 2018).

De acuerdo con Riveros et al., (2011), la tecnología abre espacios para que el alumno pueda tener experiencias matemáticas, que son difíciles con los métodos tradicionales, permitiéndole manipular objetos matemáticos dentro de un ambiente de exploración.

Desde la perspectiva del álgebra, programas como Wolfram Mathematica y GeoGebra, muestran soluciones desde problemas muy simples, hasta aquellos que requieren una cantidad de cálculos complejos.

Un buen uso de las tecnologías de información genera aprendizajes significativos, expande la mente de los

estudiantes, genera una mejor comprensión y con eso se logra obtener diversas competencias, pero se debe llevar un buen diseño de cada una de las actividades y supervisar que se logre los objetivos planeados de las mismas (Barallobres, 2016).

De acuerdo con Reyes et al., (2018) las limitaciones de los estudiantes del lenguaje algebraico generan la imposibilidad de desencadenar operaciones que podían hacerse de manera común y sencilla.

Según Castro (2012) las dificultades y obstáculos que se presentan en el aprendizaje del álgebra se clasifican en tres tipos: aquellas que son intrínsecas al objeto, otras que son inherentes al propio sujeto y aquellas otras que son consecuencia, en este último punto se debe considerar también la falta de buenas técnicas de enseñanza.

Entre las dificultades y errores se pueden distinguir tres etapas muy importantes, la primera se basa en el número de situaciones incorrectas a una gran variedad de problemas, el segundo punto parte de indagar los errores con una gran profundidad partiendo del origen, esta etapa se caracteriza por reconocer que los errores son también producto de otras variables del proceso educativo, el tercer punto parte de la clasificación del error y su frecuencia, por lo general en este punto no existe un patrón, esto genera que sea muy complicado de identificar (Zazkis y Liljedahl, 2002).

Por tanto, según Zazkis y Liljedahl, (2002) las dificultades del álgebra se organizan en categorías las cuales se asocian a la disciplina, complejidad y pensamiento matemático, los procesos de enseñanza desarrollados para el aprendizaje matemático, los procesos de desarrollo cognitivo del alumno y por último, las actitudes afectivas y emocionales hacia las matemáticas.

La falta de traducción del simbolismo algebraico al lenguaje natural, también presentan problemas en los estudiantes, ya que estos deben poseer un excelente empleo de la forma escrita de números, letras y signos para generar un sistema de representación que le permiten expresar aspectos y propiedades en un lenguaje algebraico (Fernández Millán y Molina, 2016).

Menciona Azañero Távora (2013) que los estudiantes tienen problemas al comprender los enunciados de los ejercicios, estos presentan dificultades en las interrogantes de los enunciados, sustenta que la interpretación de la oración es el origen de los errores y falta de comprensión de los temas.

De acuerdo con Martínez et al., (2014) los alumnos tienen serias deficiencias en el manejo de operaciones con números negativos y positivos. Así

como en el manejo de las jerarquías de las operaciones y el uso de paréntesis, a su vez se obtuvieron resultados deficientes en el manejo del lenguaje algebraico. Esto se evidenció en la dificultad que presentaron los alumnos al traducir del lenguaje común al lenguaje algebraico (p.5).

Características de las Trayectorias Hipotéticas de Aprendizaje

El Concepto de una trayectoria de aprendizaje está compuesto por un modelo del desarrollo del aprendizaje de los alumnos que se vincula a un tópico matemático particular, y por un conjunto de tareas que pueden promover dicho aprendizaje (Figura 2), la característica general de la trayectoria integra objetivos, capacidades, planificación e hipótesis (Bernabeu y Llinares, 2016).

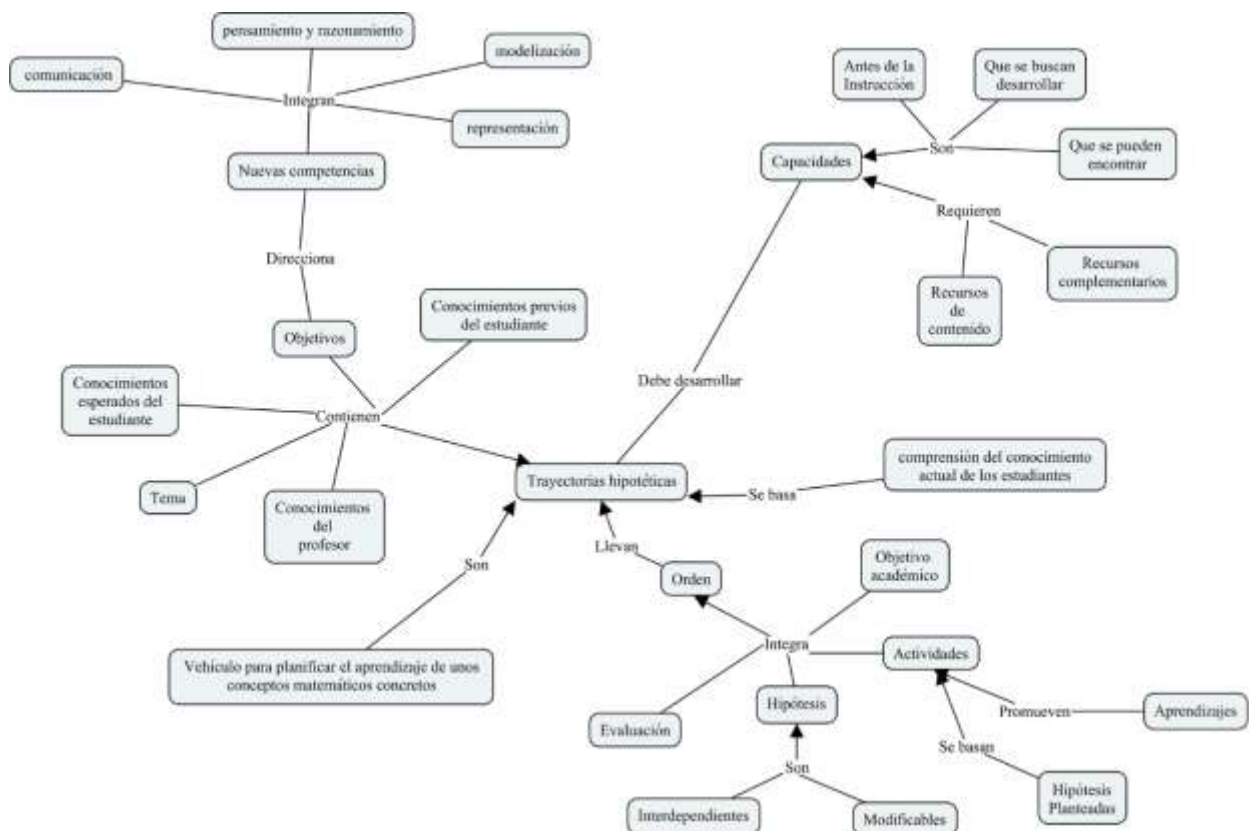


Figura 2. Trayectorias hipotéticas. Fuente. Creación propia.

METODOLOGÍA Y DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

La investigación realizada se basa en el enfoque cuantitativo, como primer paso se utilizó un instrumento que da validez a la propuesta que se plantea en el problema, este se encuentra compuesto por 12 reactivos los cuales se realizaron mediante la escala de

Likert, el instrumento tienen como objetivo medir las variables: objetivos preestablecidos por el estudiante, conocimientos previos y proceso de aprendizaje (tabla 1), dando el sustento requerido para el uso de la metodología propuesta, la población está compuesta por 21 estudiantes del curso de álgebra del primer semestre de bachillerato.

Tabla 1. Variables e indicadores.

Variable	Indicadores	Número de reactivos
Objetivos preestablecidos por el estudiante	Objetivos personales	2
	Propósitos y metas	2
Conocimientos previos	Compresión de temas	2
	Relación de los aprendizajes	2
Proceso de aprendizaje	Resultados de desempeño	2
	Nuevos aprendizajes	2

Fuente. Elaboración propia.

Para validar la confiabilidad del instrumento se utilizó el método estadístico alfa de Cronbach en la herramienta SPSS, este procedimiento da la certeza de que los

resultados obtenidos sean altamente viables (Campo y Oviedo, 2005), el instrumento aplicado mostró como resultado 0.89 lo cual lo hace altamente confiable (tabla 2).

Tabla 2. Estadísticas de fiabilidad.

Alfa de Cronbach	Alfa de Cronbach basada en elementos estandarizados	N de elementos
.883	.893	12

Fuente. Elaboración propia.

El estadístico de confiabilidad no requiere de suprimir ningún ítem ya que estos no

impactan de manera directa en los resultados obtenidos (tabla 3).

Tabla 3. Estadísticas de total de elemento.

	Media de escala si el elemento se ha suprimido	Varianza de escala si el elemento se ha suprimido	Correlación total de elementos corregida	Correlación múltiple al cuadrado	Alfa de Cronbach si el elemento se ha suprimido

Soy organizado en mis actividades escolares.	43.38	29.948	.617	.654	.872
Me propongo metas en mis actividades escolares.	43.33	31.133	.513	.574	.878
Evalúo mis resultados y trabajo para mejorarlos.	43.33	29.133	.718	.802	.866
Soy constante en los objetivos que me propongo para lograr mis aprendizajes.	43.57	29.057	.670	.621	.869
Repaso conocimientos anteriores de las asignaturas antes de iniciar los nuevos.	44.52	28.462	.615	.588	.873
Comprendo temas nuevos y los relaciono con los vistos en cursos anteriores.	43.57	30.957	.647	.755	.872
Propongo ideas en clase basadas en conocimiento de cursos anteriores.	44.52	28.662	.516	.660	.882
Tengo claro los conceptos previos vistos en clase y establezco una relación estrecha con los nuevos facilitando mi aprendizaje.	43.81	29.062	.580	.570	.875
Los resultados de mis evaluaciones diagnosticas son aceptables.	43.81	32.662	.331	.455	.886
Doy seguimiento a los temas de las asignaturas y comprendo los contenidos de estas de forma clara.	43.76	31.190	.505	.589	.878
Establezco objetivos en cada asignatura y logro un desempeño aceptable.	43.81	30.062	.856	.790	.864

Planteo retos en mis aprendizajes y analizo los resultados obtenidos en busca de mejorarlos.	43.43	30.557	.624	.697	.872
--	-------	--------	------	------	------

Fuente. Elaboración propia.

De acuerdo con el análisis del instrumento base, los estudiantes realizan un seguimiento de los resultados obtenidos en sus actividades y trabajan en su mejora, del total de la muestra el 52.4% lo menciona (figura 3), este

ítem impacta de manera directa en la variable objetivos preestablecidos por el estudiante la cual es una de las metas buscadas en la implementación de las THA.

Evaluó mis resultados y trabajo para mejorarlos.

21 respuestas

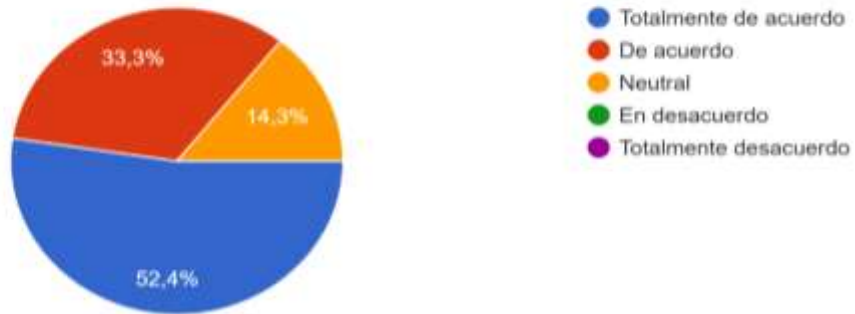


Figura 3. Objetivos preestablecidos. Fuente. Elaboración propia.

La variable conocimientos previos de los estudiantes en el indicador de la relación que el estudiante establece entre sus conocimientos previos y los nuevos demuestra que el 66.7% lo lleva a cabo

(figura 4), por tanto, dentro de las THA el logro de los aprendizajes esperados tiene una relación estrecha con los conocimientos base y dan apertura a la formulación de hipótesis demostrables.

Comprendo temas nuevos y los relaciono con los vistos en cursos anteriores.

21 respuestas

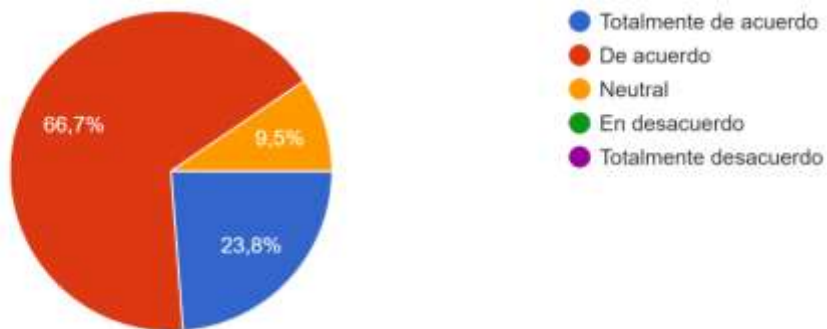


Figura 4. Conocimientos previos. Fuente. Elaboración propia.

Por último, los procesos de aprendizaje están sustentados en los objetivos y desempeño aceptable de los estudiantes, el 71.4% menciona que de cada meta que plantea logra

conseguir resultados favorables (figura 5), las THA se componen por objetivos alcanzables y en caso de no conseguirse se replantean las hipótesis.

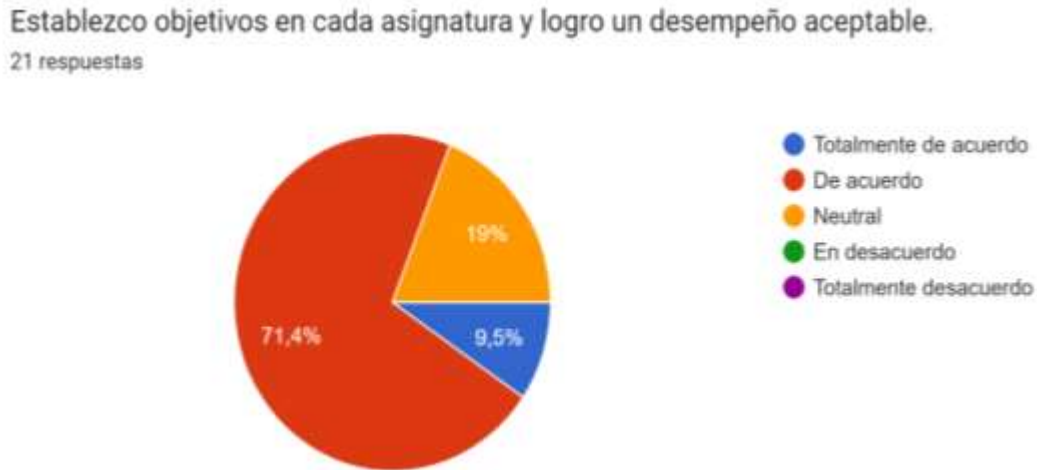


Figura 5. Procesos de aprendizaje. Fuente. Elaboración propia.

El instrumento base muestra una relación clara con los objetivos buscados por las THA, por tanto, se considera viable la propuesta de aplicación con la cual se busca lograr una mejor comprensión de los temas vistos en la asignatura y poder medirlos de tal forma que pueda aplicarse mejoras y nuevos planteamientos con resultados satisfactorios.

Con base en los resultados obtenidos del instrumento se obtiene todos los elementos necesarios para la elaboración de la THA, con la cual se implementará la propuesta de

solución en combinación con la metodología de Polya.

DESARROLLO DE LA PROPUESTA

El programa del curso lleva por nombre *Espacios y Cantidades*, que se imparte en el bachillerato tecnológico durante el primer ciclo escolar. Los temas seleccionados para la investigación fueron los *elementos del Álgebra básica* y el de *sucesiones y series* (Figura 6).

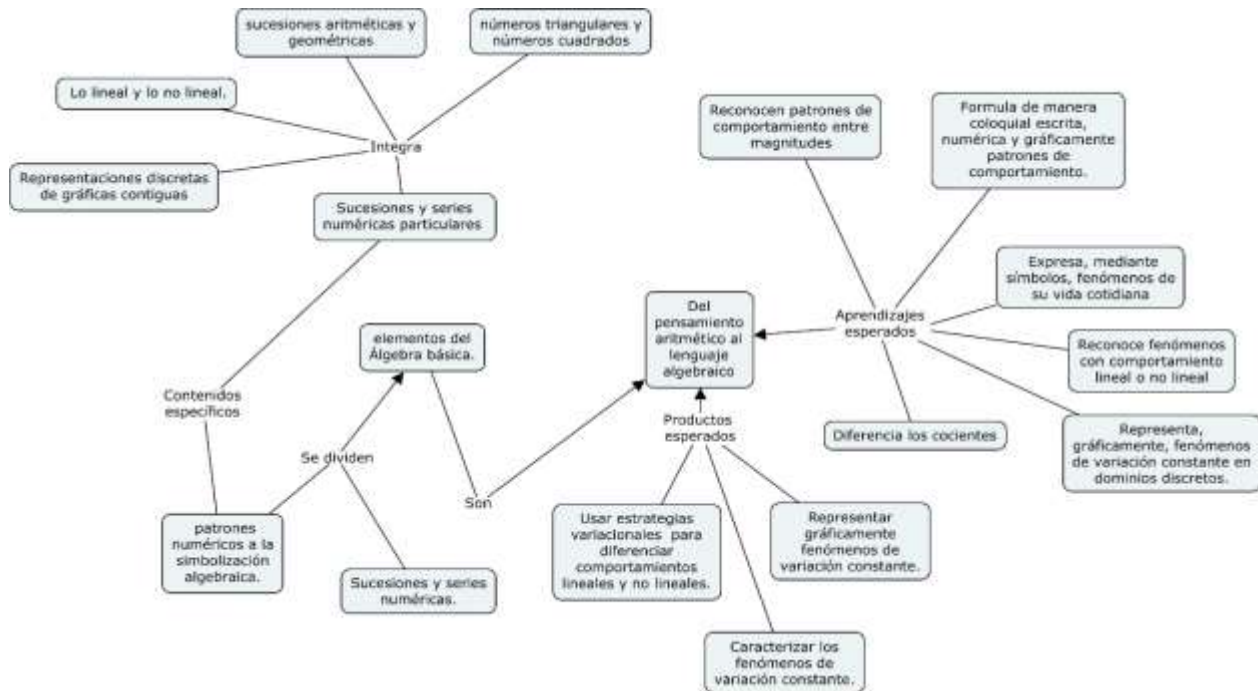


Figura 6. Contenidos a desarrollar. Fuente. Elaboración propia.

Objetivo del aprendizaje

Que el estudiante pueda interpretar y reconocer patrones de comportamiento, expresar y reconocer mediante símbolos fenómenos de su vida cotidiana ya sea de comportamiento lineal o no lineal y de manera gráfica.

Capacidades del estudiante

Antes

- Uso de las variables y las expresiones algebraicas.
- Usos de los números y sus propiedades.
- Conceptos básicos del lenguaje algebraico:
 - Transitan del pensamiento aritmético al lenguaje algebraico.
 - Desarrollan un lenguaje algebraico, un sistema simbólico para la generalización y la representación.
 - Expresan de forma coloquial y escrita fenómenos de su vida

cotidiana con base en prácticas como: simplificar, sintetizar, expresar, verbalizar, relacionar magnitudes, generalizar patrones, representar mediante símbolos, comunicar ideas, entre otras.

- Reconoce la existencia de las variables y distinguen sus usos como número general, como incógnita y como relación funcional.
- Interpreta y expresan algebraicamente propiedades de fenómenos de su entorno cotidiano.
- Evalúa expresiones algebraicas en diversos contextos numéricos.

Este apartado se verifica mediante la valoración del examen diagnóstico, el cual demuestra los conocimientos previos del estudiante, del cual se obtuvo como resultados que solo el 50% de los estudiantes

cuenta con una buena base de conocimientos previos (tabla 4).

Tabla 4. Evaluación diagnóstica.

Número de estudiantes	Conceptos teóricos	Resolución de problemas
21	56%	44%

Fuente. Elaboración propia.

Después

- Reconocen patrones de comportamiento entre magnitudes.
- Formula de manera coloquial escrita (retórica), numérica y gráficamente patrones de comportamiento.
- Expresa, mediante símbolos, fenómenos de su vida cotidiana.
- Reconoce fenómenos con comportamiento lineal o no lineal.
- Diferencia los cocientes.
- Representa, gráficamente, fenómenos de variación constante en dominios discretos.

Errores y dificultades de los estudiantes

La falta de bases sólidas en los contenidos anteriores al tema de características de los fenómenos de variación constante es una de las principales problemáticas que genera que

los estudiantes tengan dificultades en el aprendizaje y comenta errores en este proceso, estos resultados se obtuvieron de la evaluación diagnóstica aplicada a los estudiantes.

Hipótesis sobre el aprendizaje

1. Los estudiantes presentan problemas en la interpretación de patrones numéricos y su simbolización algebraica.
2. Los estudiantes presentan problemas en la representación y reconocimiento de fenómenos de comportamiento lineales y no lineales mediante el uso de papel y software matemático.
3. Los estudiantes presentan dificultades en la representación gráfica de fenómenos de variación constante mediante el uso de software de computadora.

Caminos del aprendizaje

Aplicando la trayectoria hipotética de aprendizaje en el estudiante (Figura 7), estos deben desarrollar las actividades de aprendizaje para lograr el cumplimiento de las hipótesis planteadas por el docente haciendo uso de los recursos de aprendizaje.



Figura 7. Caminos del aprendizaje. Fuente. Elaboración propia.

Tareas de aprendizaje

Actividad 1. Reconoce patrones de comportamiento entre magnitudes

Determina los primeros cinco términos de la sucesión cuyo término sea:

$$a_n=5n-2$$

Paso 1. Comprende el problema.

Para dar solución al problema los estudiantes deben tener conocimientos de los siguientes temas (aplicando la metodología de Polya):

1. Uso de las variables y las expresiones algebraicas.
2. Usos de los números y sus propiedades.
3. Conceptos básicos del lenguaje algebraico.

Los alumnos deben relacionar los conocimientos previos y resolver el problema, el docente debe iniciar con la siguiente pregunta:

- *¿Cuál es la incógnita?*
Calcular las posibles soluciones para este caso del valor de n.
- *¿Cuáles son los datos?*
Para este caso es la sucesión $a_n=5n-2$ y los valores de $n = (1,2,3,4,5)$.
- *¿Qué letra designará a la incógnita?*
Para el caso de esta sucesión será la letra n.
- *¿Cuál es la condición?*
Calcular la sucesión tomando en cuenta los primeros 5 valores para n, los cuales son: $n = (1,2,3,4,5)$.
- *¿Es suficiente la condición para determinar la incógnita?*

Se conoce la sucesión y los valores similares con los cuales se puede implementar una solución.

Paso 2. Plan. De acuerdo con la instrucción se llevó a cabo el siguiente:

- *¿Se ha encontrado un problema semejante?*

Existe una gran cantidad de problema similares con los cuales se puede implementar una solución, a continuación, veremos un ejemplo:

Veremos un ejemplo el cual realizaremos en papel y lápiz.

Encuentra el décimo término de la sucesión

$$a_n = \frac{n}{n+2}$$

Sustituimos valor de n con el décimo término

$$a_{10} = \frac{10}{10+2} = \frac{5}{6}$$

Con base en esto partimos a la siguiente interrogante.

- *¿Puede hacer uso de él?*

Como la sucesión es similar a la planteada en el problema los pasos a seguir para la solución son los mismo, por tanto, si se puede hacer uso.

Regresando al problema anterior realizamos los siguientes pasos:

1. Obtener los valores de n = (1,2,3,4,5).
2. Hacer las operaciones correspondientes.
3. Utilizar software como apoyo.
4. Obtener los resultados.

Paso 3. Ejecutar el plan. Se lleva a cabo el plan para buscar los resultados deseados.

$$1. a_n = 5n - 2$$

$$a_1 = 5(1) - 2 = 3$$

$$a_2 = 5(2) - 2 = 8$$

$$a_3 = 5(3) - 2 = 13$$

$$a_4 = 5(4) - 2 = 18$$

$$a_5 = 5(5) - 2 = 23$$

Utilizando Excel para obtener valores n, con la formula (véase figura 8).

$$=(5 * F4) - 2$$

n	5n-2
1	3
2	8
3	13
4	18
5	23

Figura 8. Valores en tabla. Fuente: Creación propia.

Respondemos a las siguientes cuestiones.

- *¿Puede ver claramente que el paso es correcto?, ¿Puede demostrarlo?*
Para este caso es correcto pudimos comprobar mediante el uso de la herramienta Excel que los resultados son los mismo que mediante el uso de papel y lápiz, el cual también demuestra que al colocar la sucesión se generan los valores esperados.

Paso 4. Examinar la solución obtenida.

Plantea las siguientes interrogantes:

- *¿Puede usted verificar el resultado?, ¿puede verificar el razonamiento?*
La asignación de datos dentro de las sucesiones demuestra que los resultados son correctos, sobre todo al comprobar el ejercicio basado en la demostración del ejemplo propuesto anteriormente y el planeamiento dentro de la hoja de cálculo.
- *¿Puede obtener el resultado de forma diferente?*
Se puede plantear la sucesión de manera diferente y obtener el mismo resultado.
- *¿Se puede presentar el resultado en algún otro problema?*
Para este tipo de sucesiones la soluciones a obtener pueden llevar el mismo procedimiento.

Actividad 2. Reconoce fenómenos de comportamiento lineal y no lineal.

Ulises y Sara tienen dos videojuegos que desean jugar. Tienen planeados jugar ambos exactamente durante 45 minutos. Desean utilizar una ecuación que exprese la relación entre los minutos que pasen jugando “hombre Bolonia” y “debes cortar el cable”.

¿Puede ser representada mediante una ecuación lineal de dicha relación?

Paso 1. Comprende el problema.

Para dar solución al problema los estudiantes deben tener conocimientos de los siguientes temas:

1. Interpreta y expresa algebraicamente propiedades de fenómenos de su entorno cotidiano.
2. Evalúa expresiones algebraicas en diversos contextos numéricos.
3. Reconocen patrones de comportamiento entre magnitudes.

Los alumnos deben relacionar los conocimientos previos y resolver el problema, el docente debe iniciar con la siguiente pregunta:

- *¿Cuál es la incógnita?*
Representar la ecuación lineal y demostrarla.
- *¿Cuáles son los datos?*
Para este caso x = tiempo jugando Bolonia, y = tiempo jugando debes cortar el cable.
- *¿Qué letra designará a la incógnita?*
Para el caso de este problema el valor de y .
- *¿Cuál es la condición?*
Demostrar que se puede representar una ecuación lineal con base en el enunciado.
- *¿Es suficiente la condición para determinar la incógnita?*
Se conoce la condición y los valores similares con los cuales se puede implementar una solución.

Paso 2. Plan.

De acuerdo con la instrucción se llevó a cabo el siguiente:

- *¿Se ha encontrado un problema semejante?*
Existe una gran cantidad de problemas similares con los cuales se puede implementar una solución, a continuación, veremos un ejemplo:

Veremos un ejemplo el cual realizaremos en papel y lápiz y el software GeoGebra.

Manuel es un vendedor de pinturas de casa la compañía para la que trabaja le paga un salario fijo de \$65 pesos al día, más 20 de comisión por cada cubeta de pintura que venda.

- *¿Puede ser representada mediante una ecuación lineal de dicha relación?*

$y =$ salario total / día

$x =$ cantidad de cubetas vendidas / día por tanto

$y = 20x + 65$ (véase figura 9)

ya que el salario es fijo y las comisiones pueden variar.

Asignamos valores para tabularla

x	y
0	65
1	85
2	105
3	125

$$y = 20(0) + 65 = 65$$

$$y = 20(1) + 65 = 85$$

$$y = 20(2) + 65 = 105$$

$$y = 20(3) + 65 = 125$$

Se captura la ecuación al programa GeoGebra

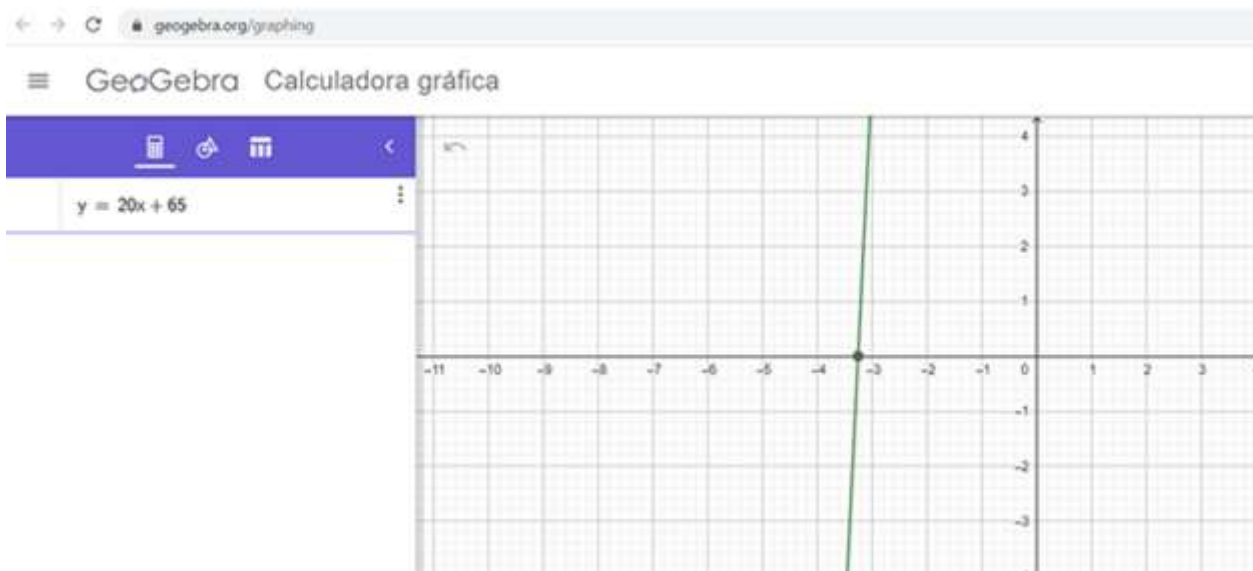


Figura 9. Demostración en GeoGebra. Fuente. Creación propia.

Por tanto, dando respuesta a la siguiente interrogante:

- *¿Puede ser representada mediante una ecuación lineal de dicha relación?*

Si, queda demostrado que se puede representar la ecuación lineal.

Con base en esto partimos a la siguiente interrogante.

- *¿Puede hacer uso de él?*

Como el problema es similar al planteado los pasos a seguir para la

solución son los mismo, por tanto, si se puede hacer uso.

Regresando al problema anterior realizamos los siguientes pasos:

1. Con base en el problema representamos los valores de x, y .
2. Formulamos la ecuación.
3. Asignamos cuando menos 2 valores.
4. Demostramos gráficamente.

Paso 3. Ejecutar el plan.

Se lleva a cabo el plan para buscar los resultados deseados.

x = tiempo jugando Bolonia

y = tiempo jugando debes cortar el cable.

$$x+y = 45$$

$-x+x+y=45-x$ // eliminamos la x de la izquierda

$$y=45-x \text{ // movemos } x$$

$$y=-x+45 \text{ (véase figura 9)}$$

la ecuación tiene forma de la recta $y=mx+b$, agregamos un valor 1 para que sea similar

$$y=-1x+45$$

asignamos valores

x	y
0	45
1	44
2	43
3	42

$$y=-1(0)+45=45$$

$$y=-1(1)+45=44$$

$$y=-1(2)+45=43$$

$$y=-1(3)+45=42$$



Figura 9. Ecuación en GeoGebra. Fuente. Creación propia.

Por tanto, dando respuesta a la siguiente interrogante:

- *¿Puede ser representada mediante una ecuación lineal de dicha relación?*

Si, queda demostrado que se puede representar la ecuación lineal.

Paso 4. Examinar la solución obtenida.

Plantea las siguientes interrogantes:

- *¿Puede usted verificar el resultado?, ¿puede verificar el razonamiento?*

La asignación de datos para la ecuación obtenida da respuesta a la interrogante propuesta en él

problema, sobre todo al comprobar el ejercicio basado en la demostración del ejemplo propuesto anteriormente y el planeamiento dentro del programa GeoGebra.

- *¿Puede obtener el resultado de forma diferente?*

Se puede plantear la descripción verbal del problema de diferentes formas y obtener el mismo resultado.

- *¿Se puede presentar el resultado en algún otro problema?*

Para este tipo de ejercicios solo se debe verificar que cumpla con los

requerimientos de la ecuación de la recta.

RESULTADOS DE LA INVESTIGACIÓN

Con base en los resultados obtenidos de los 21 estudiantes que interactuaron con la propuesta se obtuvieron los siguientes resultados.

Tabla 4. Análisis de resultados.

Número de estudiantes	Aprendizajes obtenidos	Resultados finales de la actividad propuesta
21	65%	78%

Fuente. Creación propia.

El 65% de los estudiantes lograron desarrollar la actividad en todas las etapas propuestas de acuerdo con la metodología planteada, a pesar de que el 78% tuvo calificación aprobatoria, el 13% logro resolver el problema, pero presentó dificultades en los caminos planteados durante la THA, por tanto, se comprueba la hipótesis planteada en el problema de investigación.

Se demostró que a pesar de que los estudiantes presentan problemas en interpretación, simbolización algebraica, reconocimiento de fenómenos lineales, representación gráfica de fenómenos e interpretación de resultados mediante programas matemáticos, la metodología planteada basada en Polya y las THA arrojó resultados satisfactorios por encima de la media.

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Las THA han despertado el interés de la investigación matemática, con estas se pueden analizar desde los más profundo los errores de aprendizaje de los estudiantes y dar soluciones efectivas para corregirlos, todo esto se plantea en hipótesis la cuales durante la ruta de aprendizaje se van modificando.

Algunas de las desventajas que pueden presentar es que requieren de gran cantidad de tiempo para su elaboración, otra es que requiere de actualización constante lo que deben ser revisadas cada ciclo escolar, de acuerdo con Lima y Biachini (2022) requiere se adapte a las actuaciones de los escolares, y una idea tradicional de la planificación de esa instrucción que se basa en la búsqueda de unos objetivos predeterminados y en el diseño de unas tareas para lograrlos.

Otra de las desventajas que, dada la naturaleza hipotética e inherentemente incierta de este proceso, el profesor se verá obligado a modificar sistemáticamente cada aspecto de la trayectoria hipotética de aprendizaje (Gómez y Lupiáñez, 2005).

Algunas de las ventajas de las THA es que generan caminos para que los profesores puedan moverse en el trayecto del aprendizaje de alumno, reduciendo el margen de error de estos, le proporcionaron al investigador un criterio racional para decidir el diseño que él considera, la mejor conjetura de cómo puede avanzar el aprendizaje (Mateos Mateos, 2009).

Otra ventaja de las THA es que el desglose de las actividades permite ver de manera clara los caminos del aprendizaje, en estas se pueden detectar los errores desde un inicio e irse modificando para poder llegar al aprendizaje esperado.

CONCLUSIONES

Las THA como medio de apoyo para la generación de actividades y detección de errores en el aprendizaje son de gran utilidad y que mejor aplicarlas en el primer semestre de bachillerato donde más altos son los índices de reprobación y abandono escolar, en ocasiones los estudiantes se les complica expresar dudas sobre los contenidos

temáticos por diversos factores, con el uso de las THA se puede detectar con tiempo debilidades de los estudiantes y se pueden atender para lograr el aprendizaje de estos.

En el diseño de las THA no se debe olvidar siempre contemplar la esencia de éstas que es la generación de hipótesis, actividades de aprendizaje constructivistas que lleven a los estudiantes a los conocimientos esperados, recursos de aprendizaje y evaluación.

Su estructura es compleja y estructurada, el acompañamiento de la metodología de Polya dentro de las THA, generan que el desarrollo de las actividades sea aún más detallado y se busque casi en su totalidad el aprendizaje por parte de los estudiantes en cada una de sus tareas.

No se debe olvidar el apoyo que las tecnologías de información generan y que es clave integrarlas en el desarrollo de las THA, herramientas como GeoGebra, Excel, Mathematica, entre otras, nos permiten realizar análisis, comparaciones y sobre todo interpretar resultados que mediante el uso de papel y lápiz tendría un grado mayor de complejidad.

La implementación de las THA genera grandes beneficios y debería ser aplicada en los diseños de clase de los bachilleratos generales dentro de las secuencias didácticas como trabajo de academia.

FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

Como futura línea de investigación se propone el desarrollo de un sistema de información para la creación de secuencias de aprendizaje basadas en trayectorias hipotéticas de aprendizaje la cual los docentes involucrados en las asignaturas de matemáticas puedan proponer diversas

actividades y enriquecer los contenidos de las THA.

BIBLIOGRAFÍA

- Arenas, C. B., Rico, S. E. P., & Zavaleta, J. G. M. (2018). Arithmetic procedures in variational phenomena problem-solving. *Bolema - Mathematics Education Bulletin*, 32(60), 75–91. <https://doi.org/10.1590/1980-4415v32n60a04>
- Azañero Távara, L. M. (2013). Errores que presentan los estudiantes de primer grado de secundaria en la resolución de problemas con ecuaciones lineales. *Pontificia Universidad Católica del Perú*, 1–116. <http://tesis.pucp.edu.pe/repositorio/handle/123456789/5064>
- Barallobres, G. (2016). Diferentes interpretaciones de las dificultades de aprendizaje en matemática. *Educacion Matematica*, 28(01), 39–68. <https://doi.org/10.24844/em2801.02>
- Bernabeu, M., & Llinares, S. (2016). El desarrollo de una “mirada profesional”: La idea de trayectoria de aprendizaje del pensamiento geométrico. *XIV Jornadas de Redes de Investigación en docencia Universitaria*, 2041(378), 1148–1163. <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/61787>
- Campo, A., & Oviedo, H. (2005). Revista Colombiana de Psiquiatría Aproximación al uso del coeficiente alfa de Cronbach. *Revista Colombiana de Psiquiatría*, XXXIV(1), 571–580. <http://www.redalyc.org/pdf/806/80634409.pdf><http://www.redalyc.org/pdf/806/80650839004.pdf>
- Castillo Nava, M. (2011). ¿Es la comunicación un factor de aprendizaje de las matemáticas? *Revista Iberoamericana de Educación*, 56(3), 1–

5. <https://doi.org/10.35362/rie5631520>
- Castro, E. (2012). Dificultades en el aprendizaje del álgebra escolar. *Investigación en Educación Matemática XVI*, 2012, 75–94. <http://funes.uniandes.edu.co/11199/2/Castro2012Dificultades.pdf>
- Celdran, N., & Zamorano, F. (2008). Dificultades en la adquisición de la lecto-escritura y otros aprendizajes. *Investigacion y Educacion*, 1, 37. <http://diversidad.murciaeduca.es/orienta mur/gestion/documentos/unidad24.pdf>
- Fernández Millán, E., & Molina, M. (2016). Indagación en el conocimiento conceptual del simbolismo algebraico de estudiantes de secundaria mediante la invención de problemas. *Enseñanza de las Ciencias. Revista de investigación y experiencias didácticas*, 34(1), 53–71. <https://doi.org/10.5565/rev/ensciencias.1455>
- Forero, A. (2006). Desarrollo de la lectoescritura: adquisición y dominio. *Acta Colombiana De Psicología*, 9(1), 25–40. <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=79890103>
- Gamboa Araya, R. (2007). Uso de la tecnología en la enseñanza de las matemáticas. *Cuadernos de investigación y formación en educación matemática*, 3, 11–44.
- George Polya (1965). Cómo plantear y resolver problemas [título original: How To Solve It?]. México: Trillas. 215 pp. *Entreciencias: diálogos en la Sociedad del Conocimiento*, 3(8).
- Guerrero, T. M., & Flores, H. C. (2009). Teorías del aprendizaje y la instrucción en el diseño de materiales didácticos informáticos. *Educere*, 13(45), 317-329.
- Gómez, P., & Lupiáñez, J. L. (2005). Trayectorias hipotéticas de aprendizaje en la formación inicial de profesores de matemáticas de secundaria. *V Congreso Ibero-Americano de Educação Matemática*, 1, GD 08.
- González, R. (2005). Un modelo explicativo del interés hacia las matemáticas de las y los estudiantes de secundaria. *Educación Matemática*, 17(001), 107–128. <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=40517105>
- LIMA, G. L. DE, & BIANCHINI, B. L. (2022). Reflexões Sobre O Ensino E a Aprendizagem De Álgebra a Partir Das Produções Do Gt04 Da Sbem. *Educação em Revista*, 38. <https://doi.org/10.1590/0102-469824723>
- Martínez, L. H., Rincon, E. G. F., & Domínguez, Á. (2014). *El Juego Y El Aprendizaje Cooperativo En La Enseñanza De Las Ecuaciones De Primer Grado*. February 2015, 397–405. <https://n9.cl/xf4v>
- Mateos Mateos, R. (2009). Dificultades de Aprendizaje. *Psicología educativa*, 15(1), 13–19. https://www.cesip.org.pe/sites/default/files/27dificultades_de_aprendizaje.pdf
- Reyes, M. M., Martín, A. S., Manuel, J., & Soto, S. (2018). *La importancia de la variación en el concepto de función : un caso de exploración mediante el uso de tecnología*. 10, 63–70.
- Riveros, V., Mendoza, M. I., & Castro, R. (2011). Las tecnologías de la información y la comunicación en el proceso de instrucción de la matemática Information and communication technologies in the process of teaching Mathematics. *Quorum académico*, 8(15), 111–130. <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=>

199018964007

- Sebastián, R., & Figols, S. (2013). La enseñanza de las matemáticas y la tecnología. *Innovación Educativa*, ISSN-e 1665-2673, Vol. 13, N° 62, 2013, págs. 61-74, 13(62), 61-74. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4707717&info=resumen&idioma=ENG%0Ahttps://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4707717&info=resumen&idioma=SPA%0Ahttps://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=4707717>
- Ximhai, R. A. (2016). *El hombre libre no debe aprender ninguna disciplina a la manera del esclavo; pues los trabajos corporales que se practican bajo coerción es posible que no produzcan daño al cuerpo, en tanto que en el alma no permanece nada que se aprenda coercitivamente*. *Platón*. 12(3), 143-161.
- Zazkis, R., & Liljedahl, P. (2002). Generalization of patterns: The tension between algebraic thinking and algebraic notation. *Educational Studies in Mathematics*, 49(3), 361-378. <https://doi.org/10.1023/A:1020291317178>