



# **ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

## **FACULTAD DE CIENCIAS**

### **CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

#### **“OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DE LA HOJA DE MAZORCA DE MAÍZ (*Zea mays L.*) MEDIANTE EL PROCESO DE HIDRÓLISIS ÁCIDA”**

##### **Trabajo de titulación**

Tipo: Proyecto de investigación

Presentado para optar al grado académico de:

##### **INGENIERA QUÍMICA**

**AUTORA:** SAMANTA ELIZABETH SANAGUANO PERALTA

**DIRECTORA:** ING. GABRIELA TUBÓN USCA Ph.D

Riobamba - Ecuador

2021

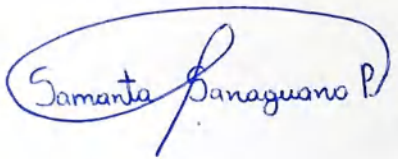
**©2021, Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta**

Se Autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación. El patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 20 de abril de 2021.

A handwritten signature in blue ink that reads "Samanta Sanaguano P." The signature is enclosed within a hand-drawn oval.

.....  
**Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta**

**C. I. 060514799-0**

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

El Tribunal del trabajo de integración curricular certifica que: El trabajo de titulación: Tipo: Proyecto de Investigación, **OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DE LA HOJA DE MAZORCA DE MAÍZ (*Zea mays L.*) MEDIANTE EL PROCESO DE HIDRÓLISIS ÁCIDA**, realizado por la señorita: **SAMANTA ELIZABETH SANAGUANO PERALTA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del trabajo de titulación, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Ing. Adrián Rodríguez Pinos		
<b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>	_____	2021-04-20
Ing. Gabriela Tubón Usca Ph.D		
<b>DIRECTORA DEL TRABAJO</b>	_____	2021-04-20
<b>DE TITULACIÓN</b>		
Ing. Linda Flores Fiallos		
<b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>	_____	2021-04-20

## **DEDICATORIA**

A Dios y a la Virgen María por bendecirme y guiarme en cada paso de mi vida. A mi madre Ana Peralta a quien le debo lo que soy, por brindarme su cariño, confianza, palabras de aliento en cada momento de mi vida y por permitirme alcanzar este sueño. A mi padre Guido Sanaguano que a pesar de estar muerto siempre vive en mi corazón y pensamiento. A mis hermanos Juan y Verónica que son mis compañeros de vida, por su cariño y apoyo constante. Y a mi sobrino Juan David que nos llena de alegrías cada momento. Porque son lo más importante en mi vida el presente trabajo es dedicado a ustedes.

Samanta

## **AGRADECIMIENTO**

A Dios y a la Virgen María por permitirme culminar una meta más y ser el pilar fundamental en mi vida. A mi madre por ser un apoyo incondicional, confiar en mí y por brindarme todos sus esfuerzos para que culmine mi carrera, además de ser un ejemplo de enseñanza de que todo es posible si se tiene fe, esfuerzo y dedicación. A mis hermanos que han estado pendientes de mí, por brindarme el apoyo necesario y por estar siempre a mi lado. A mi directora de tesis la Ingeniera Gabriela Tubón que siempre mostro su gran interés por el tema, me brindo sus conocimientos, apoyo y la orientación necesaria durante todo el desarrollo de este trabajo de investigación. De la misma manera a la Ingeniera Linda Flores por su colaboración. A los docentes y técnicos de laboratorio de la carrera de Ingeniería Química de la ESPOCH que compartieron sus conocimientos durante mi periodo de formación académica universitaria y que me permitieron crecer personal y profesionalmente. A mis compañeros y amigos con los que compartí mi formación académica ya que siempre hubo una motivación y apoyo mutuo que me ayudó a cumplir con este sueño.

Samanta

## TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS .....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE GRÁFICOS .....	xiii
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xiv
ÍNDICE DE ABREVIATURAS .....	xv
RESUMEN.....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
INTRODUCCIÓN .....	1
Identificación del Problema .....	1
Justificación de la Investigación .....	2
Objetivos de la Investigación .....	3
Objetivo General .....	3
Objetivos Específicos.....	3
<b>CAPÍTULO I</b>	
1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	4
1.1. Antecedentes de la investigación .....	4
1.2. Marco conceptual o glosario .....	7
1.2.1. Maíz .....	7
1.2.2. Hoja de mazorca de maíz .....	8
1.2.3. Biomasa lignocelulósica.....	9
1.2.3.1. Celulosa.....	9
1.2.3.2. Hemicelulosa.....	10
1.2.3.3. Lignina .....	11
1.2.4. Nanocelulosa.....	11
1.2.4.1. Nano-objetos de celulosa .....	12

1.2.4.2.	Materiales nano-estructurados .....	14
1.2.5.	Extracción de nanocelulosa a partir de biomasa lignocelulósica .....	15
1.2.5.1.	Pretratamientos de la biomasa.....	15
1.2.5.2.	Extracción de nanocelulosa.....	15
1.2.6.	Aplicaciones nanocelulosa .....	19
1.2.7.	Desafíos de la nanocelulosa .....	20

## **CAPITULO II**

2.	MARCO METODOLÓGICO .....	22
2.1.	Hipótesis y variables .....	22
2.1.1.	Hipótesis General .....	22
2.1.2.	Hipótesis Específicas .....	22
2.2.	Identificación de variables .....	22
2.2.1.	Variable Independiente .....	22
2.2.2.	Variable Dependiente.....	22
2.3.	Operacionalización de variables.....	23
2.4.	Matriz de consistencia.....	25
2.5.	Tipo y diseño de investigación.....	27
2.5.1.	Tipo de investigación .....	27
2.5.1.1.	Experimental .....	27
2.5.2.	Diseño de investigación .....	27
2.6.	Unidad de análisis .....	28
2.7.	Población de estudio .....	28
2.8.	Tamaño de muestra .....	28
2.9.	Selección de muestra.....	28
2.10.	Técnicas de recolección de datos .....	28
2.10.1.	Extracción de celulosa.....	29
2.10.2.	Obtención de nanocelulosa .....	31
2.10.2.1.	Obtención de nanocelulosa por el método hidrolisis acida combinada con tratamientos de ultrasonidos.....	31



2.10.2.2.	Obtención de nanocelulosa por el método de ultrasonidos de alta intensidad. ....	33
2.10.3.	Caracterización materia prima .....	34
2.10.3.1.	Contenido de humedad.....	34
2.10.3.2.	Contenido de ceniza .....	35
2.10.3.3.	Determinación de lignina .....	35
2.10.3.4.	Solubilidad en agua caliente.....	37
2.10.4.	Caracterización celulosa.....	37
2.10.4.1.	Rendimiento de celulosa (%) .....	37
2.10.4.2.	Determinación de alfa celulosa .....	38
2.10.5.	Caracterización nanocelulosa.....	39
2.10.5.1.	Transmitancia óptica .....	39
2.10.6.	Caracterización a la materia prima, celulosa y nanocelulosa.....	40
2.10.6.1.	Apariencia de las fibras.....	40
2.10.6.2.	Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo.....	41
2.10.6.3.	Microscopia electrónica de barrido (SEM) .....	42

### **CAPITULO III**

3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	43
3.1.	Análisis de resultados.....	43
3.1.1.	Caracterización de la materia prima.....	43
3.1.1.1.	Composición química.....	43
3.1.1.2.	Espectroscopia infrarrojo .....	44
3.1.1.3.	Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras).....	46
3.1.2.	Caracterización de la celulosa .....	46
3.1.2.1.	Extracción de celulosa.....	47
3.1.2.2.	Análisis estadístico.....	48
3.1.2.3.	Espectroscopia infrarrojo .....	51
3.1.2.4.	Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras).....	53
3.1.3.	Caracterización nanocelulosa.....	54
3.1.3.1.	Espectroscopia infrarrojo .....	54

3.1.3.2.	Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras).....	56
3.1.3.3.	Análisis SEM .....	57
3.1.3.4.	Análisis visual .....	58
3.1.3.5.	Transmitancia óptica .....	60
3.2.	Prueba de hipótesis.....	61
	<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>64</b>
	<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>65</b>
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	
	<b>ANEXOS</b>	

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1-1.</b>	Características morfológicas del maíz. ....	7
<b>Tabla 1-2.</b>	Operacionalización de variables. ....	23
<b>Tabla 2-2.</b>	Matriz de consistencia. ....	25
<b>Tabla 3-2.</b>	Diseño experimental de la investigación. ....	27
<b>Tabla 4-2.</b>	Proceso de extracción de celulosa a partir de hoja de mazorca de maíz. ....	30
<b>Tabla 5-2.</b>	Proceso de obtención de nanocelulosa por el método hidrolisis acida (con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 60% y 65%) combinado con tratamientos de ultrasonidos ....	32
<b>Tabla 6-2.</b>	Proceso de obtención de nanocelulosa por el método de ultrasonidos de alta intensidad. ....	33
<b>Tabla 7-2.</b>	Método para determinar el contenido de humedad de las hojas de mazorca de maíz. ....	34
<b>Tabla 8-2.</b>	Método para determinar el contenido de cenizas de las hojas de mazorca de maíz. ....	35
<b>Tabla 9-2.</b>	Método para determinar el contenido de lignina de las hojas de mazorca de maíz. ....	36
<b>Tabla 10-2.</b>	Método para determinar solubilidad en agua caliente de hojas de mazorca de maíz. ....	37
<b>Tabla 11-2.</b>	Método para determinar el contenido de alfa celulosa. ....	38
<b>Tabla 12-2.</b>	Método para determinar la Transmitancia de la nanocelulosa. ....	40
<b>Tabla 13-2.</b>	Método para observar la apariencia de las muestras. ....	40
<b>Tabla 14-2.</b>	Método para determinar grupos funcionales por espectroscopia de infrarrojo. ....	41
<b>Tabla 15-2.</b>	Procedimiento para utilización del SEM. ....	42
<b>Tabla 1-3.</b>	Análisis de la composición química de las hojas de mazorca de maíz. ....	43
<b>Tabla 2-3.</b>	Variables utilizadas para la determinación del rendimiento de celulosa y alfa celulosa. ....	47
<b>Tabla 3-3.</b>	Resultados del rendimiento de la extracción de celulosa de la hoja de mazorca de maíz. ....	47

<b>Tabla 4-3.</b>	Resultados de la alfa celulosa presente en las muestras de celulosa extraídas de la hoja de mazorca de maíz. ....	48
<b>Tabla 5-3.</b>	Resultados simplificados del porcentaje de rendimiento de celulosa. ....	49
<b>Tabla 6-3.</b>	Análisis de varianza del rendimiento de extracción de celulosa de la hoja de mazorca de maíz.....	49
<b>Tabla 7-3.</b>	Resultados simplificados del porcentaje alfa celulosa.....	50
<b>Tabla 8-3.</b>	Análisis de varianza de la alfa celulosa presente en las muestras de celulosa extraídas de la hoja de mazorca de maíz. ....	50
<b>Tabla 9-3.</b>	Transmitancia de las suspensiones de nanocelulosa. ....	60
<b>Tabla 10-3.</b>	Características de las nanocelulosas obtenidas. ....	62

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1-1.</b>	Mazorca de maíz. ....	8
<b>Figura 2-1.</b>	Estructura de la pared celular de la biomasa lignocelulósica. ....	9
<b>Figura 3-1.</b>	Estructura de la celulosa. ....	10
<b>Figura 4-1.</b>	Estructura química de la hemicelulosa. ....	10
<b>Figura 5-1.</b>	Precursores químicos de la lignina. ....	11
<b>Figura 6-1.</b>	Aislamiento de fibras de celulosa en nano fibras y nanocristales de celulosa. ..	12
<b>Figura 7-1.</b>	Esquema de rutas comúnmente seguidas para la fabricación de nanocelulosa ..	13
<b>Figura 8-1.</b>	Desintegración mecánica de la fibra de celulosa. ....	16
<b>Figura 9-1.</b>	Procedimiento de individualización de nanofibras de celulosa por ultrasonificación. ....	17
<b>Figura 10-1.</b>	Hidrolisis acida de la celulosa. ....	17
<b>Figura 11-1.</b>	Papel de nanofibras ópticamente transparente y papel convencional. ....	19
<b>Figura 12-1.</b>	Papel de filtro modificado con nanocelulosa. ....	20
<b>Figura 1-2.</b>	Diagrama de flujo para la extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz. ....	29
<b>Figura 2-2.</b>	Diagrama de flujo obtención de nanocelulosa por el método de hidrólisis ácida	31
<b>Figura 3-2.</b>	Diagrama de flujo obtención de nanocelulosa por ultrasonidos de alta intensidad. ....	33
<b>Figura 1-3.</b>	Imagen de la hoja de mazorca de maíz en el microscopio. ....	46
<b>Figura 2-3.</b>	Imagen en el microscopio de la celulosa obtenida en cada experimento. ....	53
<b>Figura 3-3.</b>	Imagen en el microscopio de las nanocelulosas obtenidas en cada tratamiento.	56
<b>Figura 4-3.</b>	Imágenes SEM de (a) celulosa de hojas de mazorca de maíz, (b) nanocelulosa tratada con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 60% seguida de ultrasonidos, (c) nanocelulosa tratada con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 65% seguida de ultrasonidos y (d) nanocelulosa tratada con ultrasonidos. ....	57
<b>Figura 5-3.</b>	Dispersión de (a) fibras de hojas de mazorca de maíz, (b) celulosa purificada químicamente, (c) nanocelulosa tratada con ultrasonido y (d) nanocelulosa tratada con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . ....	59
<b>Figura 6-3.</b>	Imagen de: (a) suspensiones de nanocelulosa, (b) láminas de nanocelulosa. ....	60

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1-3.</b>	Espectro infrarrojo muestra de hoja de mazorca de maíz. ....	44
<b>Gráfico 2-3.</b>	Espectro infrarrojo muestra del licor negro. ....	45
<b>Gráfico 3-3.</b>	Espectro infrarrojo de los 6 experimentos aplicados en la extracción de celulosa. .....	51
<b>Gráfico 4-3.</b>	Espectro infrarrojo de las nanocelulosas obtenidas con diferentes tratamientos. ....	54
<b>Gráfico 5-3.</b>	Contenido de alfa celulosa en las muestras de celulosa extraídas. ....	61
<b>Gráfico 6-3.</b>	Rendimiento de la celulosa extraída en cada experimento. ....	63

## ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** Determinación del contenido de humedad
- ANEXO B:** Determinación del contenido de ceniza
- ANEXO C:** Determinación del contenido de lignina.
- ANEXO D:** Determinación de la solubilidad en agua caliente.
- ANEXO E:** Extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz.
- ANEXO F:** Obtención de nanocelulosa.
- ANEXO G:** Determinación del contenido de alfa celulosa.
- ANEXO H:** Determinación de grupos funcionales por espectroscopia de infrarrojo.
- ANEXO I:** Determinación de la apariencia de las fibras.
- ANEXO J:** Determinación de la Transmitancia.
- ANEXO K:** Determinación de la morfología de la nanocelulosa por microscopia electrónica de barrido (SEM).
- ANEXO L:** Datos experimentales y aplicación de fórmulas para la caracterización de la materia prima (hoja de mazorca de maíz).
- ANEXO M:** Grupos funcionales presentes en las muestras
- ANEXO N:** Resultados de la medición de Transmitancia de las muestras de nanocelulosa.
- ANEXO O:** Cálculos empleados en la preparación de soluciones

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

<b>CNF:</b>	Nanofibras de celulosa
<b>CNC:</b>	Nanocristales de celulosa
<b>BNC:</b>	Nanocelulosa bacteriana
<b>MCC:</b>	Celulosa microcristalina
<b>MFC:</b>	Celulosa microfibrilada
<b>PVA:</b>	Alcohol de polivinilo
<b>SEM:</b>	Scanning Electron Microscope / Microscopio electrónico de barrido
<b>RPM:</b>	Revoluciones por minuto
<b>E:</b>	Experimento
<b>t:</b>	tiempo
<b>T:</b>	Temperatura
<b>NC-A60:</b>	Nanocelulosa con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 60%
<b>NC-A65:</b>	Nanocelulosa con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 65%
<b>NC-U:</b>	Nanocelulosa tratada con ultrasonido



## RESUMEN

El objetivo de la presente investigación fue obtener nanocelulosa a partir de hojas de mazorca de maíz. Primero se extrajo celulosa mediante 6 experimentos que consistieron en someter las hojas de mazorca a tratamientos físicos y químicos (tratamiento alcalino y blanqueo), en el paso del tratamiento alcalino se trabajó con dos variables: concentración de hidróxido de sodio y temperatura de extracción, manteniendo constante la proporción fibra/licor (1:20) y tiempo de extracción de 2 horas, posteriormente se realizó la caracterización morfológica y química de las celulosas, así como un análisis estadístico de los resultados cuantitativos, identificando que el experimento E5 obtuvo mejores resultados, con un rendimiento de 38,94% y un contenido de alfa celulosa de 91,51%. Luego se obtuvo la nanocelulosa para lo cual se empleó 2 métodos, en el primero se aplicó hidrólisis ácida con concentraciones de ácido sulfúrico al 60% y 65%, manteniendo constante la relación fibra/ácido de 1:20, a 45°C y durante 45 minutos, que se combinó con tratamientos de ultrasonido, mientras que en el segundo método se empleó solo tratamientos de ultrasonido. Las muestras obtenidas se secaron al ambiente y se caracterizaron, determinando que la nanocelulosa con mejores características fue la obtenida con ácido sulfúrico al 65%, que presentó un valor de Transmitancia de 90,779%, la microscopía óptica y el análisis SEM comprobó la presencia de nano estructuras de celulosa con diámetros entre 10 a 50  $\mu\text{m}$ , y la espectroscopia infrarroja confirmó la presencia de los grupos funcionales propios de la celulosa. Se recomienda en la extracción de celulosa realizar experimentos con mayores concentraciones de hidróxido de sodio para corroborar la eliminación completa de lignina y hemicelulosa. En cuanto a la nanocelulosa para su caracterización se recomienda utilizar otros métodos de secado como liofilización o secado por aspersión para evitar en cierta medida la aglomeración de fibras.

**Palabras clave:** <HOJA DE MAZORCA DE MAÍZ (*Zea mays L.*)>, <CELULOSA>, <EXTRACCIÓN>, <LICOR NEGRO>, <NANOCELULOSA>, <HIDRÓLISIS ÁCIDA>, <ULTRASONIDOS>



## ABSTRACT

The aim of the present research was to obtain nanocellulose from corn cob leaves. First, cellulose was extracted through 6 experiments that consisted of subjecting the cob leaves to physical and chemical treatments (alkaline treatment and bleaching), two variables were used in the alkaline treatment step: sodium hydroxide concentration and extraction temperature, keeping the fiber / liquor ratio constant (1:20) and extraction time of 2 hours. Subsequently, the morphological and chemical characterization of the celluloses was carried out, as well as a statistical analysis of the quantitative results, identifying that the E5 experiment obtained better results, with a yield of 38.94% and an alpha cellulose content of 91.51%. To obtain the nanocellulose, 2 methods were used: in the first, acid hydrolysis was applied with concentrations of sulfuric acid at 60% and 65%, keeping the fiber / acid ratio constant at 1:20, at 45 ° C and for 45 minutes, which was combined with ultrasound treatments; while in the second method only ultrasound treatments were used. The samples obtained were dried in the environment and characterized, determining that the nanocellulose with the best characteristics was that obtained with 65% sulfuric acid, which presented a Transmittance value of 90.779%, optical microscopy and SEM analysis confirmed the presence of nanocellulose structures with diameters between 10 and 50  $\mu\text{m}$ , and infrared spectroscopy confirmed the presence of cellulose's own functional groups. It is recommended in the extraction of cellulose to carry out experiments with higher concentrations of sodium hydroxide to corroborate the complete elimination of lignin and hemicellulose. Regarding nanocellulose for its characterization, it is recommended to use other drying methods such as lyophilization or spray drying to avoid fiber agglomeration to a certain extent.

**Keywords:** <CORN COB LEAF (*Zea mays* L.)>, <CELLULOSE>, <EXTRACTION>, <BLACK LIQUOR>, <NANOCELLULOSE>, <ACID HYDROLYSIS>, <ULTRASOUNDS>

## INTRODUCCIÓN

### **Identificación del Problema**

El rápido crecimiento poblacional tiene como una de sus consecuencias el aumento en la demanda de bienes o recursos, el mismo que a su vez viene acompañado del aumento de varios tipos de desechos dentro de los cuales se encuentran los desechos sólidos, los mismos que se generan debido a actividades comerciales, industriales o agrícolas.

En relación a las actividades agrícolas estas desempeñan un papel clave en la economía de los países, ya que proporcionan alimentos y oportunidades de empleo. En el Ecuador la actividad agrícola es la base de la oferta exportable y tradicionalmente ha sido el sustento de la estructura productiva del país, siendo así que en el 2018 se consignaron más de 23000 millones de kg en producción de cultivos agrícolas (Riera et al., 2019, p. 228), los mismos que contribuyen a la economía del país, sin embargo, el sector agrícola es también uno de los principales focos de generación de residuos sólidos, tal es el caso que en el 2014 la producción de residuos sobrepasó los 10 millones de toneladas (Serrano et al., 2018, p. 44). El problema radica en que estos residuos generalmente no son reutilizados y son desechados inadecuadamente, ya que son quemados o arrojados a basureros, quebradas o ríos, contribuyendo así al daño de los ecosistemas (Pérez, 2016, p. 32).

Según informa la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO), el maíz es el cereal más cultivado a nivel mundial, siendo así que en 2016 se tuvo una producción superior a los 1.060 millones de toneladas, mismo que tiene tendencia a aumentar en los próximos años debido a especialmente al crecimiento poblacional. En Ecuador la producción de este cereal alcanza 1.215.193 toneladas al año que conjuntamente produce 434.921,32 toneladas de residuos del mismo anualmente (Ministerio de Electricidad y Energía Renovable, 2014, p. 51).

La gran cantidad de residuos provenientes del maíz se deben a que una vez que se los cosecha, la parte que tiene mayor valor comercial son sus granos, mas no sus complementos como son las hojas de mazorca de maíz, haciendo que estas se conviertan en un material sin ningún valor económico razón por la cual son desechadas sin tener en cuenta que su composición y posibilidad de procesamiento puede ser aprovechado como materia prima para la obtención de materia lignocelulósica, que al purificarse sirve para la elaboración de nuevos productos o materiales.

Además la contaminación que genera el mal manejo de los desechos atenta a las diferentes formas de vida del planeta, razón por la cual es de gran importancia buscar soluciones que minimicen la contaminación y una alternativa es la búsqueda de materiales biodegradables, que cumplan las mismas funciones de los materiales convencionales pero con la particularidad de que provengan de fuentes naturales renovables, con lo que se beneficie y satisfaga las necesidades de los seres humanos así como del ambiente.

## **Justificación de la Investigación**

Existe una gran cantidad de residuos agrícolas que no son aprovechados, pero ventajosamente, desde las últimas décadas se ha dado un mayor interés en estos residuos o desechos agrícolas ya que tienen una renovabilidad anual, tienen ciclos de crecimiento cortos, son amigables con el ambiente gracias a su biodegradabilidad, tienen un valor económico significativamente bajo comparado con otras materias primas y los componentes presentes en los mismos tienen buenas propiedades estructurales. Además, suponen una alternativa de sustitución de la madera que se utiliza para la producción de fibras de celulosa, cuya explotación ha sido excesiva y ha ocasionado efectos negativos al medio ambiente como son la pérdida de biodiversidad de flora y fauna, el cambio climático, la desertificación, entre otros. Estas particularidades mencionadas los convierten en recursos útiles que favorece al ahorro de materias primas tradicionales y la conservación de los recursos naturales. Una característica que comparten todos los residuos agrícolas es que presentan contenidos variados de celulosa, hemicelulosa y lignina (Sanchez, 2015, p. 13), siendo la celulosa el más conocido ya que es el componente base de algunos productos como: papel, cartón, aditivos, fibras, entre otros (Locane, 2019, p. 14). Pero en los últimos años ha ganado gran interés el empleo de celulosa para la obtención de nanocelulosa, que son diminutas estructuras que se caracterizan por su ligereza, flexibilidad y resistencia (Santos y Silva, 2019, p. 1). Debido a estas propiedades se ha sugerido el empleo de nanocelulosa como refuerzo para distintos polímeros como los plásticos, elaboración de nanopapel y nanofiltros, como estabilizador de emulsiones como por ejemplo cremas y tónicos, para el desarrollo de bionanocomposites con buenas propiedades mecánicas y de barrera, como aditivo de pinturas para aumentar la viscosidad y adherencia, para la elaboración de implantes médicos o como apósitos para heridas, en aplicaciones en las que se requiere alta transparencia, resistencia y baja expansión térmica, como en aplicaciones de cosméticos, encapsulación de productos farmacéuticos, películas, recubrimientos de barrera, tratamiento de aguas, como plantillas de componentes electrónicos y más (Payán, 2016, pp. 54-55).

Por lo tanto, la finalidad del presente tema de investigación es la presentación de una alternativa sustentable que se basa en la utilización y valorización de las hojas de mazorca de maíz, que es un residuo renovable, no tienen costo y se genera en grandes cantidades en el Ecuador, para la extracción de celulosa y posterior obtención de nanocelulosa que es un material novedoso y que se presenta como una materia prima de gran funcionalidad para las diferentes industrias, un producto base que no solo permite mejorar las propiedades de los materiales, sino que también minimiza el impacto ambiental, ya que al provenir de una fuente vegetal constituye un material no tóxico y biodegradable. A la vez también se plantea que este trabajo sirva de base para futuras investigaciones que generen impactos positivos tanto para la sociedad como para el medio ambiente.

## **Objetivos de la Investigación**

### **Objetivo General**

Obtener nanocelulosa a partir de la hoja de mazorca de maíz (*Zea mays L.*) mediante el proceso de hidrólisis ácida

### **Objetivos Específicos**

- Extraer celulosa a partir de las hojas de maíz mediante tratamientos físico-químicos para su posterior caracterización
- Preparar y caracterizar nanocelulosa para el establecimiento de comparaciones con otras investigaciones reportadas.
- Determinar el porcentaje de rendimiento de celulosa obtenido a partir de las hojas de maíz.

## CAPÍTULO I

### 1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

#### 1.1. Antecedentes de la investigación

El desarrollo de materiales va de la mano con el desarrollo y avances de la sociedad, donde los materiales que subsisten son considerados los más aptos. Sin embargo, la mayoría de los materiales que son empleados en la actualidad si bien satisfacen las necesidades de los seres humanos, no hacen lo mismo con el medio ambiente, ya que contribuyen con la contaminación y agotamiento de recursos naturales. Un ejemplo de esto es el papel, que es uno de los materiales que ha tenido gran acogida desde hace mucho tiempo atrás hasta la actualidad, el mismo que para su elaboración emplea como materia prima la madera de los árboles, genera gran cantidad de subproductos contaminantes y emplea grandes cantidades de agua durante su proceso productivo. Otro ejemplo es el plástico que se produce a partir de derivados del petróleo y cuyo largo periodo de descomposición ocasiona la acumulación de residuos que ponen en riesgo las diferentes formas de vida, ya que se quedan impregnados o son ingeridos por diferentes animales.

Los graves problemas ambientales que está sufriendo el planeta a causa de las actividades humanas y sus desechos, a su vez han creado consistencia y responsabilidad de realizar cambios, que favorezcan tanto a la sociedad como al planeta, uno de estos cambios se puede ver reflejado en investigaciones que proponen el uso de residuos agroindustriales para la obtención de materiales biodegradables que cierren su ciclo de vida útil y así no contaminen, como la celulosa que es un polímero natural, a partir del cual se puede obtener un material con mejores características como lo es la nanocelulosa, que se convierte en un material novedoso debido a que se usa materias primas renovables, tiene aplicaciones en varios campos de la ciencia y su desarrollo a nivel industrial podría contribuir a la sustitución de los plásticos, que son uno de los materiales que contaminan el ambiente debido a su largo periodo de degradación.

En la revisión elaborada por Abdul Khalil et al. (2014, p. 650), se explica que la celulosa es el biopolímero natural renovable más abundante en la tierra y está presente en una amplia variedad de especies, como plantas, animales y algunas bacterias. Es el principal componente estructural de las plantas y está recuperando importancia como recurso químico renovable para reemplazar los materiales derivados del petróleo. En cuanto al término "nanocelulosa" generalmente se refiere a materiales celulósicos que tienen al menos una dimensión en el rango nanométrico, esta se puede producir mediante diferentes métodos que están en función de las fuentes lignocelulósicas de donde se extraigan. Recientemente, se ha dirigido un interés considerable a las nano fibras de

celulosa debido a su baja expansión térmica, efecto reforzante, buenas propiedades mecánicas y ópticas que pueden encontrar muchas aplicaciones en nanocomposites, fabricación de papel, aditivos de recubrimiento, papeles de seguridad, envasado de alimentos y barreras de gas. Existen varios trabajos de investigación en donde se obtiene nanocelulosa partir de fuentes renovables como, por ejemplo:

En el trabajo presentado por Melikoğlu et al. (2019, p. 331) se obtiene nanocelulosa a partir de orujo o piel de manzana, para lo cual primero realizaron la extracción de la celulosa en donde se manipularon 3 variables: concentración de NaOH, tiempo de extracción y temperatura del proceso, luego a la celulosa extraída en polvo la sometieron a un proceso de hidrólisis acida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 45%, en una relación fibra/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 1:20, durante 45 minutos y a 50°C en un agitador magnético. Al finalizar el tiempo de reacción se detiene la hidrólisis añadiendo cubos de hielo de agua destilada. Luego se eliminó el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> centrifugando las muestras por cinco veces. El sedimento formado se separa y se diluye con agua destilada. Luego se somete a diálisis a 4°C hasta alcanzar un pH neutro, esto dura de 5 a 9 días. La suspensión de nanocelulosa obtenida se somete a un tratamiento ultrasónico para reducir el tamaño del agregado, esto durante 10 minutos en un baño de hielo. Finalmente, la suspensión se congela a -24 ° C durante la noche, se trató en un liofilizador a -48 ° C durante 24 h y se almacenó a 5 ° C en un frasco de vidrio.

En Brasil, Mendes et al. (2015, pp. 1–2) realizaron un tratamiento alcalino para purificar la celulosa de cascara de maíz mediante la eliminación de lignina y hemicelulosa. En el tratamiento se empleó una solución de álcali de 5% en peso de NaOH con una relación fibra / licor: 1:20, a temperatura ambiente, durante 2 horas y con agitación mecánica vigorosa. La celulosa en polvo extraída se añadió a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 60%, en una relación fibra/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 1:20, durante 80 minutos y a 45°C en un agitador magnético. Al finalizar el tiempo de reacción se detuvo la hidrólisis y se eliminó el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mediante una secuencia de centrifugación de las muestras, seguida de tratamientos ultrasónicos. Luego se secó la nanocelulosa mediante el uso de un secador por pulverización.

De la misma manera en Francia, Smyth et al. (2017, p. 258) usaron la cascara de maíz para la obtención de nanocristales de celulosa, donde primero molieron las hojas secas y las colocaron en una solución de NaOH al 2% con una relación solido/liquido de 1:20 durante toda la noche a condiciones ambiente. Luego lo filtraron y lavaron hasta un pH de 7, las fibras obtenidas las blanquearon con una solución de NaClO<sub>2</sub>, solución tampón acética y agua destilada. Para obtener nanocristales de celulosa colocaron las fibras blanqueadas en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, la misma que se calentó hasta los 45°C y con agitación constante durante 45 minutos. Luego la hidrólisis se detuvo añadiendo cubos de agua destilada fría a la suspensión. Esta última se centrifugo y se colocó en una bolsa de diálisis hasta obtener un pH neutro. La suspensión fue sonicada durante 5

minutos y se filtró a través de una malla de nylon. Finalmente, al filtrado se le añadió 3 gotas de cloroformo para evitar la desnaturalización y se almacenó en un refrigerador.

En India, Mandal y Chakrabarty (2011, p. 1292) obtuvieron nanocelulosa a partir de bagazo de caña de azúcar, a la que luego se la caracterizó mediante difracción de rayos X, calorimetría de barrido, microscopia de fuerza atómica, análisis termo gravimétrico y espectrofotómetro infrarrojo. El proceso consistió primero en secar y moler el bagazo, luego lo sometieron a un proceso de blanqueo con una solución de clorito de sodio seguido de un lavado y posteriormente se lo hirvió con sulfito de sodio. Para la obtención de la celulosa a la mezcla anterior la hirvieron con NaOH, luego se filtró, siendo el residuo insoluble la celulosa, la misma que la lavaron con agua destilada y se seca, luego a la celulosa obtenida se la hidrolizo con  $H_2SO_4$  bajo una fuerte agitación, posteriormente la reacción se detuvo lavando la muestra con agua destilada, se centrifugo y por último con la ultrasonicación se obtuvo la nanocelulosa.

El equipo de investigación de la Universidad Putra en Malasia, extrajo nano cristales de celulosa a partir de hojas de té, las mismas que se sometieron a un tratamiento térmico alcalino con NaOH al 4%, 80°C y por 3 horas, luego se aplicó el blanqueamiento con clorito de sodio ( $NaClO_2$ ), una solución tampón y agua destilada. La celulosa extraída se sometió a hidrólisis acida con  $H_2SO_4$  al 65% en peso, con agitación mecánica por 45 minutos y a 45°C, con lo que se obtuvo la nanocelulosa que luego se sometió a la caracterización morfológica y estructural (Rahman et al., 2017, pp. 2–3).

Aquí en el Ecuador Herrera et al. (2019, pp. 124–125) de la Universidad Politécnica Nacional utilizaron los residuos que se generan en los procesos de extracción de la fibra de raquis de la planta de abacá para la obtención de nanocelulosa. Primero secaron y molieron las puntas de abacá, para luego pasar al tratamiento alcalino con NaOH para los cual usaron un digestor giratorio, la pulpa obtenida se lava, seca y pesa. Posteriormente se da el tratamiento de hidrólisis acida con  $H_2SO_4$  al 64% (p/p) a 45°C y agitación constante, pero con variaciones de tiempo y proporciones de ácido/celulosa. El producto de este proceso se diluye con agua desionizada, se centrifuga a 3200 rpm por 20 minutos hasta formar un sedimento acido, luego este se lava hasta que el pH sea neutro, se realiza el tratamiento de ultrasonido en un baño de hielo, se filtra en un crisol tipo Gooch y finalmente se seca a 60°C por 4 horas.

Por estos antecedentes, en el presente trabajo de titulación se pretende obtener nanocelulosa, que es un producto de gran valor añadido a partir de la hoja de mazorca de maíz que es un residuo que se genera en grandes cantidades en nuestro país, además presentar una alternativa que contribuya al cuidado del planeta con la disminución de la deforestación de los bosques, que en la actualidad siguen siendo la fuente principal de celulosa.



## 1.2. Marco conceptual o glosario

### 1.2.1. Maíz

El maíz (*Zea mays L.*) forma parte de la familia de las gramíneas, se trata de una planta anual originaria de Centroamérica, que puede alcanzar hasta los 4 metros de altura, tiene una diversidad genética amplia que se refleja en la morfología de la planta, hojas, mazorcas y granos (Fuentes, 2012, p. 3).

Para su cultivo el maíz requiere de una temperatura entre 25-30°C y de una fuerte incidencia de luz solar. Se cultiva en todo tipo de suelo siempre que el suelo tenga un pH entre 6 a 7, sea profundo y rico en materia orgánica (Ministerio de Electricidad y Energía Renovable, 2014, p. 51).

Se caracteriza por su adaptabilidad a diversas condiciones climáticas ya sea en zonas de humedad relativa, precipitadas o con altitudes sobre el nivel del mar. De manera general y dependiendo del ambiente donde se lo cultiva se clasifica en dos tipos: maíz tropical, que es cultivado en ambientes cálidos y maíz de zona templada, cultivado en climas más fríos.

Actualmente es el segundo cultivo con mayor producción a nivel mundial, estando el trigo en primer lugar y el arroz en tercero. Además el maíz es de gran importancia económica debido a que es utilizado como alimento humano, alimento para animales o como fuente de diversos productos industriales (Ripusudan et al., 2001, pp. 1–2).

**Tabla 1-1.** Características morfológicas del maíz.

Aspecto de la planta	Maíz
Hábito	Anual
Multiplicación	Por semillas
Hojas	Anchas
Mazorca	Muchas filas, cubierta
Fruto	Desnudo
Reproducción	Sexual
Semilla	Sin latencia

Fuente: (Ripusudan et al., 2001, p. 14)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### ***1.2.2. Hoja de mazorca de maíz***

En México es conocida como totomoxtle y se refiere a la cascara u hoja que cubre y protege la mazorca de maíz, aproximadamente se obtiene de 8 a 10 hojas de cada mazorca. Las hojas de mazorca de maíz son muy apreciadas por algunas culturas, ya que se las utiliza como envoltura para cocinar alimentos típicos (humitas, tamales), como alimento para animales y en la elaboración de artesanías (Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquería, 2017).

Como residuo de biomasa la hoja de mazorca de maíz es muy atractiva porque tiene el mayor contenido de celulosa y hemicelulosa, que comprenden los 827 g/kg de su materia seca (Yang et al., 2016, p. 96) y el menor contenido de lignina, teniendo en cuenta que la lignina representa un obstáculo para la accesibilidad a la celulosa (Barl et al., 1991, p. 197).



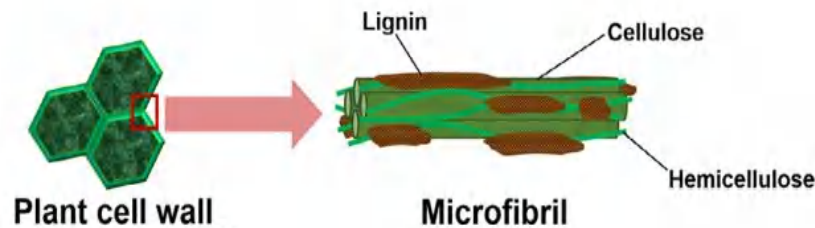
**Figura 1-1.** Mazorca de maíz.

**Fuente:** (Fuentes, 2012)

Actualmente el interés hacia este residuo está aumentando gradualmente, ya que existe varios estudios en donde se indica por ejemplo que a partir de ella se puede extraer azúcares solubles que se usan en el tratamiento de la diabetes ya que evitan aumentos dramáticos en los niveles de azúcar en la sangre y que su extracto tiene propiedades antiinflamatorias (Bakayoko et al., 2020, p. 2), son una fuente potencial de antocianinas, se utilizó como carbón activado para la purificación del azul de metileno, el polvo de cáscara de maíz se utilizó como bioadsorbente alternativo para la eliminación de colorantes de soluciones acuosas, como material de reducción del ruido ya que tiene gran potencial de absorción acústica, como adsorbente alternativo para el tratamiento de aguas residuales de color, entre otras aplicaciones (Tang et al., 2018, p. 61). No obstante, todos estos beneficios de la cáscara de maíz no son aprovechados, ya que generalmente se considera como un subproducto de desecho de la planta de maíz.

### 1.2.3. Biomasa lignocelulósica

Se refiere a toda materia vegetal seca, se encuentra constituida principalmente por tres componentes: celulosa, hemicelulosa y lignina, en menor porción se encuentran pectinas, proteínas, compuestos grasos, cutina y ceras. Sin embargo, los porcentajes y composición de los polímeros que la conforman difieren entre los tipos de plantas, su edad y la etapa de crecimiento (Munguía, 2016, p. 5).



**Figura 2-1.** Estructura de la pared celular de la biomasa lignocelulósica.

Fuente: (Phanthong et al., 2018, p. 2)

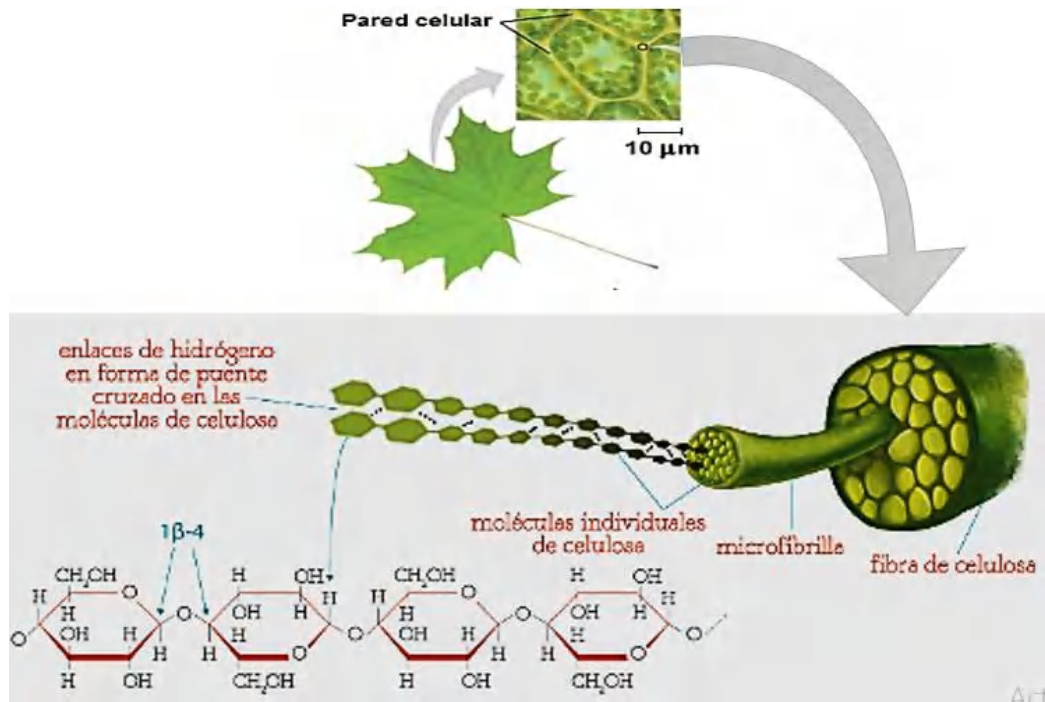
#### 1.2.3.1. Celulosa

Es el polímero natural más abundante en la tierra y constituye el componente estructural básico de las células vegetales. Su fórmula general es  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , donde  $n$  representa el grado de polimerización, que puede ser de 10.000 a 20.000, esto va a depender del material fuente de celulosa (Börjesson y Westman, 2015, p. 160).

La celulosa es una cadena lineal constituida de unidades repetidas de glucosa anillada que están enlazadas entre sí a través de un oxígeno unido covalentemente al C1 de un anillo de glucosa y al C4 del anillo contiguo por los llamados enlaces  $\beta$ -1,4-glucosídicos (Yadav et al., 2020, p. 9).

El apilamiento de múltiples cadenas de celulosa da origen a las microfibras de celulosa que a su vez al acoplarse una con otra forman fibras más grandes y compactas, que constituyen la pared celular de las células de las plantas y árboles, dándoles así la rigidez y soporte necesario.

Dentro de estas fibrillas de celulosa hay regiones donde las cadenas de celulosa están dispuestas en una estructura altamente ordenada (cristalina) y regiones que están desordenadas (parecidas a amorfas) (Yadav et al., 2020, p. 19). Y son esas regiones cristalinas contenidas dentro de las microfibrillas de celulosa las que se extraen, dando como resultado nanocristales de celulosa.



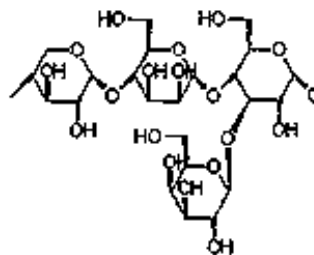
**Figura 3-1.** Estructura de la celulosa.

Fuente: (Yadav et al., 2020)

### 1.2.3.2. Hemicelulosa

Es un heteropolímero de estructura compleja ramificada, conformado por polímeros de diferentes azúcares como xilosa y arabinosa (pentosas), manosa, glucosa y galactosa (hexosas), ramnosa y fucosa (ácidos urónicos) y desoxi-hexosas. La hemicelulosa tiene un peso molecular menor que la celulosa, sirve como un agente de unión entre la lignina y las fibras de celulosa y puede constituir entre el 25 y el 30% el peso total de la biomasa vegetal (Espinosa, 2019, p. 24). Sin embargo su estabilidad química y térmica es inferior que la celulosa, por lo que es soluble en álcalis y se hidroliza fácilmente con ácidos (Carchi, 2014, p. 23).

#### Hemicelulose



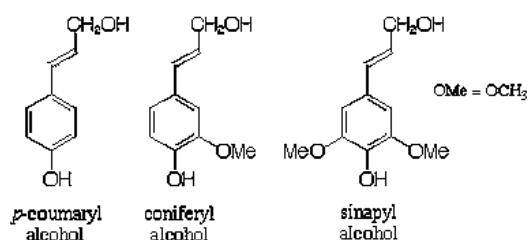
-  $\beta$  (1,4) Xylose -  $\beta$  (1,4) Mannose -  $\alpha$  (1,4) Glucose - Galactose

**Figura 4-1.** Estructura química de la hemicelulosa.

Fuente: (Bakayoko et al. 2020, p. 2)

### 1.2.3.3. Lignina

Es uno de los polímeros más abundantes en la naturaleza, que junto con la celulosa y hemicelulosa, conforman la pared celular de las plantas. Se define como un copolímero amorfo que se deriva de 3 unidades de fenilpropanoides: alcohol p-cumarílico, alcohol coniferílico y alcohol sinapílico (El Mansouri, 2006, p. 1). La lignina actúa como unión entre las fibras de celulosa y proporciona a la planta el soporte estructural (rigidez), impermeabilidad y resistencia al ataque microbiano (Espinosa, 2019, p. 25).



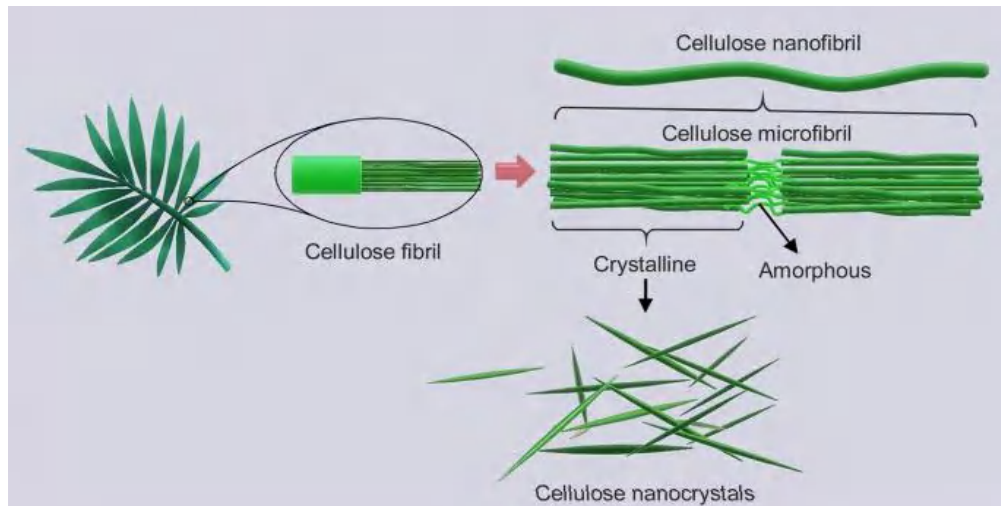
**Figura 5-1.** Precursores químicos de la lignina.

**Fuente:** (Granda, Mejía y Jiménez 2014, p. 17)

### 1.2.4. Nanocelulosa

Se denomina nanocelulosa a los materiales derivados de la celulosa que se encuentran dentro del rango de los nanómetros (Börjesson y Westman, 2015, p. 162). Generalmente el tamaño de la fibra de nanocelulosa es menor de 100 nm de diámetro y varios micrómetros de longitud. Es una nanoestructura con un peso ligero, baja densidad (alrededor de 1,6 g / cm<sup>3</sup>), alta área de superficie específica (hasta varios cientos de m<sup>2</sup> / g), alta resistencia a la tracción de 130-150 GPa de módulo elástico, que es mayor o similar a la fibra de Kevlar y el hierro fundido, su relación resistencia/peso es 8 veces mayor que la del acero inoxidable. Además, la nanocelulosa es altamente transparente y está llena de la superficie reactiva de grupos hidroxilo que se pueden funcionalizar con diversas propiedades superficiales (Phanthong et al., 2018, p. 3). Debido a sus propiedades únicas y efectos a nano escala combinadas con biodegradabilidad y renovabilidad, los nanomateriales de celulosa tienen amplias perspectivas de aplicación, como rellenos de refuerzo, materiales ópticos, materiales electroconductores, materiales biomédicos, farmacéuticos, entre otros (Du et al., 2019, p. 131)

Según el tamaño, la morfología y las técnicas de preparación, los nanomateriales de celulosa se dividen principalmente en materiales de nanoestructura de celulosa (microcristales de celulosa y microfibrillas de celulosa) y nanoobjetos de celulosa (CNC, CNF y BNC) (Du et al. 2019, p. 131).



**Figura 6-1.** Aislamiento de fibras de celulosa en nano fibras y nanocristales de celulosa.

Fuente: (Tan, Ooi y Leo 2020, p. 2)

#### 1.2.4.1. Nano-objetos de celulosa

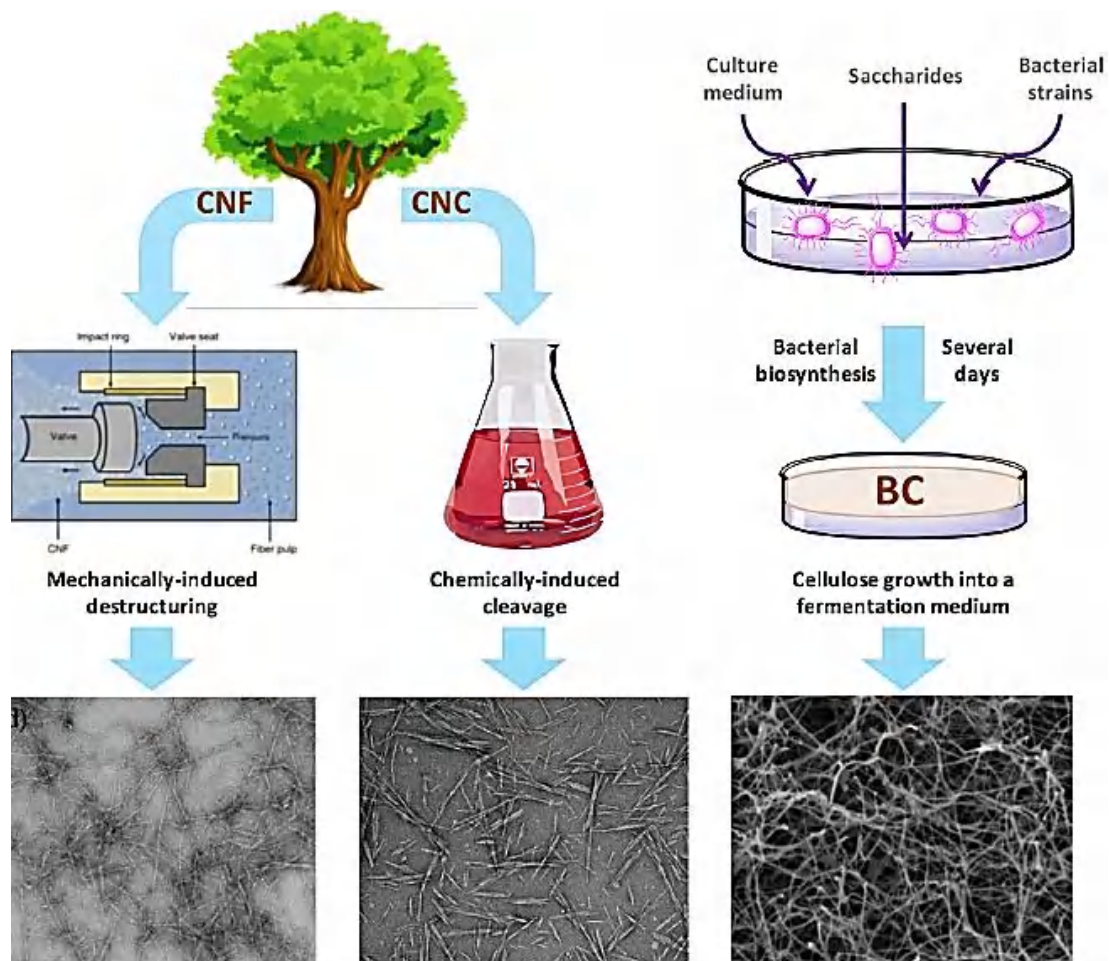
- **Nanofibras de celulosa (CNF):** Se obtienen mediante procesos físico-mecánicos libres de químicos donde se destruye las fuerzas intermoleculares entre cadenas adyacentes, manteniendo la estructura molecular, para lo cual se aplica microfluidización, homogenización a alta presión, molienda y ultrasonificación. Estos procesos de aislamiento suelen consumir gran cantidad de energía, ya que se aplican presiones que pueden alcanzar 200-300 bares, donde las fuerzas de cizallamiento deslaminan eficazmente las microfibras de celulosa individuales de las fibras principales (Lizundia et al., 2020, pp. 3–4).

Sin embargo para reducir el consumo de energía y eliminar los componentes no deseados (lignina y hemicelulosa), se debe aplicar pretratamientos antes del proceso de aislamiento, tales como el ácido-alcalino, la hidrólisis enzimática, la carboximetilación parcial y la oxidación catalítica TEMPO (Raghav et al., 2021, p. 3).

Las CNF se caracterizan por diámetros de menos de 100 nm (Tan et al., 2020, p. 2) y longitudes en la escala micrométrica, y se componen de regiones amorfas y cristalinas de celulosa (Yang et al., 2016, p. 95).

- **Nanocristales de celulosa (CNC):** Se obtienen a través de tratamientos químicos de la celulosa con ácidos altamente concentrados a temperaturas controladas y con agitación continua, el más conocido es la hidrólisis controlada de ácido sulfúrico, donde las regiones amorfas se eliminan mediante la penetración de iones hidronio en las cadenas de celulosa para conservar las regiones altamente cristalinas, produciendo nano partículas que constan con dimensiones de 2-70 nm de diámetro (Yang et al., 2017, p. 241) y 100 a 1000 nm de longitud (Lizundia et al., 2020, p. 4).

• **Nanocelulosa bacteriana (BNC):** Se sintetiza a partir de ciertos tipos de bacterias, como por ejemplo la *Acetobacter* y *Gluconobacter*, que producen cadenas de glucosa dentro de su cuerpo que luego expulsan al medio exterior, estas al fermentarse a valores de pH de 3 a 7 y una temperatura de 25 a 30 °C producen cadenas de celulosa que se combinan para formar nanofibras (Lizundia et al., 2020, p. 4). Aparecen en forma de cinta retorcida con un diámetro que varía entre 20 - 100 nm y con longitudes micrométricas, aunque la BNC tiene la misma composición química que otros tipos de nanocelulosa, esta tiene mayor pureza, capacidad de retención de agua y cristalinidad, lo que lleva a una excelente resistencia térmica y mecánica (Tan et al., 2020, p. 2).



**Figura 7-1.** Esquema de rutas comúnmente seguidas para la fabricación de nanocelulosa.

**Fuente:** (Lizundia et al. 2020, p. 4)

Tanto el CNF como el CNC se almacenan típicamente como una suspensión en líquido y la fracción en peso debe mantenerse lo suficientemente baja (~ 1-2% en peso) para evitar altas viscosidades o gelificación para que la suspensión pueda manipularse fácilmente (Lizundia et al., 2020, p. 4). Sin embargo también se puede encontrar nanocelulosa seca esto mediante secado por liofilización donde se obtendrá finas escamas blancas laminares que se pueden volver a dispersar en agua destilada (Börjesson y Westman, 2015, p. 175).

#### 1.2.4.2. Materiales nano-estructurados

- **Celulosa microcristalina (MCC):** Conocida comercialmente como Avicel, se prepara industrialmente mediante hidrólisis ácida de fibras de madera y de algodón, se neutraliza con álcali y se seca por atomización. Las partículas resultantes son porosas, con diámetros de 10 a 50 micrometros, tienen un alto contenido de celulosa y una cristalinidad más alta (Moon et al., 2011, p. 3949).

Tiene un alto potencial para ser utilizado en diferentes industrias, como la farmacéutica, cosmética, alimentaria y de compuestos poliméricos. Es así que en forma de polvo se usa como aglutinante y relleno, en alimentos y tabletas médicas, también se lo usa como agente de refuerzo en el desarrollo de compuestos poliméricos. En forma coloidal se emplea como estabilizador de suspensión, retenedor de agua, regulador de viscosidad y emulsionante en diferentes cremas y pastas (Trache et al., 2016, p. 10).

- **Celulosa microfibrilada (MFC):** Son aproximadamente 100% celulosa y contienen regiones tanto amorfas como cristalinas, su diámetro está en el rango de 10 a 100 nm y tiene una longitud de varios micrómetros (Moon et al., 2011, p. 3949).

Se obtienen por desintegración mecánica de materiales celulósicos sin el uso de hidrólisis, pueden verse como un material compuesto de celulosa expandida de alto volumen, moderadamente degradada y obtenida mediante un proceso de homogeneización (Lavoine et al. 2012).

Estos tipos de nanocelulosa son similares en composición, pero diferentes en morfología y tamaño de partícula, cristalinidad, entre otras propiedades debido a las diferentes fuentes y métodos de extracción (Raghav et al., 2021, p. 2). En comparación con los materiales de nanoestructura de celulosa, los nanoobjetos de celulosa (CNC y CNF) poseen un área de superficie específica más alta y una distribución de tamaño de partículas más uniforme, por lo que tienden a formar una estructura autoensamblada más estable mecánicamente por ejemplo una película o un hidrogel (Du et al., 2019, p. 131).

Los recientes avances en su producción han conducido a una producción industrial eficiente de nanocelulosas, con un costo en el rango de 1,75-20 USD / g, según el método de preparación, la fuente de celulosa y la funcionalidad de la superficie. Además se tiene la perspectiva de que el mercado de nanocelulosa a nivel mundial crezca hasta 661,3 millones de dólares en 2023 (Lizundia et al., 2020, pp. 4–5).



### *1.2.5. Extracción de nanocelulosa a partir de biomasa lignocelulósica*

El estudio de la extracción de nanocelulosa a partir de biomasa lignocelulósica es muy atractivo, en especial la extracción a partir de residuos agrícolas, esta extracción consta de dos etapas. La primera etapa es un pretratamiento de purificación del material de origen que consiste en la eliminación de los componentes no celulósicos, como la lignina, la hemicelulosa y otros compuestos. La segunda etapa implica la separación de la celulosa purificada en sus componentes microfibrilares y cristalinos (Moon et al. 2011, pp. 3947–3948).

#### *1.2.5.1. Pretratamientos de la biomasa*

Los métodos de pretratamiento comúnmente utilizados son:

- **Tratamiento alcalino:** Es la aplicación de compuestos alcalinos a la biomasa lignocelulósica para eliminar el polímero amorfo de hemicelulosa y la lignina. Generalmente el álcali utilizado es el hidróxido de sodio con concentración de 4-20% en peso, luego de una agitación constante de 1-5 horas, los productos fibrosos obtenidos de este tratamiento se encuentran principalmente en forma de celulosa, los que posteriormente se lavan con agua destilada hasta alcanzar el pH neutro y finalmente se secan en estufa a 50 °C (Phanthong et al., 2018, p. 5).
- **Tratamiento ácido-clorito:** también conocido como proceso de deslignificación o proceso de blanqueo, se usa ampliamente en las industrias de la pulpa de celulosa. Consiste en la adición de una mezcla de agua destilada, clorito de sodio y ácido acético en la biomasa lignocelulósica, con el fin de eliminar la mayor parte de la lignina y otros componentes, este tratamiento se da bajo agitación continua, a 70–80 °C y durante un tiempo determinado, seguido de un lavado con agua destilada hasta alcanzar el pH neutro. Los productos sólidos obtenidos se recogen y secan en estufa a 50 °C, la fibra de color blanco obtenida indica la eliminación exitosa de lignina y otras impurezas (Phanthong et al., 2018, p. 5).

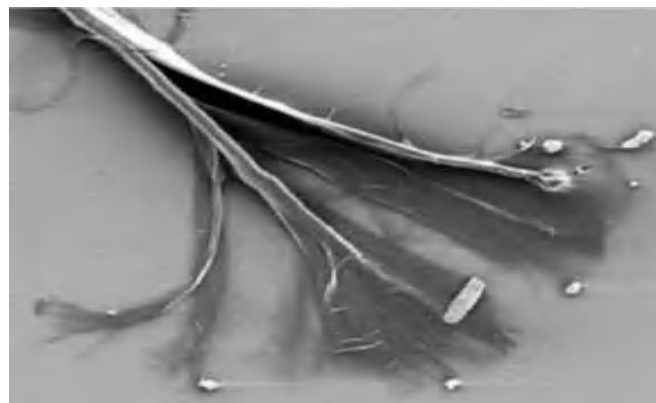
#### *1.2.5.2. Extracción de nanocelulosa*

Se han desarrollado varias técnicas para la extracción de nanocelulosa los mismo que han dado como resultado diferencias en los tipos y propiedades de la nanocelulosa obtenida (Phanthong et al., 2018, pp. 5–6). Estas técnicas pueden usarse por separado, aunque en la práctica para obtener la

morfología de partículas deseada, estas técnicas se usan en secuencia o en combinación (Moon et al. 2011, p. 3948). Los principales métodos de extracción son:

- **Tratamiento mecánico:** Estos procesos producen un alto cizallamiento que causa un corte transversal a lo largo del eje longitudinal de la estructura microfibrilar de celulosa, lo que resulta en la extracción de fibrillas de celulosa largas, denominada celulosa nanofibrilada. Dentro de los tratamientos mecánicos que se han empleado para extraer las nanofibrillas de celulosa se tiene: homogenización de alta presión, trituración con molinos de bolas, tratamientos ultrasónicos de alta intensidad y microfluidización.

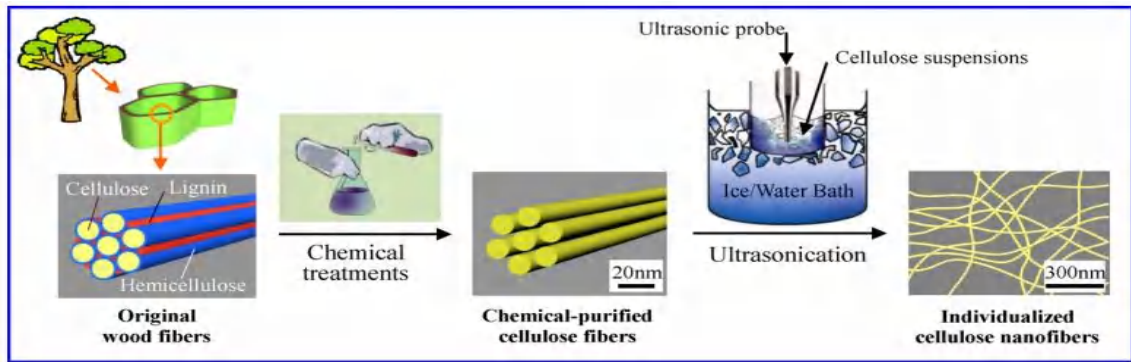
Normalmente, los materiales de celulosa se someten a un tratamiento mecánico varias veces y después de cada pasada, las partículas son generalmente más pequeñas y de diámetro más uniforme, pero tienen un mayor daño mecánico por lo que tienen un menor porcentaje de cristalinidad. Además, estos procesos mecánicos consumen mucha energía, por lo que se combinan con pretratamientos para reducir tal consumo (Moon et al., 2011, p. 3948).



**Figura 8-1.** Desintegración mecánica de la fibra de celulosa.

**Fuente:** (Moon et al. 2011, p. 3948).

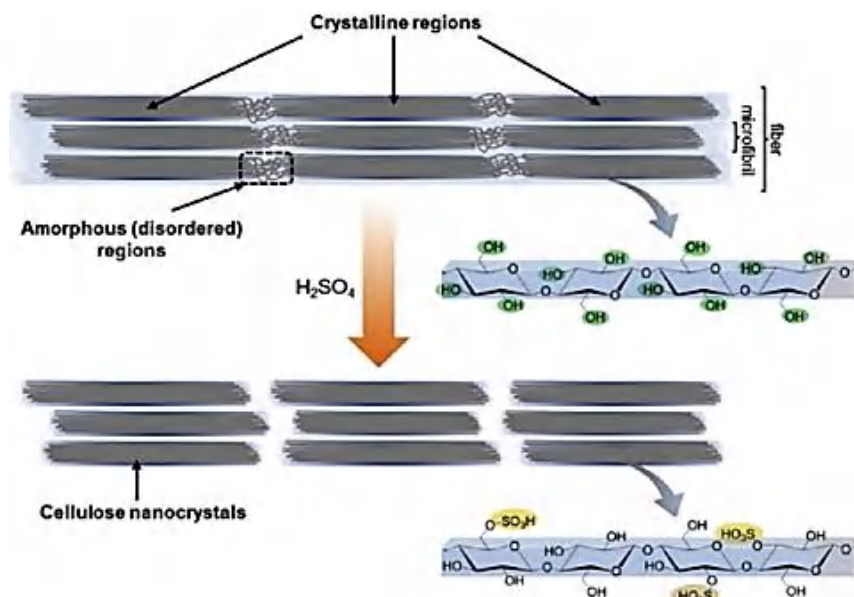
Dentro de esta investigación el proceso de individualización que se emplea es el tratamiento ultrasónico, que se define como un proceso que genera ciclos de ondas de alta y baja presión en un medio líquido, durante el ciclo de baja presión las ondas ultrasónicas generan la formación de diminutas burbujas de vacío en el líquido, que crecen y colapsan violentamente en un ciclo de alta presión, este fenómeno de implosión de burbujas se denomina cavitación, que a su vez genera ondas de choque, aumento de temperatura y diferenciales de presión en la superficie de las fibras de celulosa (Suslick, 1998, p. 516). Por tanto, el impacto ultrasónico puede desintegrar gradualmente las fibras de celulosa en nanofibras con una amplia distribución en ancho, ya que la energía proporcionada por la cavitación es de aproximadamente 10-100 kJ / mol, que se encuentra dentro de la escala de energía del enlace de hidrógeno (Chen et al. 2011, p. 1805).



**Figura 9-1.** Procedimiento de individualización de nanofibras de celulosa por ultrasonificación.

Fuente: (Chen et al., 2011, p. 1805)

- **Hidrólisis ácida:** Se utiliza para extraer las partículas cristalinas de una variedad de fuentes de celulosa. El proceso hidroliza las regiones amorfas que se encuentran dentro de las microfibrillas de celulosa y las regiones ordenadas se quedan como remanentes, esto se produce con el empleo de ácidos fuertes inorgánicos como el ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido bromhídrico y ácido nítrico, pero el más típicamente usado es el ácido sulfúrico ya que favorece la presencia de grupos sulfato negativos en la superficie exterior de los CNC lo que conduce a suspensiones más estables debido a la buena dispersabilidad en agua (Du et al., 2019, p. 131).



**Figura 10-1.** Hidrolisis ácida de la celulosa.

Fuente: (Du et al., 2019, p. 132)

Se debe tener en cuenta que el uso de ácidos diferentes puede conducir a diferencias en la estabilidad de los nanocristales en una suspensión coloidal debido a la presencia de diferentes cargas en la superficie de las nanopartículas, es así que algunos autores informan que la presencia de grupos sulfato al usar ácido sulfúrico disminuye la estabilidad térmica de los CNC, lo que

produce la degradación de la celulosa a una temperatura más baja. En cambio, al emplear ácido clorhídrico la estabilidad térmica de las nanoestructuras de celulosa mejora, pero los iones cloruro se eliminan fácilmente debido a los lavados repetitivos con agua, ocasionando la aglomeración de estas ya que la ausencia de una fuerza de repulsión electrostática entre las partículas de cristal da como resultado una solución coloidal inestable (Börjesson y Westman, 2015, p. 169).

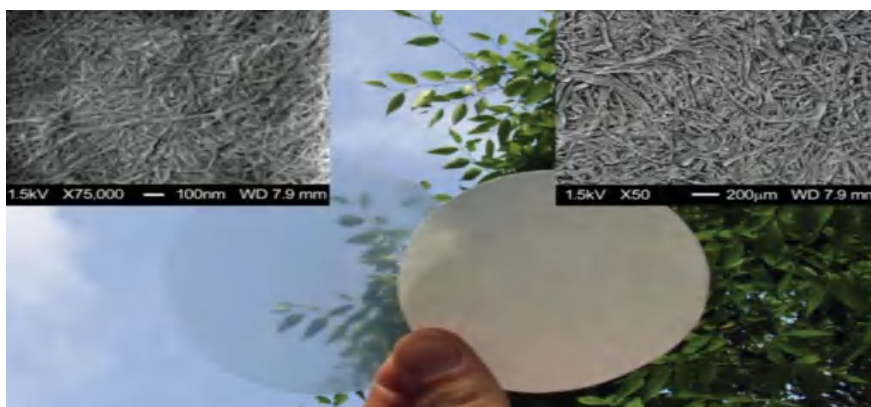
En general, la celulosa purificada se mezcla con una solución de ácido a determinada concentración, después de reaccionar durante un período de tiempo determinado, la mezcla se diluye con agua destilada fría para apagar la reacción. Esta mezcla luego se somete a una serie de pasos de lavado por centrifugación, seguidos de diálisis contra agua destilada para eliminar el ácido restante o la sal neutralizada. Adicional se puede usar un paso final de separación mediante tratamientos ultrasónicos para facilitar la dispersión de la celulosa cristalina en la suspensión para eliminar cualquier aglomerado más grande en la suspensión final de nanopartículas de celulosa (Moon et al., 2011, p. 3948).

Se debe tener en cuenta que los parámetros más importantes a controlar en hidrólisis ácida son: la concentración de ácido, el tiempo de reacción, la temperatura de reacción y la relación ácido/pulpa, ya que estos afectan las propiedades de la nanocelulosa obtenida (Börjesson y Westman, 2015, p. 165).

- Hidrólisis enzimática: Se usan enzimas llamadas celulasas que provocan el hinchamiento de las fibras de celulosa y facilita el proceso de desintegración mecánica de las mismas para producir nano fibras (Yadav et al., 2020, p. 26).
- Adsorción de polielectrolitos cargados: Introducir carga a la superficie de las fibrillas de celulosa aumenta las fuerzas repulsivas interfibrilares (Moon et al., 2011, p. 3948). Esto se puede lograr por carboximetilación que introduce grupos  $-\text{COOH}$  o por acetilación que introduce el grupo acetilo en las fibrillas (Yadav et al., 2020, p. 28).
- Oxidación mediada por el radical TEMPO (2,2,6,6-tetrametil-piperidinil-1-oxilo): este radical actúa como catalizador, que con un oxidante primario como el hipoclorito oxida selectivamente los grupos de alcohol primario en la celulosa, así la oxidación ayuda a degradar la estructura de la celulosa, posteriormente se aplica un tratamiento mecánico suave o de baja velocidad que fibrila la masa, lo que disminuye el uso de energía (Moon et al. 2011, p. 3958).

### 1.2.6. Aplicaciones nanocelulosa

Desde la década de los noventa se ha incrementado la investigación de materiales de nanocelulosa con propiedades de ingeniería (mecánicas, térmicas, ópticas, de barrera, etc.), los mismos que se están considerando para su uso en aplicaciones de películas transparentes, películas de barrera, membranas de altavoces y refuerzos mecánicos y térmicos de matriz polimérica. Generalmente su utilización se considera desde dos puntos de vista: uno es elaborar compuestos de matriz polimérica reforzada con nanocelulosa y otro punto es elaborar materiales compuestos por 100% de nanocelulosa y luego modificarlos o plastificarlos. Entre estos materiales se tiene: compuestos de matriz polimérica reforzada con celulosa, películas de celulosa pura, películas modificadas/compuestas y aerogeles (Moon et al., 2011, p. 3972).



**Figura 11-1.** Papel de nanofibras ópticamente transparente y papel convencional.

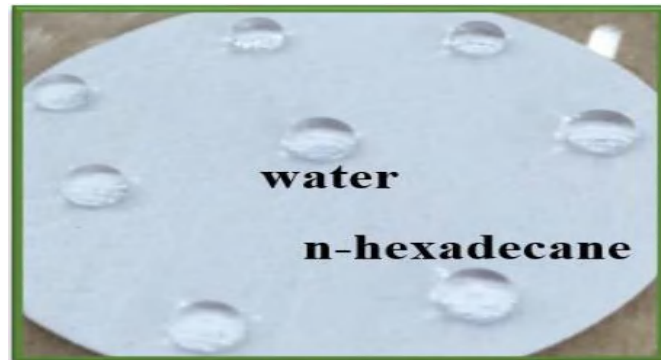
**Fuente:** (Nogi et al., 2009, p. 1595)

Recientemente, se ha demostrado que al incorporar CNC o CNF en una matriz sintética como el alcohol poli vinílico (PVA), poliacrilamidas, poli etilenglicol o algún polímero natural como el alginato o la gelatina, se podrían formar hidrogeles mecánicamente más estables y de morfología controlable, que los convertiría en candidatos prometedores para aplicaciones biomédicas, especialmente aplicaciones de administración de fármacos, apósitos para heridas, andamios de ingeniería de tejidos, entre otros (Du et al. 2019, p. 131).

Un ejemplo es un estudio de administración de fármacos, donde se informó de la síntesis de nanocristales de celulosa unidos covalentemente con el fármaco doxorubicina, que actúa como enlazador y como agente de liberación selectiva y se confirmó la liberación discriminatoria de quimioterápicos que se emplean contra el cáncer (Raghav et al., 2021, p. 5).

Otra de las aplicaciones es la fabricación de una superficie anfifóbica, que es una superficie que puede repeler tanto al agua como al aceite, lo que da como resultado una superficie con propiedades anti-humectantes. Aprovechando que la nanocelulosa tiene una dimensión a

nanoescala y que es rica en grupos hidroxilo, que son afines a una variedad de materiales, se fabricó un papel anfifóbico, donde primero se recubrió la superficie del papel filtro con nanocelulosa, y luego se trató mediante deposición química en fase vapor con tricloro silano. El papel obtenido mostró superhidrofobicidad y oleofobicidad de líquidos polares y no polares, así como una alta durabilidad superficial en varios entornos (soluciones ácidas, alcalinas, agua de mar), lo que indica que se puede aplicar en las áreas que necesitan superficies anticorrosivas y autolimpiables (Phanthong et al., 2016, p. 1).



**Figura 12-1.** Papel de filtro modificado con nanocelulosa.

**Fuente:** (Phanthong et al., 2016, p. 9).

En particular, la nanocelulosa aislada de diversos desechos de biomasa muestra sus beneficios rentables en una gama más amplia de fuentes de materias primas. Por tanto, el desarrollo de productos de alto valor añadido utilizando nanocelulosa que se extrae de residuos de biomasa no solo promueve el desarrollo económico, sino que también contribuye a la protección del medio ambiente.

### ***1.2.7. Desafíos de la nanocelulosa***

En general, se pueden identificar cuatro grandes desafíos para la nanocelulosa:

- Disminuir el daño interno en la nanocelulosa como resultado del proceso de extracción: Teniendo en cuenta que la extracción de nanocelulosa de un material de origen determinado tiene el efecto imprevisto de alterar el porcentaje de cristalinidad, la morfología de las partículas y posiblemente de introducir nuevos defectos, pero al minimizar estos defectos, es probable que la nanocelulosa resultante retenga mayores propiedades térmicas, elásticas y de tracción. Por ejemplo, el uso de pretratamientos como la oxidación selectiva con TEMPO, la eliminación parcial del material de la matriz (hemicelulosa) ya que pueden inhibir o impedir la coalescencia de los haces de microfibrillas durante el secado, facilitan la posterior fibrilación y que han

conducido a menores cantidades de daño inducido mecánicamente a la nanocelulosa y a disminuir el número de "pases" a través de refinadores mecánicos (Yadav et al. 2020, p. 26).

- Controlar las propiedades (tamaño y relación de aspecto de las partículas): El desarrollo de procesos de extracción con controles más estrictos en las distribuciones de tamaño de partículas (longitud, ancho, relación de aspecto) permitirá materiales repetibles y optimizados con pocos defectos, lo que actualmente es un problema en la producción
- Disminuir el costo del proceso de extracción: Un factor en el costo de producción de nanocelulosa es el bajo rendimiento cuando se parte de materias primas de origen vegetal, además, la viscosidad de las dispersiones de nanocelulosa aumenta rápidamente con la concentración, lo que obliga a que el contenido de nanocelulosa permanezca diluido durante el procesamiento lo que implica el uso de reactores de mayor tamaño para proporcionar las cantidades necesarias. Es por lo que es necesario enfocarse en aumentar el rendimiento, disminuir el aporte de energía, disminuir el uso de químicos, buscar nuevos catalizadores y reutilizar los químicos de procesamiento, con lo cual se logrará la reducción del costo de producción lo que aumentaría el número de mercados apropiados para las aplicaciones basadas en nanocelulosa.
- Aumentar la producción a cantidades industriales: La ampliación del procesamiento de cantidades de tamaño de laboratorio a cantidades de plantas piloto es un primer paso necesario hacia el procesamiento de compuestos de nanocelulosa a escala industrial (Moon et al. 2011, p. 3987).

## CAPITULO II

### 2. MARCO METODOLÓGICO

#### 2.1. Hipótesis y variables

##### 2.1.1. *Hipótesis General*

- El proceso de hidrolisis acida con  $H_2SO_4$  permitirá obtener nanocelulosa de las hojas de maíz.

##### 2.1.2. *Hipótesis Específicas*

- Se extraerá celulosa con alto grado de pureza de las hojas de mazorca de maíz mediante tratamientos físicos (secado, cortado, molido y tamizado) y químicos (tratamiento alcalino y blanqueo)
- Se preparará nanocelulosa a partir de la celulosa de las hojas de mazorca de maíz, que presente características similares a la de investigaciones ya reportadas
- La determinación del porcentaje de rendimiento indicará el experimento en el que se obtiene mayor cantidad de celulosa de las hojas de mazorca de maíz

#### 2.2. Identificación de variables

##### 2.2.1. *Variable Independiente*

- Concentración de los reactivos químicos
- Temperatura de reacción
- Tiempo de reacción
- Tiempo de sonicación

##### 2.2.2. *Variable Dependiente*

- Rendimiento de celulosa extraída
- Cantidad de alfa celulosa
- Composición química de la celulosa
- Formación de nanocelulosa



### 2.3. Operacionalización de variables

Tabla 1-2. Operacionalización de variables.

	VARIABLES	CONCEPTO	UNIDAD DE MEDIDA	INDICADOR	INSTRUMENTO
<b>VARIABLES INDEPENDIENTES</b>	Concentración de los reactivos químicos	Magnitud que permite conocer la proporción entre soluto y disolvente.	- % p/p - % p/v - % v/v	Soluciones químicas preparadas	Fórmulas y uso de proporciones de peso y volumen
	Temperatura de reacción	Magnitud que mide el calor que se aplicará a la materia prima en cada tratamiento.	° C	Lectura del instrumento de medida.	Termómetro
	Tiempo de reacción	Magnitud que determina el periodo de duración de la reacción química.	Minutos.	Lectura del instrumento de medida.	Cronómetro
	Tiempo de sonicación	Magnitud física que indica la duración de interacción entre una sonda mecánica y la solución de celulosa.	Minutos.	Lectura del instrumento de medida.	Cronómetro

<b>VARIABLES DEPENDIENTES</b>	Rendimiento de celulosa extraída	Cantidad de masa obtenida después de aplicado un proceso o tratamiento, mismo que es expresado en porcentaje.	%	Registro del peso de las hojas de mazorca de maíz antes y después de cada tratamiento.	Aplicación de la ecuación para determinar rendimiento
	Cantidad de alfa celulosa	Contenido de celulosa de alto peso molecular no degradado durante el tratamiento alcalino.	%	Norma TAPPI T 203m 58	Aplicación de la formula indicada en la norma técnica.
	Composición química de la celulosa	Determinación de grupos funcionales presentes en la muestra.	Transmitancia (%), Numero de onda (cm <sup>-1</sup> )	Longitud de onda	Espectrofotómetro infrarrojo (FTIR)
	Formación de nanocelulosa	Observación de la nanocelulosa formada	Tamaño y forma de la nanocelulosa	Observación	Microscopio electrónico de barrido (SEM)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

## 2.4. Matriz de consistencia

**Tabla 2-2.** Matriz de consistencia.

<b>TEMA:</b> Obtención de nanocelulosa a partir de la hoja de mazorca de maíz ( <i>Zea mays L.</i> ) mediante el proceso de hidrólisis ácida		
<b>Problema general</b>	<b>Objetivo general</b>	<b>Hipótesis general</b>
¿Se podrá obtener nanocelulosa de las hojas de maíz?	Obtener nanocelulosa a partir de la hoja de mazorca de maíz ( <i>Zea mays L.</i> ) mediante el proceso de hidrólisis ácida	El proceso de hidrólisis ácida con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> permitirá obtener nanocelulosa.

<b>Problema específico</b>	<b>Objetivos específicos</b>	<b>Hipótesis específicas</b>	<b>Variables específicas</b>	<b>Método de análisis</b>
¿La aplicación de tratamientos físico-químicos son adecuados para la extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz?	Extraer celulosa a partir de las hojas de maíz mediante tratamientos físico-químicos para su posterior caracterización.	Se extraerá celulosa con alto grado de pureza de las hojas de mazorca de maíz mediante tratamientos físicos (secado, cortado, molido y tamizado) y químicos (tratamiento alcalino y blanqueo)	Cantidad de alfa celulosa extraída	Pesaje de la alfa celulosa
			Composición química de la celulosa extraída	Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)
¿Será posible preparar nanocelulosa de optimas características morfológicas a partir de la celulosa de las hojas	Preparar y caracterizar nanocelulosa para el establecimiento de comparaciones con	Se preparará nanocelulosa a partir de la celulosa de las hojas de mazorca de maíz que presente características similares	Apariencia de las fibras	Observación en el microscopio óptico

de mazorca de maíz, que sea capaz de ser comparada con investigaciones ya reportadas?	otras investigaciones reportadas.	a la de investigaciones ya reportadas.	Composición química de la nanocelulosa	Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)
			Tamaño y forma de la nanocelulosa	Análisis en el microscopio electrónico de barrido (SEM)
¿Se puede calcular el rendimiento de la celulosa obtenida mediante la aplicación de un balance de masa del proceso empleado?	Determinar el porcentaje de rendimiento de celulosa obtenido a partir de las hojas de maíz.	La determinación del porcentaje de rendimiento indicará el experimento en el que se obtiene mayor cantidad de celulosa de las hojas de mazorca de maíz.	Cantidad de celulosa obtenida (rendimiento)	Aplicación de cálculos básicos (balance de masa)

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

## 2.5. Tipo y diseño de investigación

### 2.5.1. Tipo de investigación

#### 2.5.1.1. Experimental

Esta investigación es de tipo experimental ya que las muestras de hoja de mazorca de maíz se sometieron a determinadas condiciones, donde se manipula las variables planteadas para obtener datos y resultados con el fin de establecer los parámetros y procedimiento adecuados para la obtención de la celulosa y nanocelulosa, y de acuerdo a eso aceptar o rechazar las hipótesis planteadas.

### 2.5.2. Diseño de investigación

Esta investigación tiene un diseño experimental que se aplica para la extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz y su posterior empleo para la obtención de nanocelulosa. Primero se busca establecer las condiciones adecuadas para extraer la celulosa, para lo cual se planteó realizar experimentos, donde las variables de diseño fueron los niveles bajo y alto de 2 factores:

(A) Concentración de NaOH (2 y 5 %),

(B) Temperatura de extracción (Temperatura ambiente, 50 y 90 ° C)

De la combinación de los factores se obtiene 6 experimentos, donde la proporción fibra/licor (1:20) y tiempo (2h) se mantienen constantes, mientras que las variables de respuesta para cada experimento son el rendimiento de celulosa y el contenido de  $\alpha$ -celulosa. A continuación, se detalla el diseño experimental de cada experimento:

**Tabla 3-2.** Diseño experimental de la investigación.

EXPERIMENTOS	PARÁMETROS		RESPUESTA
	A NaOH (%)	B Temperatura (°C)	
E1	2	Ambiente	% de rendimiento
E2	2	50	
E3	2	90	
E4	5	Ambiente	Cantidad de alfa celulosa
E5	5	50	
E6	5	90	

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

Con la celulosa obtenida de cada experimento se procede a obtener nanocelulosa, para lo cual se toma como base dos metodologías empleadas en investigaciones previas en las cuales se obtuvo buenos resultados. La primera metodología es mediante la aplicación de hidrólisis ácida (con

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 60% y 65%) combinada con tratamientos de ultrasonidos y la otra metodología es mediante la aplicación solo de tratamientos de ultrasonidos.

## **2.6. Unidad de análisis**

Las unidades de análisis de esta investigación son: las hojas de mazorca de maíz (materia prima), la celulosa que se logró extraer de las hojas de mazorca de maíz y la nanocelulosa preparada a partir de la celulosa extraída en mezcla con agua destilada. A cada unidad de análisis se le determina sus características, siendo así que los grupos funcionales se determinan en el espectrofotómetro infrarrojo, la morfología es el microscopio electrónico de barrido y las características de composición químicas como cantidad de humedad, ceniza y celulosa se determina mediante análisis en laboratorio.

## **2.7. Población de estudio**

La población de estudio para esta investigación corresponde a las hojas de mazorca de maíz que son desechadas por los comerciantes de verduras y hortalizas del mercado mayorista en la ciudad de Riobamba, provincia de Chimborazo.

## **2.8. Tamaño de muestra**

Para realizar este trabajo de investigación se trabajó con 2788 gramos de hojas de mazorca de maíz, sin ser sometidas a ningún tratamiento de secado.

Para la extracción de la celulosa se usaron muestras de 8 gramos de hojas de mazorca de maíz pre tratadas (secas y molidas) para cada uno de los 6 experimentos. Una vez determinado el mejor tratamiento para extracción de celulosa, se trabajó con 100 gramos de hojas de mazorca de maíz pre tratadas.

En la preparación de la nanocelulosa se trabajó con muestras de 5g de la celulosa extraída.

## **2.9. Selección de muestra**

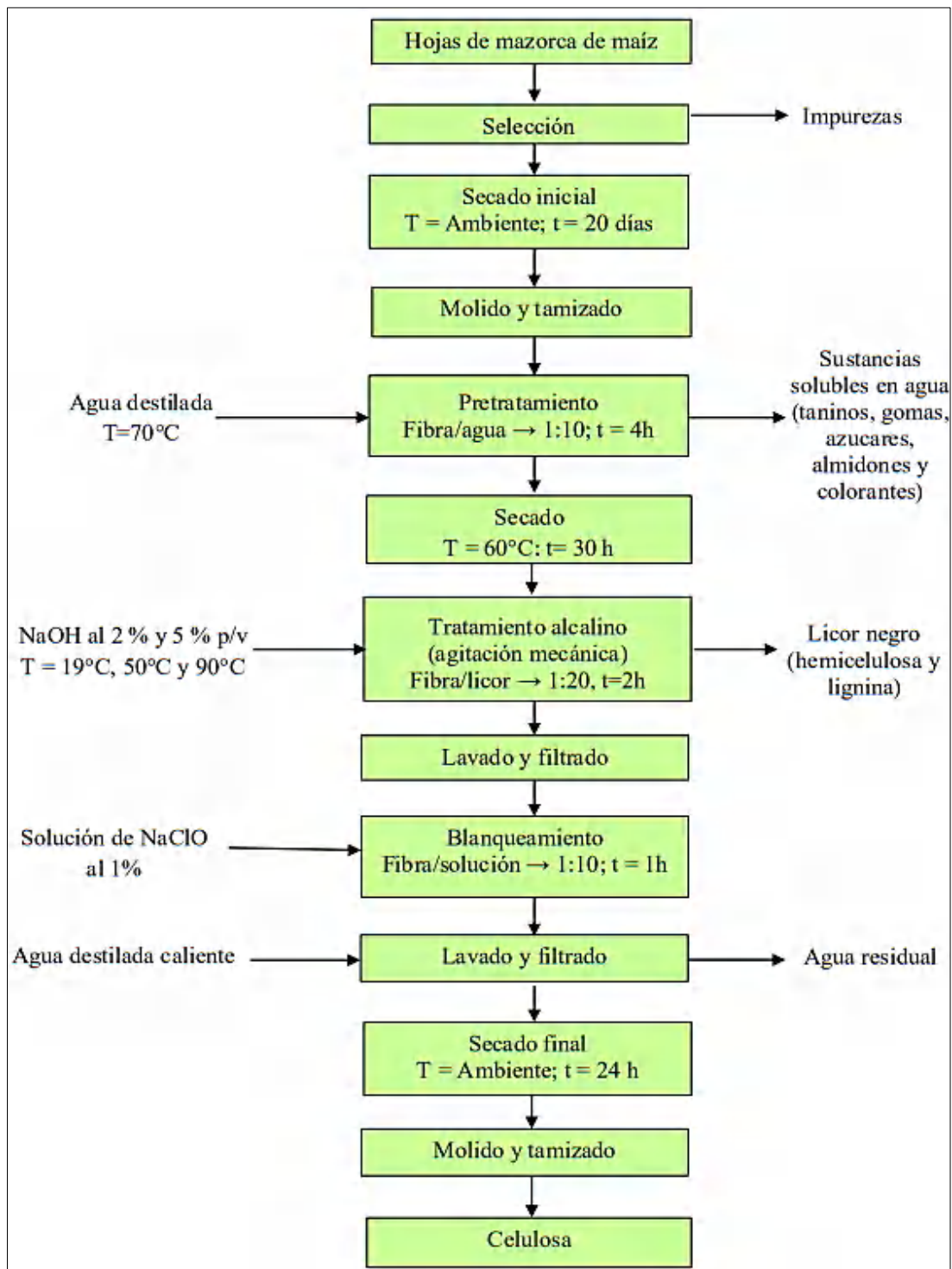
La muestra que se va a estudiar es no probabilística, ya que se obtendrá una cantidad que se desconoce de celulosa y nanocelulosa de las hojas de mazorca de maíz, por lo cual la selección de la muestra se basa en el juicio personal del analista, teniendo en cuenta que la muestra de cada uno de los experimentos planteados en el diseño experimental debe ser representativa para poder realizar los respectivos análisis en el laboratorio.

## **2.10. Técnicas de recolección de datos**

En la presente investigación los datos son obtenidos de manera experimental mediante el uso de reactivos, materiales y equipos de laboratorio, donde se obtiene toda la información necesaria para realizar los posteriores análisis y comparaciones con investigaciones realizadas previamente. A continuación, se detalla las metodologías utilizadas para esta investigación:

### 2.10.1. Extracción de celulosa

La extracción de celulosa se realiza mediante la combinación de 2 factores: Concentración de NaOH y temperatura de extracción, donde se obtiene 6 experimentos.



**Figura 1-2.** Diagrama de flujo para la extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

**Tabla 4-2.** Proceso de extracción de celulosa a partir de hoja de mazorca de maíz.

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Hojas de mazorca de maíz</li> <li>• Molino manual</li> <li>• Vasos de precipitación</li> <li>• Tela filtrante</li> <li>• Termómetro</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Secador de convección forzada</li> <li>• Columna de tamices.</li> <li>• Reverbero</li> <li>• Varilla de agitación</li> <li>• pH metro</li> </ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se receipta la materia prima y se seleccionan las hojas de mazorca de maíz con mejor apariencia, es decir aquellas que no estecen picadas o rasmilladas, se las limpio manualmente para quitar el polvo, estigma o pelo de maíz y otras impurezas, posteriormente se cortan manualmente en pequeños trozos.</li> <li>• Las hojas limpias y cortadas se disponen en bandejas y se las deja secar a la temperatura ambiente de Riobamba (19°C) por un periodo de 20 días. El secado al ambiente constituye un proceso que no tiene costo y se evita el riesgo de pérdida de muestras por elevadas temperaturas.</li> <li>• Una vez secas las hojas de mazorca de maíz se las muele en un molino hasta obtener el material en tamaño reducido, luego se lo hace pasar por una columna de tamices con el objetivo de obtener partículas de tamaño uniforme, donde se utilizará las partículas que queden retenidas en el tamiz de mayor diámetro, posteriormente se almacena el tamizado en bolsas plásticas para evitar que adquieran humedad del ambiente.</li> <li>• Se realiza un pretratamiento que consiste en lavar las hojas de mazorca de maíz en polvo con agua destilada a 70 °C por 4 horas en una relación fibra/agua de 1:10, esto con el fin de remover las sustancias solubles en agua, luego se filtra y se deja secar en un horno a 60°C durante 30 horas (De Carvalho et al. 2015, p. 1-2).</li> <li>• Se realiza el tratamiento alcalino para lo cual se toma 30 gramos de la materia prima seca en polvo y se la trata durante 2 horas con una solución de NaOH al 2% y 5% según las condiciones establecidas para cada experimento del diseño experimental planteado, una vez finalizado el tiempo de reacción se procede a filtrar la solución, obteniéndose aquí la celulosa de color marrón debido a la presencia de lignina y el licor negro que comprende los residuos de lignina, hemicelulosa y las sustancias químicas empleadas en el tratamiento.</li> <li>• El filtrado que es el residuo insoluble se lava con abundante agua destilada hasta que el agua de lavado alcance un pH neutro.</li> <li>• A pesar de que la mayor parte de lignina se elimina en el tratamiento alcalino, la pulpa obtenida aun contiene lignina que se debe eliminar mediante un proceso de blanqueamiento empleando una solución de hipoclorito de sodio (NaClO) al 1%, con una relación fibra / solución de 1:10, durante 1 hora a 90°C y bajo continua agitación., este paso se realiza dos veces. Posteriormente la celulosa obtenida se filtra y se lava con agua destilada caliente hasta que el agua de lavado alcance un pH neutro lo que indica la eliminación de la disolución de hipoclorito de sodio (Melikoğlu, Bilek y Cesur 2019, p. 331).</li> <li>• La pulpa de celulosa obtenida se seca a temperatura ambiente durante 24 horas, luego se muele hasta obtener polvo y se lo hace pasar por el tamiz de tamaño de luz de malla más pequeño. Posteriormente se almacena en recipientes de vidrio propiamente etiquetados.</li> </ul>	

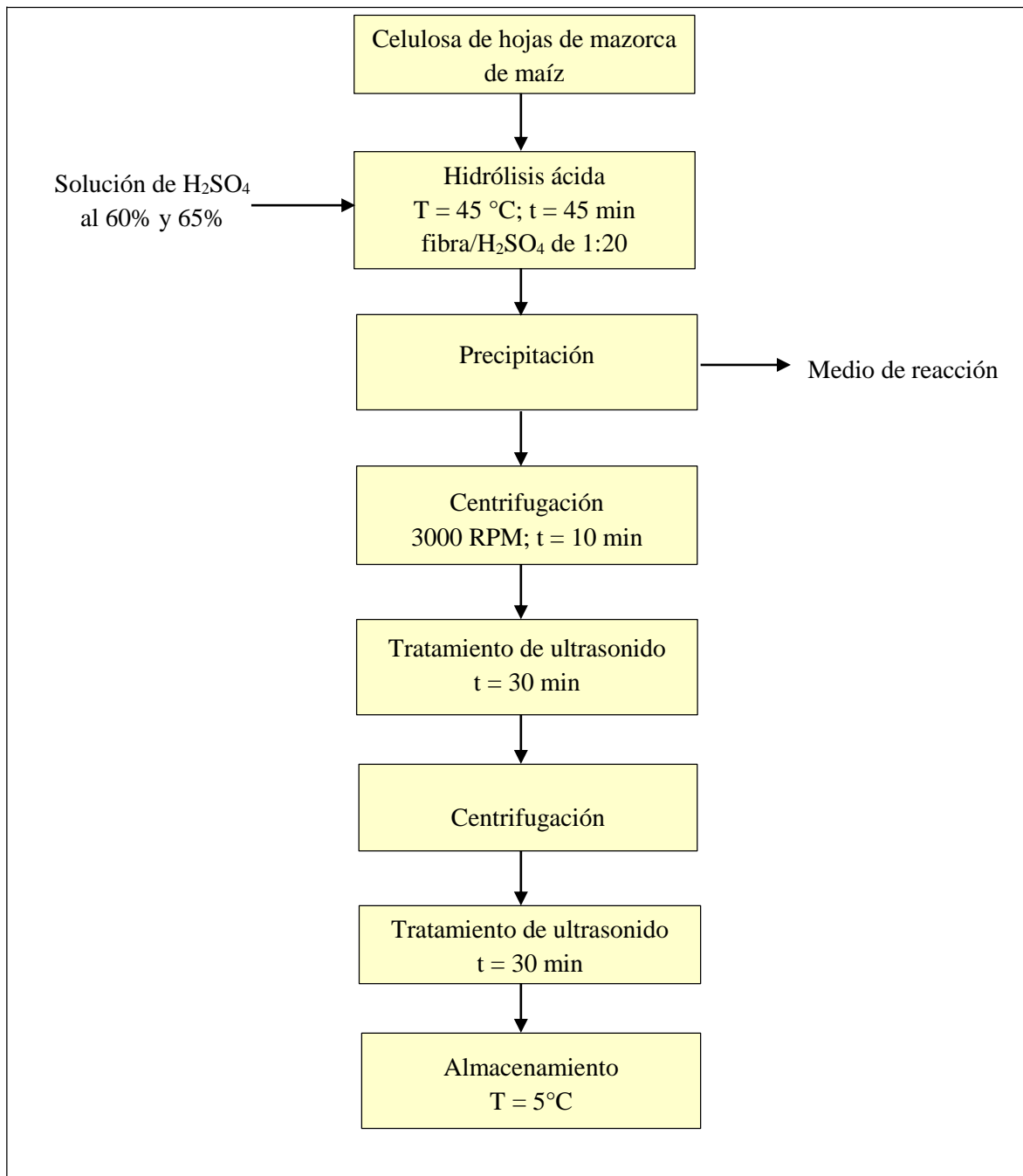
**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.



### 2.10.2. Obtención de nanocelulosa

La obtención de nanocelulosa se realiza mediante la aplicación de 2 metodologías: la primera por medio de hidrólisis ácida (con  $H_2SO_4$  al 60% y 65%) combina con ultrasonidos de alta intensidad y la segunda con tratamientos de ultrasonidos de alta intensidad. Donde se obtiene 3 muestras de nanocelulosa.

#### 2.10.2.1. Obtención de nanocelulosa por el método hidrólisis ácida combinada con tratamientos de ultrasonidos



**Figura 2-2.** Diagrama de flujo obtención de nanocelulosa por el método de hidrólisis ácida.

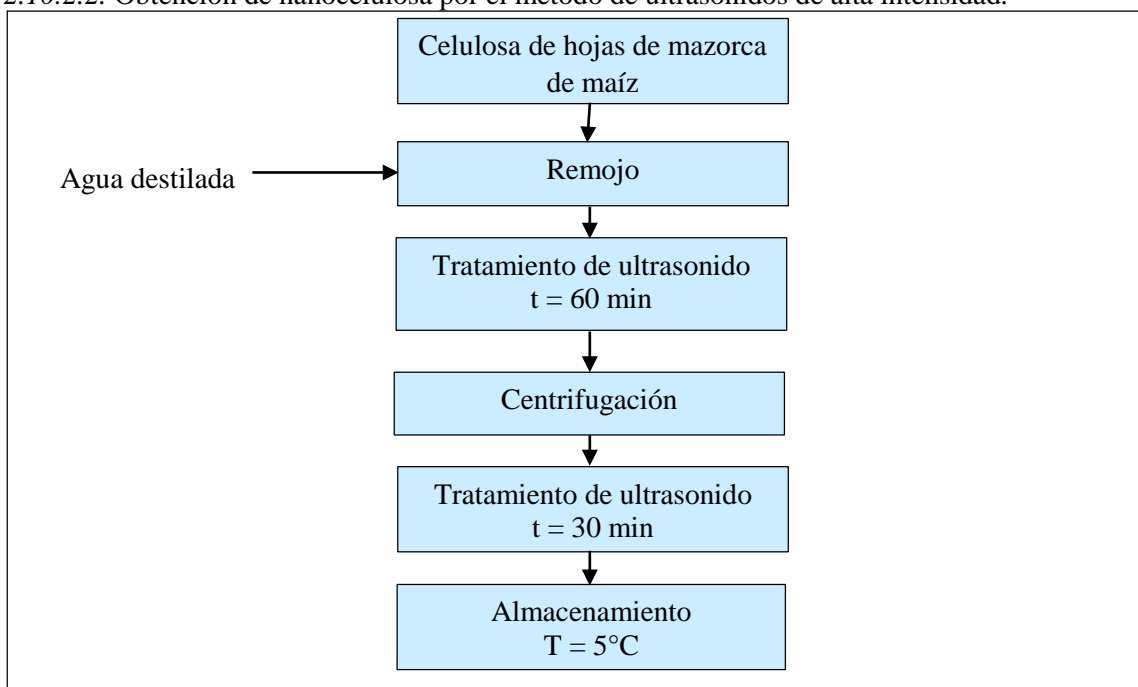
**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

**Tabla 5-2.** Proceso de obtención de nanocelulosa por el método hidrolisis acida (con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 60% y 65%) combinado con tratamientos de ultrasonidos

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Celulosa de hojas de mazorca de maíz</li> <li>• Secador de convección forzada</li> <li>• Termo agitador magnético</li> <li>• Centrifuga</li> <li>• Vasos de precipitación</li> <li>• Equipo de ultrasonido</li> <li>• pH metro</li> <li>• Balón de aforo</li> <li>• Termómetro</li> <li>• Balanza de precisión.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> <li>• Agua destilada</li> </ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se coloca 5 gramos de celulosa en polvo en un vaso de precipitación de 500 ml y se añade una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 60% p/p, en una relación fibra/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 1:20, ese vaso se los coloca en un termo agitador magnético durante 45 minutos y se controla que la temperatura no exceda los 45°C (De Carvalho et al. 2015).</li> <li>• Al finalizar el tiempo de reacción se debe detener la hidrolisis añadiendo 10 veces agua destilada fría (4°C) o cubos de hielo (200 ml) (De Carvalho et al. 2015). Se deja en reposo hasta que precipité y luego se elimina el medio de reacción, teniendo cuidado de no eliminar la nanocelulosa precipitada.</li> <li>• En esta condición el pH de la suspensión era de 1,27 por lo que para remover el exceso de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y obtener un pH neutro la muestra se centrifuga a 3000 rpm durante 10 minutos, esto se repite al menos 5 veces hasta que la suspensión alcance la neutralidad, el sedimento formado se separa y se diluye con agua destilada (Melikoğlu, Bilek y Cesur 2019).</li> <li>• Con el fin de reducir el tamaño del agregado, la suspensión de nanocelulosa se somete a un tratamiento con el equipo de ultrasonido (Yang et al. 2017, p. 98), que trabaja a 20 kHz de frecuencia y 500 Watt. El tratamiento se realiza durante 30 minutos a 35 % de amplitud y en un baño de hielo para evitar el sobrecalentamiento que puede causar la desulfatación de los grupos sulfato en la celulosa (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1292).</li> <li>• La suspensión resultante se centrifuga y luego se vuelve a tratar con ultrasonidos por 30 minutos más.</li> <li>• Finalmente, la suspensión resultante se almacena en un refrigerador a 5 ° C en un frasco de vidrio (Melikoğlu, Bilek y Cesur 2019, p. 331).</li> <li>• Luego este mismo procedimiento se aplica, pero con una concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 65% (Rahman et al. 2017).</li> </ul>	

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021

2.10.2.2. Obtención de nanocelulosa por el método de ultrasonidos de alta intensidad.



**Figura 3-2.** Diagrama de flujo obtención de nanocelulosa por ultrasonidos de alta intensidad.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

**Tabla 6-2.** Proceso de obtención de nanocelulosa por el método de ultrasonidos de alta intensidad.

Materiales y equipos		Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Celulosa de hojas de mazorca de maíz</li> <li>• Vasos de precipitación</li> <li>• Tubos de centrifuga de 50 ml fondo cónico</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza de precisión</li> <li>• Centrifuga</li> <li>• Equipo de ultrasonido</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Agua destilada</li> </ul>
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> <li>• La celulosa purificada se remojan en agua destilada, en una concentración de 0,5% en masa.</li> <li>• A continuación, se coloca aproximadamente 120 ml de la solución que contiene fibras de celulosa en el equipo de ultrasonido de 20 kHz de frecuencia y 500 Watt, el mismo que está equipado con una punta de sonda de aleación de titanio cilíndrica de 1,5 cm de diámetro.</li> <li>• El método se lleva a cabo durante 60 min para aislar las nanofibras, luego la suspensión sonicada se centrifuga a 3000 RPM para separar las finas nanofibrillas presentes en el sobrenadante de los grandes haces de las nanofibrillas que se encuentran en el sedimento.</li> <li>• La fracción que sedimenta se volvió a tratar mediante ultrasonidos de alta intensidad por 30 minutos más. Cabe mencionar que el tratamiento ultrasónico se llevó a cabo en un baño de hielo/agua y el hielo se debe mantener durante todo el tiempo de ultrasonido (Chen et al. 2011, p. 1805).</li> <li>• Finalmente, la suspensión resultante se almacena en un refrigerador a 5 ° C en un frasco de vidrio.</li> </ul>		

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### 2.10.3. Caracterización materia prima

La caracterización de la materia prima fue determinada siguiendo métodos y procedimientos estándares encontrados en la literatura.

#### 2.10.3.1. Contenido de humedad

El contenido de humedad de las hojas de mazorca de maíz se determina mediante la norma TAPPI T 412 om-06, que es un método de ensayo para evaluar la cantidad de agua contenida en una masa.

**Tabla 7-2.** Método para determinar el contenido de humedad de las hojas de mazorca de maíz.

<b>Materiales y equipos</b>	<b>Reactivos</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Capsula</li><li>• Balanza analítica</li><li>• Estufa de secado</li><li>• Desecador</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 50 gramos de muestra</li></ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Pesar 15 g de la muestra.</li><li>2. Colocar la muestra uniformemente en la capsula tarada (pre pesada).</li><li>3. Ingresar la cápsula con su contenido en la estufa y calentar a <math>105^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}</math> manteniéndola en ésta durante el tiempo de 2 h.</li><li>4. Sacar el recipiente de la estufa, colocar una tapa en la cápsula si es posible, luego trasladar al desecador y tan pronto la muestra alcance la temperatura ambiente (generalmente 30 a 45 min), pesar.</li><li>5. Repetir hasta que el peso sea constante.</li></ol> <p>El contenido de humedad se calcula mediante la siguiente ecuación:</p> $\text{Humedad, \%} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100$ <p>Donde:</p> <p><math>W_1</math> = muestra de peso inicial, g.</p> <p><math>W_2</math> = muestra de peso seco, g (Peso del recipiente con la muestra seca - Peso del recipiente)</p>	

Fuente: (TAPPI 2006b, p. 1-3)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### 2.10.3.2. Contenido de ceniza

El contenido de ceniza de las hojas de mazorca de maíz se determina mediante la norma TAPPI T 211 om-02 (Cenizas en madera, pulpa, papel y cartón: combustión a 525 ° C), que es un método para determinar el contenido de ceniza, que se refiere al residuo incombustible después de la incineración.

**Tabla 8-2.** Método para determinar el contenido de cenizas de las hojas de mazorca de maíz.

<b>Materiales y equipos</b>	<b>Reactivos</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Crisol de porcelana.</li><li>• Mufla.</li><li>• Balanza analítica.</li><li>• Desecador.</li><li>• Reverbero</li></ul>	
<b>Procedimiento</b>	
<p>1. Limpiar el crisol vacío y encender en una mufla a <math>525 \pm 25</math> °C durante 30-60 minutos, luego colocarlo en un desecador hasta que se enfríe a temperatura ambiente, para posteriormente pesarlo.</p> <p>2. Pesar 2 g de la muestra libre de humedad en el crisol tarado.</p> <p>3. Carbonice la muestra sobre una llama baja de un reverbero hasta que no desprenda humo. Cuando el residuo haya dejado de carbonizarse, coloque el crisol con la muestra en la mufla a <math>525 \pm 25</math> ° C.</p> <p>4. Cuando el espécimen esté completamente quemado como lo indica la ausencia de partículas negras, retire el crisol de la mufla y déjelo en un desecador hasta que enfríe a temperatura ambiente.</p> <p>5. Pesar el crisol con ceniza hasta que el peso de la ceniza sea constante</p> <p>El contenido de ceniza se determina mediante la siguiente expresión:</p> $Ceniza, \% = \frac{A \times 100}{B}$ <p>Donde:</p> <p>A = peso de la ceniza, g (Peso de crisol con las cenizas - Peso del crisol)</p> <p>B = peso de la muestra de ensayo, g sin humedad</p>	

Fuente: (TAPPI 2002, p. 1-4)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### 2.10.3.3. Determinación de lignina

Para este análisis se emplea el método descrito en la norma TAPPI T 222 om-02, que indica que la lignina es una sustancia aromática amorfa que forma parte de la pared celular de las plantas y cuya estructura química aún no ha sido completamente determinada. Cabe mencionar que el método indica que la extracción se realice a baño María a  $20 \pm 1$  °C, pero al realizarse los experimentos en Riobamba, en donde la temperatura bordea los 19°C, se hizo una modificación al método en donde se trabaja a temperatura ambiente.

**Tabla 9-2.** Método para determinar el contenido de lignina de las hojas de mazorca de maíz.

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vaso de precipitación de 50 y 1000 ml.</li> <li>• Vidrio reloj.</li> <li>• Equipo de filtración</li> <li>• Reverbero y horno</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 72 %</li> <li>• Agua destilada</li> </ul>
<b>Procedimiento</b>	
<p>1. Se colocó 1 gramo de muestra seca libre de humedad en un vaso de precipitación de 50 ml y se añade gradualmente en pequeñas porciones 15 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 72 % mientras se mezcla con una varilla de vidrio.</p> <p>2. Una vez dispersada la muestra se cubre el vaso con un vidrio reloj y se mantiene durante 2 h con agitación constante.</p> <p>3. Posteriormente se trasvasa la muestra a un vaso de precipitación de 1 L y se diluye al 3% mediante la adición de 575 ml de agua destilada.</p> <p>4. Se hace hervir la solución durante 4 h, manteniendo un volumen constante mediante la adición frecuente de agua caliente.</p> <p>5. Se deja que el material insoluble (lignina) precipite colocando un soporte debajo del vaso, manteniéndolo en posición inclinada hasta que se asiente todo (puede ser toda la noche).</p> <p>6. Sin agitar el precipitado, se coloca el sobrenadante en un papel filtro (pre pesado) y luego se transfiere la lignina precipitada, luego se lava con agua caliente.</p> <p>7. Se pone a secar el papel filtro con lignina en un horno a <math>105 \pm 3</math> °C hasta peso constante, luego dejar enfriar en un desecador y pesar.</p> <p>El contenido de lignina se calcula mediante la siguiente ecuación:</p> $Lignina, \% = \frac{A \times 100}{W}$ <p>Donde:</p> <p>A = peso de lignina, g (Peso del recipiente con lignina - Peso del recipiente)</p> <p>W = peso seco en horno de la muestra de ensayo, g.</p>	

Fuente: (TAPPI 2006a, p. 5-6)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

#### 2.10.3.4. Solubilidad en agua caliente

Para la determinación de los materiales solubles en agua se emplea el método descrito en la norma TAPPI T 207 cm-99, la importancia del método implica la eliminación y determinación de componentes solubles en agua como elementos inorgánicos, taninos, gomas, azúcares, almidones y colorantes presentes en el material lignocelulósico (TAPPI 1999, p. 1).

**Tabla 10-2.** Método para determinar solubilidad en agua caliente de hojas de mazorca de maíz.

<b>Materiales y equipos</b>	<b>Reactivos</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Vaso de precipitación de 500 ml.</li><li>• Varilla de agitación</li><li>• Crisol filtrante de porcelana.</li><li>• Horno</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Agua destilada</li></ul>
<b>Procedimiento</b>	
1. Colocar 10 gramos de la muestra en un vaso de precipitados de 500 mL y agregar lentamente 300 mL de agua destilada caliente, asegurándose de que la muestra esté bien humedecida para evitar la tendencia a flotar.	
2. Se hace hervir la solución durante 3 horas con agitación frecuente y manteniendo un volumen constante mediante la adición de agua caliente.	
3. Se filtra y se lava con agua destilada, posteriormente se seca a 105°C hasta que la muestra tenga peso constante.	
La solubilidad en agua se calcula mediante la siguiente ecuación:	
$\text{Solubilidad en agua, \%} = \frac{(A - B) \times 100}{A}$	
Donde:	
A = peso inicial de la muestra seca, g.	
B = peso seco de la muestra después de la extracción, g.	

Fuente: (TAPPI 1999, p. 1-3)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

#### 2.10.4. Caracterización celulosa

##### 2.10.4.1. Rendimiento de celulosa (%)

El rendimiento es una relación entre la cantidad de masa obtenida después de aplicar el tratamiento y la cantidad de masa empleada al inicio del tratamiento, el porcentaje de rendimiento de celulosa se calcula empleando la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Peso celulosa extraída}}{\text{Peso hojas de mazorca de maíz}} \times 100$$

#### 2.10.4.2. Determinación de alfa celulosa

El contenido de alfa celulosa de la pulpa celulósica obtenida se determina mediante la norma TAPPI T 203m 58, que es un método de ensayo que indica el contenido de celulosa de alto peso molecular no degradado en la pulpa durante el tratamiento alcalino. Cabe mencionar que el método indica que la extracción se realice a baño María a  $20 \pm 1$  °C, pero al realizarse los experimentos en Riobamba, en donde la temperatura bordea los 19°C, se hizo una modificación al método en donde se trabaja a temperatura ambiente.

**Tabla 11-2.** Método para determinar el contenido de alfa celulosa.

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cronometro.</li> <li>• Balanza analítica.</li> <li>• Embudo Büchner</li> <li>• Vaso de precipitación de 250 ml.</li> <li>• Pipetas de 10 ml.</li> <li>• Kitasato de 250 ml.</li> <li>• Varillas de agitación de vidrio.</li> <li>• Estufa</li> <li>• Bomba de vacío.</li> <li>• Papel filtro</li> <li>• Vidrio reloj</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 75 ml de solución de NaOH al 17,5 % p/v.</li> <li>• 25 ml de solución de NaOH al 8,8 % p/v.</li> <li>• 40 ml de solución de ácido acético al 2N.</li> <li>• Agua destilada</li> </ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pesar 3g de muestra y transferir a un vaso de precipitación de 250 ml.</li> <li>2. Humedecer la pulpa con 15 ml de solución de NaOH al 17,5% y agitar suavemente con la varilla de vidrio durante 1 minuto, agregar 10 ml más y mezclar, se agregan 10 ml más de manera que se forme una masa suave libre de grumos, luego se deja en reposo durante 3 minutos, se agrega 10 ml más y se mezcla con la varilla de vidrio durante 10 minutos, luego se agregan los 30 ml remanentes de la solución, en porciones de 10 ml después de 2,5 minutos, 5 minutos y 7,5 minutos respectivamente. Posteriormente se cubre el vaso con un vidrio reloj sin retirar la varilla y se deja la mezcla en reposo durante 30 minutos</li> <li>3. Se agregan 100 ml de agua, rápidamente se mezcla bien y se deja la mezcla diluida por un lapso adicional de 30 minutos.</li> <li>4. Se coloca el contenido en un embudo Büchner que está conectado a un matraz de succión y se procede a la filtración al vacío. Se lava el vaso y el residuo con 25 ml de solución de NaOH al 8,8 %, luego se lava el residuo filtrado, usando 5 porciones de 50 ml de agua.</li> </ol>	



5. Lavar el residuo con 400 ml adicionales de agua, se desconecta el tubo de succión se llena el embudo con 40 ml de solución 2N de ácido acético y se deja humedecer el residuo 5 minutos, se elimina el ácido acético aplicando succión y se lava el residuo con agua hasta eliminar la acidez.

6. Se desconecta el equipo de succión y se seca el residuo en la estufa a 105°C hasta peso constante, el residuo representa el porcentaje de alfa celulosa que contiene la muestra.

El contenido de celulosa se calculó a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{Alfa celulosa, \%} = \frac{P_2}{P_1} \times 100$$

Donde:

P2 = Peso final de la muestra seca (después de realizar análisis)

P1 = Peso inicial de la muestra seco (antes de realizar el análisis)

Fuente: (TAPPI [sin fecha], p. 1-3)

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### **2.10.5. Caracterización nanocelulosa**

Para analizar el efecto de los tratamientos aplicados durante el proceso de obtención de nanocelulosa, es necesaria la caracterización del producto obtenido.

#### **2.10.5.1. Transmitancia óptica**

Para este análisis se utiliza el espectrofotómetro UV visible en donde se mide la Transmitancia de una suspensión de nanocelulosa diluida al 0,1 % en un rango de longitud de onda entre 400-800 nm y se emplea como blanco el espectro de una cubeta de cuarzo con agua (Espinosa 2019, p. 71).

La Transmitancia aporta una idea aproximada sobre el grado de nano fibrilación de las suspensiones de nanocelulosa, por lo que se relaciona con el rendimiento de las nano estructuras de celulosa obtenidas.

Esto debido a que cuando la luz atraviesa un medio que contiene partículas dispersas suficientemente grandes, esta luz es dispersada por las partículas provocando una disminución en el grado de transparencia, es decir que el tamaño de partícula es proporcional a la dispersión de la luz, siendo así que cuanto mayor es el tamaño de partícula, más luz se dispersa y menos transparente es la muestra resultante y por ende el valor de Transmitancia disminuye (Besbes, Vilar y Boufi 2011, p. 1202).

**Tabla 12-2.** Método para determinar la Transmitancia de la nanocelulosa.

<b>Materiales y equipos</b>	<b>Reactivos</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Espectrofotómetro UV Visible</li><li>• Celda de cuarzo de 1 cm</li><li>• Toalla absorbente</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Agua destilada</li></ul>
<b>Procedimiento</b>	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Encender el equipo y tener preparadas las muestras a analizar.</li><li>2. Configurar los parámetros instrumentales que solicita el equipo (Nombre del análisis, formato de datos, ancho de banda espectral, longitud de onda).</li><li>3. Realizar la medición del blanco (con agua destilada).</li><li>4. Colocar la muestra en la celda de cuarzo y con la ayuda de la toalla absorbente limpiar las paredes de la celda para evitar interferencias en el análisis.</li><li>5. Ubicar la celda de cuarzo en el compartimiento de muestras.</li><li>6. Realizar la medición y registrar los valores de Transmitancia.</li></ol>	

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

### **2.10.6. Caracterización a la materia prima, celulosa y nanocelulosa**

#### **2.10.6.1. Apariencia de las fibras**

Las muestras de hojas de mazorca de maíz, la celulosa extraída y la nanocelulosa preparada se las observa en el microscopio óptico (OLYMPUS CX31) para visualizar sus estructuras que no son visibles a simple vista.

**Tabla 13-2.** Método para observar la apariencia de las muestras.

<b>Materiales y equipos</b>	<b>Reactivos</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Microscopio óptico</li><li>• Porta y cubre objeto</li></ul>	
<b>Procedimiento</b>	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Encender el microscopio.</li><li>2. Colocar la muestra en el portaobjetos y este colocarlo en la platina del microscopio.</li><li>3. Enfoque de la estructura de interés ajustando la posición de la platina.</li><li>4. Observar con cada lente objetivo para determinar con cual se visualiza mejor la muestra.</li><li>5. Adquisición de la imagen de la muestra analizada (fotos).</li><li>6. Quitar el portaobjetos de la platina y apagar el microscopio.</li></ol>	

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

### 2.10.6.2. Determinación de grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo

La espectroscopia infrarrojo se ha utilizado ampliamente en diferentes investigaciones ya que presenta un método relativamente fácil de obtener información directa sobre los cambios químicos que ocurren durante varios tratamientos químicos (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1293).

En esta investigación se utilizó el espectrofotómetro infrarrojo marca JASCO, modelo FT/IR-4100, que trabaja en las regiones de 4000-550  $\text{cm}^{-1}$ , mismo que se encuentra en la Facultad de Ciencias de la ESPOCH. En este equipo las muestras que se colocaron en polvo a condiciones ambientales fueron analizadas para obtener información de su composición química, misma que es expresada en espectros y datos de longitud de onda y Transmitancia.

**Tabla 14-2.** Método para determinar grupos funcionales por espectroscopia de infrarrojo.

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"><li>• Espectrofotómetro FTIR</li><li>• Algodón</li><li>• Pipeta Pasteur</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Alcohol antiséptico</li></ul>
Procedimiento	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Encender el equipo.</li><li>2. Ejecutar el programa <b>Spectra Manager</b> y seleccionar <b>Quick-Star</b>.</li><li>3. Limpiar con alcohol y algodón la superficie donde se coloca la muestra (ubicada en la parte interior central del equipo).</li><li>4. Una vez verificada la ausencia de sustancias en el área de muestra realizar el “<b>Background</b>”, para lo cual se debe cerrar la tapa del equipo y presionar el botón <b>STAR</b> ubicado en la parte frontal del mismo.</li><li>5. Abrir de nuevo la tapa del equipo y realizar el barrido espectral colocando la muestra sobre el cristal del área de muestra, quitar el seguro ubicado en la parte posterior, traer hacia adelante el tornillo de ajuste y ajustarlo hasta que muestre fricción, cerrar la tapa y pulsar <b>STAR</b>.</li><li>6. Procesar el espectro utilizando el programa <b>Spectra Analysis</b>, corregir las escalas seleccionando y eliminar el <math>\text{CO}_2</math>.</li><li>7. Identificar los picos más relevantes presentes en la gráfica.</li><li>8. Guardar los datos del espectro para su posterior análisis.</li><li>9. Abrir la tapa del equipo, desajustar el tornillo de ajuste y limpiar con alcohol y algodón el área donde se colocó la muestra.</li><li>10. Cerrar los programas empleados y apagar el equipo.</li></ol>	

**Fuente:** Manual de operación de Espectrofotómetro Infrarrojo FT-IR del laboratorio de Química instrumental, ESPOCH.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

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

El SEM es un microscopio que utiliza electrones para formar imágenes de alta resolución, para lo cual el equipo posee un cañón de electrones en una columna que opera al vacío, donde se genera un haz de electrones que interactúan con la superficie de la muestra analizada, estas interacciones producen señales que son registradas, procesadas y visualizadas en el medio final de observación que es el monitor de la computadora (Ipohorski y Bozzano 2013, p. 46).

Se utilizó el microscopio electrónico de barrido JEOL SEM JSM-IT100 que se encuentra en la Facultad de Mecánica de la ESPOCH donde las muestras de celulosa y nanocelulosa fueron examinadas para visualizar su morfología.

Para la visualización en el microscopio las muestras que deben haber sido previamente secadas se colocaron en un porta muestras de aluminio que es de forma circular mismo que se coloca en el microscopio y para la observación se utilizó un voltaje de 15.0 kV

Posteriormente las imágenes obtenidas del SEM se analizaron en el software de procesamiento de imágenes ImageJ, que fue desarrollado por National Institutes of Health de Estados Unidos y que es de dominio público, con el objetivo de determinar el diámetro de las fibras.

**Tabla 15-2.** Procedimiento para utilización del SEM.

Materiales y equipos	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"><li>• Microscopio electrónico de barrido</li><li>• Porta muestras de aluminio</li><li>• Cinta de carbono</li></ul>	
Procedimiento	
<ol style="list-style-type: none"><li>1. Preparación de la muestra a analizar.</li><li>2. Colocación de la muestra en la cámara porta muestra del SEM.</li><li>3. Generación del vacío (alto, medio o bajo).</li><li>4. Determinación del voltaje</li><li>5. Enfoque de la estructura de interés</li><li>6. Optimización de los parámetros en el SEM.</li><li>7. Adquisición de la imagen de la muestra analizada.</li><li>8. Almacenamiento de las imágenes en un CD.</li></ol>	

**Fuente:** (Cayambe y Zambrano 2015, p. 26)

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

## CAPITULO III

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Análisis de resultados

##### 3.1.1. Caracterización de la materia prima

###### 3.1.1.1. Composición química

Las hojas de mazorca de maíz (*Zea mays L*) fueron sometidas a diferentes análisis químicos con el fin de saber su composición, en la siguiente tabla se muestra los resultados obtenidos.

**Tabla 1-3.** Análisis de la composición química de las hojas de mazorca de maíz.

ENSAYO	MÉTODO DE REFERENCIA	PORCENTAJE
Humedad	TAPPI T 412 om-06	9,05
Ceniza	TAPPI T 211 om-02	2,02
Celulosa	TAPPI T 203m 58	38,94
Lignina	TAPPI T 222 om-02	16,15
Solubilidad en agua caliente	TAPPI T 207 cm-99	2,53

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

La cantidad de material celulósico en las hojas de mazorca de maíz utilizada en esta investigación es de 38,94%. Este valor está de acuerdo con el valor de literatura reportado por Yang et al. (2017, p. 242) con un porcentaje de celulosa de 38,2%.

Sin embargo, si se compara con otras investigaciones en donde se usan otras fibras no madereras, se determina que el porcentaje obtenido de celulosa es mayor, por ejemplo, la pulpa de manzana contiene (32,48 ± 0,33%) (Melikoğlu, Bilek y Cesur 2019, p. 332), las fibras de desecho de hojas de té (16,2%) (Rahman et al. 2017, p. 4), la cascara de piña (20-25%) (Dai y Huang 2017, p. 1) y el pseudotallo del banano (37,85%) (Carchi 2014, p. 66).

Un punto importante a notar es que después del tratamiento de purificación química que se utiliza para determinar el contenido de alfa celulosa, el porcentaje de celulosa tuvo un cambio notable, ya que su contenido incremento de 38,94% a 90,51 %, esto es debido a que el hidróxido de sodio reacciona con la hemicelulosa y lignina, lo que hace que sea más sencillo remover estos componentes bajo ciertas condiciones, produciendo de esta manera que aumente el contenido de celulosa y que decrezca el contenido de los demás componentes que son considerados como impurezas.

Las hojas de mazorca de maíz empeladas en este trabajo presentan un contenido de humedad de 9,05%, mientras que el contenido de lignina que es de 16,15 % es comparable con el valor

reportado por Yang et al. (2016, p. 99) en donde obtiene un 16,24%. Cabe recalcar que las hojas de mazorca de maíz al ser fuentes no madereras presentan menor contenido de lignina que la madera, y esa es la razón por la que los procesos de blanqueo empleados son menos exigentes (Valdebenito et al. 2017, p. 3).

De la misma manera el contenido de ceniza de 2,02% es similar al reportado por Valdebenito et al. (2017, p. 3) que es de  $2.5 \pm 0.4$ .

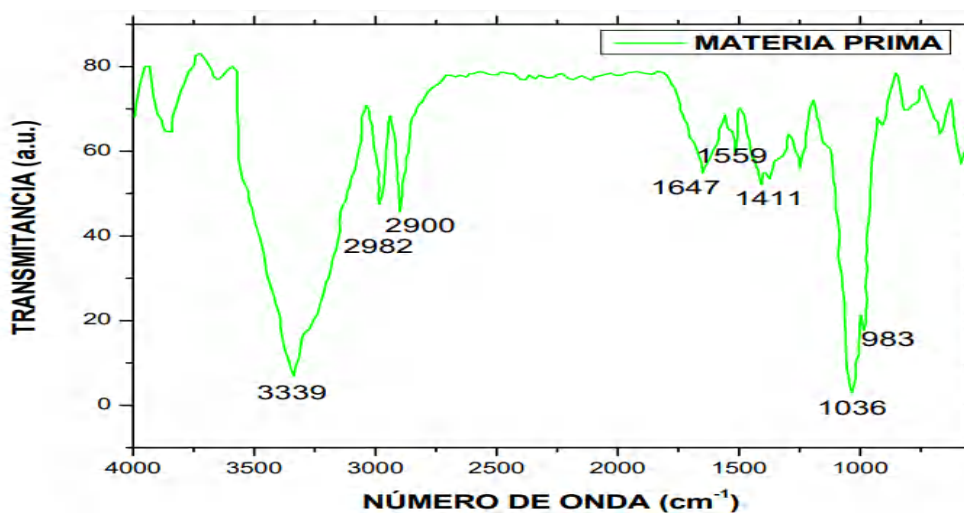
Con respecto al valor de 2,53% que representa la solubilidad en agua caliente, este se encuentra dentro de los rangos indicados en la misma norma de referencia (TAPPI 1999, p. 3) que van de 0,5 a 4,3 %.

Con estas comparaciones se demuestra la fiabilidad de los datos obtenidos y que las normas de referencia empleadas tienen repetitividad sobre el material lignocelulósico.

### 3.1.1.2. Espectroscopia infrarrojo

A continuación, se presenta el análisis de los espectros de la hoja de mazorca de maíz y el licor negro resultantes del análisis por espectroscopia de infrarrojo.

- **Materia prima (hoja de mazorca de maíz)**



**Gráfico 1-3.** Espectro infrarrojo muestra de hoja de mazorca de maíz.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

Se observa un pico ancho e intenso de  $3339 \text{ cm}^{-1}$  que corresponde al grupo  $\text{-OH}$  que está presente en la estructura de la celulosa, pero también puede atribuirse al grupo  $\text{OH}$  del fenol que se encuentra en la lignina (Munguía 2016, p. 47). Los picos de  $2982 \text{ cm}^{-1}$  y  $2900 \text{ cm}^{-1}$ , corresponden al estiramiento de los enlaces  $\text{C-H}$  de los compuestos alifáticos que están presentes en la celulosa,

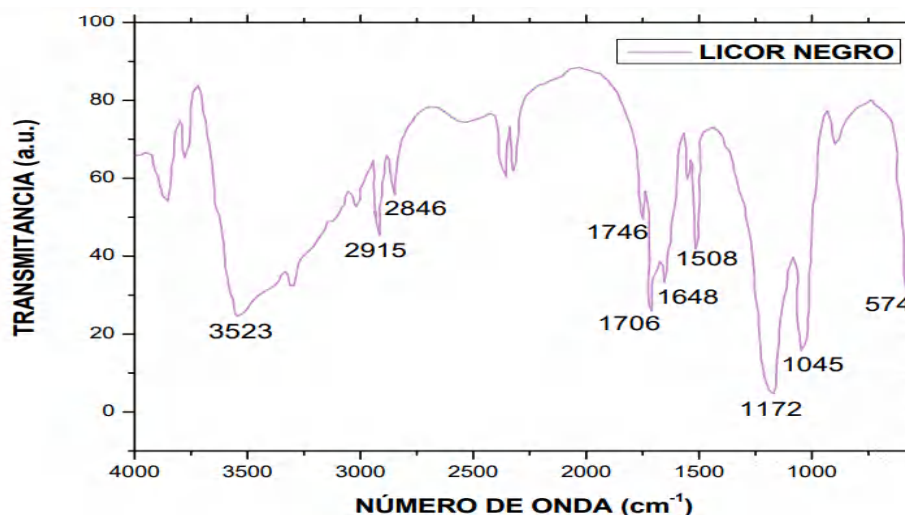
hemicelulosa y lignina, ya que son compuestos orgánicos formados por carbono e hidrogeno (Shurvell 2006).

El pico de  $1647\text{ cm}^{-1}$  se asigna al estiramiento del enlace H-O-H que indica la presencia de la molécula de agua (Mondragón 2020, p. 68).

Aparece un pico a  $1559\text{ cm}^{-1}$  que está asociado al estiramiento C=C del anillo aromático presente en la lignina, igualmente el pico de  $1411\text{ cm}^{-1}$  está relacionado con el grupo OH presente en los ácidos carboxílicos de los ácidos ferúlico y p-cumarico. de lignina y hemicelulosa (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1293).

Se visualiza un pico de  $1036\text{ cm}^{-1}$  que representa al estiramiento de los compuestos de alcohol (-OH) y éter (-O-) presenten en la estructura de la celulosa, también se observa el pico  $983\text{ cm}^{-1}$ , que representa el anillo de carbono en los compuestos cíclicos, que estaría relacionado al benceno que es una de las estructuras que predominan en la lignina (Shurvell 2006).

- **Licor negro**



**Gráfico 2-3.** Espectro infrarrojo muestra del licor negro.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

Se analizó el licor negro resultante luego de aplicar los tratamientos de purificación, en donde se puede detectar el pico de  $3522.51\text{ cm}^{-1}$  está asociado con la vibración de los grupos hidroxilo (-OH).

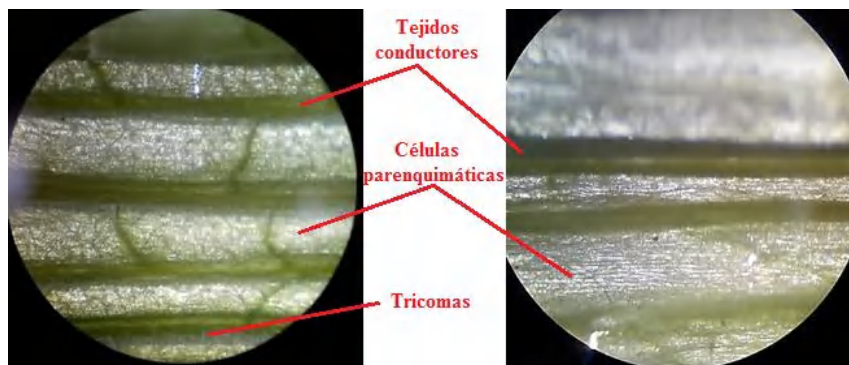
Los picos de  $2915\text{ cm}^{-1}$  y  $2846\text{ cm}^{-1}$  corresponden a grupos alifáticos, los picos de  $1746$  y  $1706\text{ cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento (C=O) que forma parte del grupo funcional acetilo en los glucomanos y xilanos O-acetilados que son componentes principales de la hemicelulosa (Himmelsbach, Khalili y Akin 2002, p. 689) o también puede corresponder al enlace éster del grupo carboxílico de los ácidos ferúlico y p-cumarico. de lignina (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1293).

El pico ubicado a  $1648\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la vibración del enlace H-O-H que representa el agua presente en la muestra (Mondragón 2020, p. 68). El pico de  $1508\text{ cm}^{-1}$  y el de  $574\text{ cm}^{-1}$  están asociados al enlace C=C del anillo aromático, el pico  $1172\text{ cm}^{-1}$  representa a los grupos hidroxilo y el pico  $1045\text{ cm}^{-1}$  corresponde a los grupos metoxilo, todos estos presentes en la lignina (Xie et al. 2016, p. 13).

Todos estos grupos son parte de las estructuras del material lignocelulósico, es decir de la celulosa, hemicelulosa y lignina, que durante los tratamientos químicos se van eliminando y separando de la celulosa, con el fin de aislarla o purificarla.

### 3.1.1.3. Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras)

Se realizó un corte de la hoja de mazorca de maíz, se lo colocó en el microscopio óptico (OLYMPUS CX31) y se observó la morfología con el lente objetivo de menor aumento (4X)



**Figura 1-3.** Imagen de la hoja de mazorca de maíz en el microscopio.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

Se pudo visualizar la presencia de tricomas o pelos epidérmicos, así como tejidos conductores (xilema y floema) que se encargan de transportar agua, compuestos orgánicos e inorgánicos desde las raíces hacia las hojas y desde las hojas al resto de la planta (Prado et al. 2012, p. 46).

También se observa las células parenquimáticas que forman filas perpendiculares a los tejidos conductores, estas células parenquimáticas sirven como almacén de ciertas sustancias (minerales, almidón, agua, etc.) y como canal de comunicación entre el xilema y floema (Universidad de Vigo 2019).

Se observa la estructura densa e intacta porque los componentes no celulósicos como la hemicelulosa, lignina y pectina, aun no son eliminados

### 3.1.2. Caracterización de la celulosa



### 3.1.2.1. Extracción de celulosa

Tomando en cuenta los métodos de extracción reportados por (Smyth et al. 2017) y (De Carvalho et al. 2015) se desarrolló un procedimiento para extraer la celulosa (ver anexo E), que consistió en someter a las hojas de mazorca de maíz a diferentes concentraciones de NaOH y temperaturas de extracción, con el fin de determinar las condiciones en donde se obtenga mejores resultados de rendimiento y contenido de alfa celulosa. En la siguiente tabla se observa las variables que se emplearon en el diseño experimental y los niveles presentes en cada una.

**Tabla 2-3.** Variables utilizadas para la determinación del rendimiento de celulosa y alfa celulosa.

VARIABLES O FACTORES	NIVELES		
Concentración de NaOH	2%		5%
Temperatura de extracción	Temperatura ambiente (19 °C)	50 °C	90 °C

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

A continuación, se muestran los resultados de porcentaje de rendimiento y porcentaje de alfa celulosa obtenidos en el proceso de extracción de celulosa a partir de las hojas de mazorca de maíz.

- **Rendimiento de la extracción de celulosa de la hoja de mazorca de maíz**

El rendimiento de celulosa corresponde al contenido de celulosa residual después de aplicar el tratamiento alcalino con NaOH y el tratamiento de blanqueo con NaClO, con lo que se da la eliminación de lignina, hemicelulosa y otros carbohidratos. A continuación, se presentan los resultados obtenidos

**Tabla 3-3.** Resultados del rendimiento de la extracción de celulosa de la hoja de mazorca de maíz

EXPERIMENTOS	VARIABLES		PESO (g)		RESPUESTA
	NaOH (%)	Temperatura (°C)	Hojas de mazorca de maíz	Celulosa extraída	Rendimiento (%)
E1	2	19	8,2687	2,6505	30,07
E2	2	50	8,2559	2,7255	33,03
E3	2	90	8,3713	2,7168	27,26
E4	5	19	8,2697	2,8271	34,19
E5	5	50	8,3103	3,2362	38,94
E6	5	90	8,7230	2,3780	32,92

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

- **Porcentaje de alfa celulosa presente en las muestras de celulosa extraídas.**

El contenido de alfa celulosa representa la pureza de la celulosa y se considera un criterio de calidad importante en las aplicaciones industriales (Melikoğlu, Bilek y Cesur 2019, p. 332).

**Tabla 4-3.** Resultados de la alfa celulosa presente en las muestras de celulosa extraídas de la hoja de mazorca de maíz.

EXPERIMENTOS	VARIABLES		PESO (g)		RESPUESTA
	NaOH (%)	Temperatura (°C)	Inicial de la muestra	Final de la muestra	Alfa celulosa (%)
E1	2	19	2,1408	1,7139	80,06
E2	2	50	2,1812	1,7960	82,34
E3	2	90	2,0549	1,7325	84,31
E4	5	19	2,2396	1,9563	87,35
E5	5	50	2,1981	1,9895	90,51
E6	5	90	2,1547	1,9786	91,83

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### 3.1.2.2. Análisis estadístico

Se aplicó el análisis de varianza ANOVA para determinar el efecto de las diferentes concentraciones de NaOH y las temperaturas de extracción en el porcentaje de rendimiento y porcentaje de contenido de alfa celulosa.

Este análisis compara los valores medios que adquiere la variable de respuesta en poblaciones donde los niveles de los factores empleados son distintos (Ordaz, Melgar y Rubio 2014, p. 2).

Para el análisis de datos se utilizó la hoja de cálculo de Excel donde se recurrió a la herramienta de análisis de varianza de dos factores con un nivel de significancia (alfa) de 0,05. Primero se estableció la prueba de hipótesis, donde se tiene dos supuestos:

- Hipótesis nula ( $H_0$ ): No existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados.
- Hipótesis alternativa ( $H_1$ ): Existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados.

Luego para la verificación de estas hipótesis se comparó el nivel de significancia (alfa) con el valor p (probabilidad de que la diferencia de resultado se deba al azar), teniendo así que:

- Si  $p < \alpha$ , se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa.
- Si  $p > \alpha$ , se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa.

A continuación, se presentan los resultados del ANOVA obtenidos para cada variable de respuesta:

- **Rendimiento de la extracción de celulosa**

**Tabla 5-3.** Resultados simplificados del porcentaje de rendimiento de celulosa.

		Temperatura		
		19°C	50°C	90°C
Concentración NaOH	2%	30,07	33,03	27,26
	5%	34,19	38,94	32,92

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

**Tabla 6-3.** Análisis de varianza del rendimiento de extracción de celulosa de la hoja de mazorca de maíz.

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Concentración NaOH	41,02935	1	41,02935	87,3243588	<b>0,011258532</b>	18,5128205
Temperatura	35,8491	2	17,92455	38,1495158	<b>0,0255431</b>	19
Error	0,9397	2	0,46985			
Total	77,81815	5				

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

**Análisis:**

Para la concentración de NaOH se tiene que:

$$p \text{ valor} < 0,05$$

Para la temperatura de extracción se tiene que:

$$p \text{ valor} < 0,05$$

Para ambos casos se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ ) y se acepta la hipótesis alternativa ( $H_1$ ) que indica que, si existe diferencia estadísticamente significativa en los resultados, es decir que la concentración de NaOH y la temperatura si influyen en el rendimiento de extracción de la celulosa, siendo así que a las condiciones planteadas de NaOH y a temperaturas de 19 y 50°C, se evidencia un aumento progresivo del rendimiento, pero al aumentar la temperatura a 90°C se produce una disminución del rendimiento, esto debido a que el aumento de las condiciones de extracción permite la fácil eliminación de lignina y hemicelulosa, pero a la vez ocasionan la degradación de la celulosa.

- **Porcentaje de alfa celulosa**

**Tabla 7-3.** Resultados simplificados del porcentaje alfa celulosa.

		Temperatura		
		19°C	50°C	90°C
Concentración NaOH	2%	80,06	82,34	84,31
	5%	87,35	90,51	91,83

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

**Tabla 8-3.** Análisis de varianza de la alfa celulosa presente en las muestras de celulosa extraídas de la hoja de mazorca de maíz.

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Concentración NaOH	88,0134	1	88,0134	845,0638502	<b>0,001181246</b>	18,51282051
Temperatura de extracción	19,43843333	2	9,719216667	93,31941111	<b>0,010602271</b>	19
Error	0,2083	2	0,10415			
Total	107,6601333	5				

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

**Análisis:**

Para la concentración de NaOH se tiene que:

$$p \text{ valor} < 0,05$$

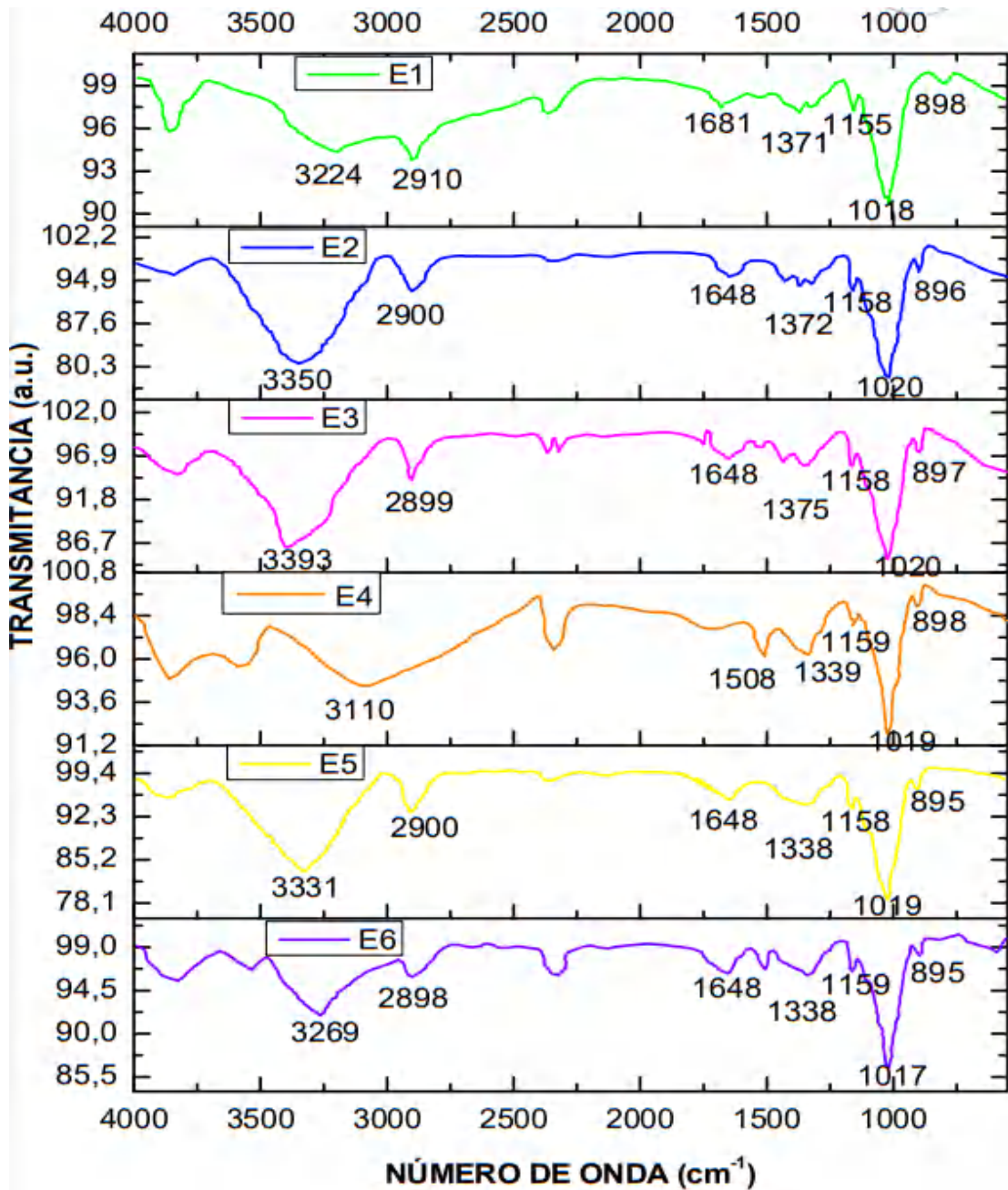
Para la temperatura de extracción se tiene que:

$$p \text{ valor} < 0,05$$

Para ambos casos se rechaza la hipótesis nula ( $H_0$ ) y se acepta la hipótesis alternativa ( $H_1$ ) que indica que existe diferencia estadísticamente significativa en los resultados, es decir que la concentración de NaOH y la temperatura de extracción si influyen en el porcentaje de alfa celulosa obtenida, ya que el contenido de alfa celulosa va aumentando a medida que aumenta la concentración de NaOH y la temperatura de extracción.

### 3.1.2.3. Espectroscopia infrarrojo

A continuación, se presentan los resultados de la espectroscopia de infrarrojo, así como un análisis de los espectros de la celulosa extraída mediante tratamiento alcalino. Es importante mencionar que las imágenes obtenidas por el equipo IR fueron digitalizadas en el software OriginLab que es para el análisis de datos y gráficos científicos, esto con el objetivo de presentar graficas con espectros despejados de interferencias, que sean mas entendibles.



**Gráfico 3-3.** Espectro infrarrojo de los 6 experimentos aplicados en la extracción de celulosa.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

En todos los espectros aparece un pico ancho dentro del rango de 3700-3100  $\text{cm}^{-1}$  que está relacionado con la vibración del enlace  $\text{-OH}$ , es decir del grupo hidroxilo que está presente en la estructura de la macromolécula de celulosa (Costa et al. 2015, p. 291). Se puede señalar además que el E2 y E5 presentan un pico ancho del enlace  $\text{-OH}$  que se debe a la presencia de enlaces puente de hidrógeno y que en el resto de experimentos el pico que se observa es más corto y puntiagudo debido a que no presenta enlaces puente de hidrogeno (Mondragón 2020, p. 135)

Todos los espectros a excepción del E4 presentaron el pico dentro del rango de 3000–2800  $\text{cm}^{-1}$  que corresponde al estiramiento de los enlaces  $\text{C-H}$  de los compuestos alifáticos (Shurvell 2006).

Los picos ubicados entre 1660-1643  $\text{cm}^{-1}$  corresponden a la vibración del enlace  $\text{H-O-H}$  del agua absorbida por las muestras, lo que indica a la vez que todas las muestras obtenidas después del tratamiento alcalino contenían cierta cantidad de humedad (Nacos et al. 2006, p. 130).

Sin embargo se observa que el experimento E1 presenta un pico de 1681  $\text{cm}^{-1}$  que esta asociado al enlace  $\text{C=O}$  que forma parte del grupo funcional acetilo en los glucomananos y xilanos O-acetilados que son componentes principales de la hemicelulosa como ya se mencionó en el análisis del licor negro. Algo similar ocurre en el experimento E4 que presenta un pico de 1508  $\text{cm}^{-1}$ , que está asociado al enlace  $\text{C=C}$  del anillo aromático presente en la estructura de la lignina (Shurvell 2006). Estas impurezas o componentes no deseados se pueden deber a que durante la extracción alcalina la lignina y hemicelulosa se solubilizaron y coprecipitaron con la celulosa extraída (Nacos et al. 2006, p. 131).

Los picos en la región de 1383-1336  $\text{cm}^{-1}$  que se encuentran en todas las muestras corresponden a las vibraciones de flexión de los enlaces  $\text{C-H}$  y  $\text{O-H}$  del grupo  $\text{C-OH}$ , presentes en los azúcares que a su vez forman parte del polisacárido de celulosa (Nacos et al. 2006, p. 130-131).

Los picos entre 1159-1017  $\text{cm}^{-1}$  son tribuidos a la vibración  $\text{C-H}$  y al estiramiento  $\text{C-O-C}$  del esqueleto del anillo de la  $\beta$ -glucopiranososa que constituye la estructura principal de la celulosa (Solís et al. 2019, p. 30).

Las bandas que están en la región de 898-845  $\text{cm}^{-1}$  y que estan en todas las muestras son las más importantes porque corresponden a los enlaces glicosídicos entre las unidades de glucosa en la celulosa (Kacuráková et al. 2000, p. 201).

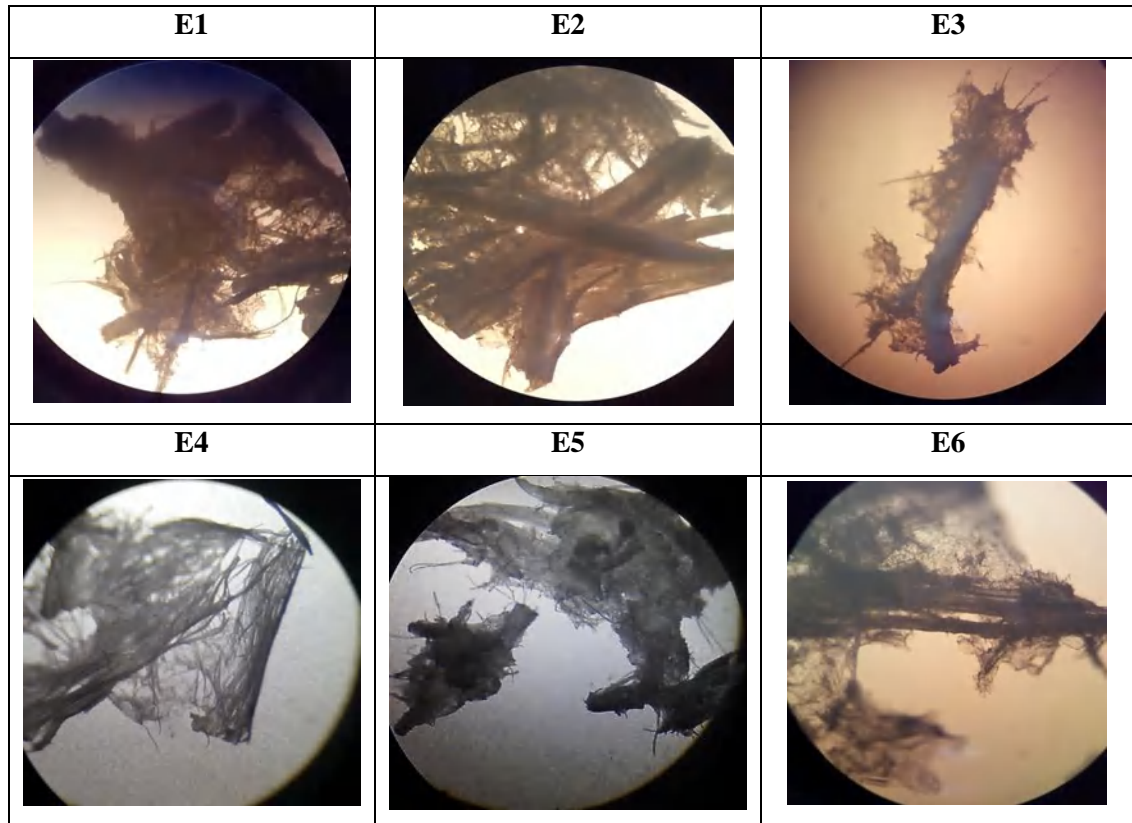
Los espectros de los 6 experimentos muestran un alto grado de similitud ya que solo se observan pequeñas diferencias entre ellos, esto se debe a la variación de parámetros en cada experimento, lo que indica que los métodos de extracción no cambian la estructura química principal de la celulosa.

Un punto importante es que los picos presentes en el espectro de la materia prima que son de 1559, 1411 y 983  $\text{cm}^{-1}$ , los mismos que estan relacionados con los grupos funcionales de la lignina

y hemicelulosa, aparecen en los espectros de la celulosa del E1 y E4, lo que indica que esos componentes no pudieron eliminar por completo mediante la aplicación del tratamiento alcalino.

### 3.1.2.4. Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras)

La morfología de la celulosa se determinó con un microscopio óptico (OLYMPUS CX31).



**Figura 2-3.** Imagen en el microscopio de la celulosa obtenida en cada experimento.

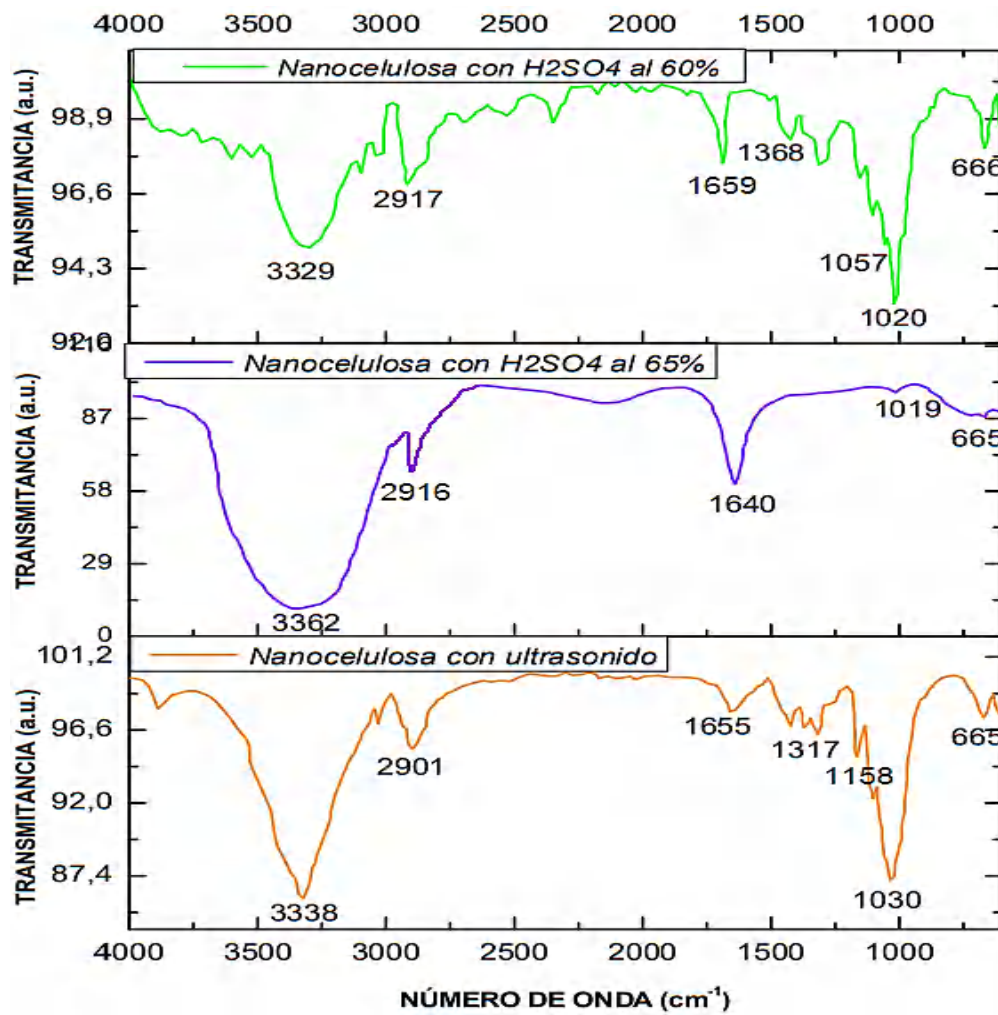
**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

La celulosa obtenida en cada experimento se observó en el microscopio óptico con el lente de (10X), se visualizó que el experimento E1 y E2 aun poseen fibras con una estructura compacta y lisa, esto se puede deber a la presencia aun de ceras cuticulares que sirven de barrera hidrofóbica a las hojas (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1297). Pero a partir del E3 al E6 se observa fibras más delgadas y poco aglomeradas, lo que indica que se dio la destrucción de la estructura compacta de las hojas de mazorca de maíz debido a la separación y eliminación progresiva de lignina, hemicelulosa y otros carbohidratos después de aumentar los niveles de NaOH y de temperatura, lo que facilitó la purificación de celulosa. Además, se observó que los tratamientos aplicados rompen los haces de fibras para producir fibras individuales sin presencia evidente de tejido epidérmico o parenquimatoso.

### 3.1.3. Caracterización nanocelulosa

#### 3.1.3.1. Espectroscopia infrarrojo

A continuación, se presenta el análisis de los espectros de nanocelulosa tratada con  $H_2SO_4$  y la nanocelulosa tratada con ultrasonido de alta intensidad, resultantes del análisis por espectroscopia de infrarrojo.



**Gráfico 4-3.** Espectro infrarrojo de las nanocelulosas obtenidas con diferentes tratamientos.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

De igual manera que en la celulosa los picos que están dentro del rango de 3700–3100  $cm^{-1}$  están relacionados con la vibración del enlace  $-OH$  de los grupos hidroxilo que están presentes en la estructura de la macromolécula de celulosa (Costa et al. 2015, p. 291).

Los picos ubicados en la región de 3000–2800  $cm^{-1}$  corresponden al estiramiento de los enlaces C-H de los compuestos alifáticos, es decir compuestos orgánicos que tengan grupos  $CH_2$  y  $CH_3$  (Shurvell 2006).



La aparición del pico a  $1057.76\text{ cm}^{-1}$  se debe a la vibración del grupo alquil sulfoxido (S=O) que indica la presencia de grupos sulfato agregados a la nanocelulosa durante la hidrólisis con ácido sulfúrico (Smyth et al. 2017, p. 261).

Los picos ubicados en la región alrededor de  $1650\text{ cm}^{-1}$  se atribuyen a la curvatura O – H del agua adsorbida (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1294).

Los picos en la región de  $1383\text{-}1336\text{ cm}^{-1}$  que se encuentran en todas la primera y tercera muestra de nanocelulosa, corresponden a las vibraciones de flexión de los enlaces C – H y O – H del grupo C-OH, presentes en los azúcares que a su vez forman parte del polisacárido de celulosa (Nacos et al. 2006, p. 130-131).

Las bandas de que están dentro del rango de  $1300\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$  están asociadas al éter glucosídico ya que presentan el estiramiento C-O-C del anillo de la piranosa, que es la estructura principal de la celulosa. Además se puede observar que el pico de la nanocelulosa obtenida con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  que se encuentra dentro de esta misma región, presenta un pico con menor intensidad ya que el estiramiento C-O-C se va perdiendo de forma gradual debido a los tratamientos aplicados y la reducción del peso molecular (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1294).

En todos los espectros se observa los picos dentro del rango de  $680\text{-}620\text{ cm}^{-1}$  los mismos que corresponde al enlace C-OH (Shurvell 2006) mismos que se encuentran formando parte de la estructura de la celulosa.

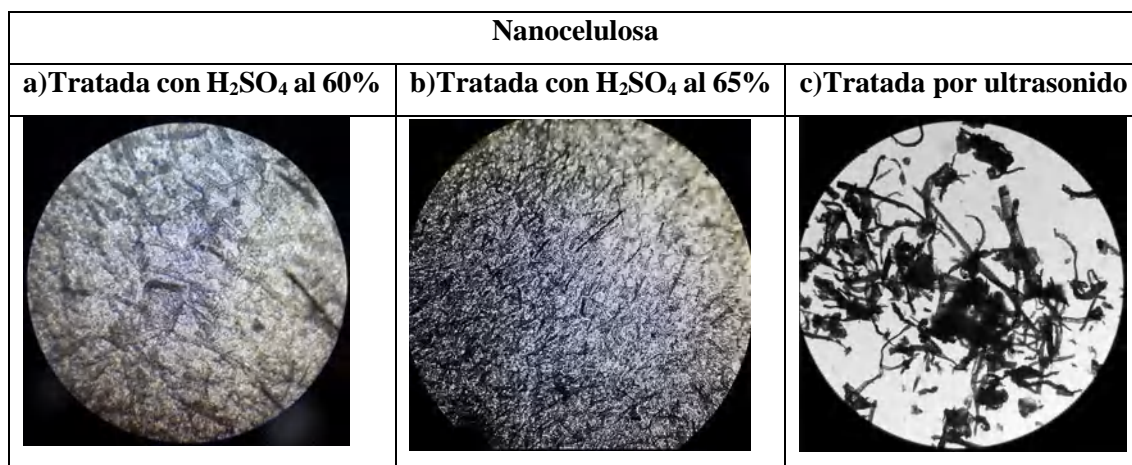
Algo destacado es lo que mencionan (Contreras et al. 2010, p. 5) en su trabajo de espectroscopia infrarroja de la celulosa, en donde indican que la banda que se encuentran en la región  $1650\text{-}1550\text{ cm}^{-1}$  que representa el agua absorbida, es inversamente proporcional a la cristalinidad, ya que entre menor intensidad tenga esta banda mayor es la cristalinidad, esto debido a que entre menos cristalina se la celulosa obtenida con mayor facilidad se pueden ubicar las moléculas de agua en su estructura.

Se observa además que los picos de absorción de la lignina y hemicelulosa desaparecen en los espectros de las nanocelulosa obtenidas, lo que indica que esas impurezas se eliminan con la aplicación de hidrólisis acida.

Se encontró que los espectros de la nanocelulosa son similares a los de la celulosa en cuanto a los valores de longitud de onda, lo cual es comprensible debido a que se analiza la misma celulosa, pero de menor tamaño. Sin embargo, se notó pequeños cambios en la intensidad de los picos, lo cual se puede atribuir a los tratamientos aplicados, la reducción del tamaño de partícula y a una mayor eliminación de impurezas, indicando de esta manera que la estructura química principal no cambia o no se ve afectada con los tratamientos aplicados (Himmelsbach, Khalili y Akin 2002, p. 690).

### 3.1.3.2. Caracterización morfológica (Apariencia de las fibras)

La morfología de la nanocelulosa se determinó con un microscopio óptico (OLYMPUS CX31).



**Figura 3-3.** Imagen en el microscopio de las nanocelulosas obtenidas en cada tratamiento.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

Las muestras de nanocelulosa obtenida se observaron con el lente objetivo de (10X) en el microscopio óptico. En la figura 3-3 (a y b), se observa la nanocelulosa en forma de fibras delgadas, cortas y muy unidas entre sí, esto se puede atribuir a que el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hidroliza las regiones amorfas de la celulosa dejando así solo las nano estructuras de celulosa cristalina que interactúan fuertemente debido a la alta cantidad de grupos hidroxilo en la superficie de las moléculas de la cadena de celulosa que favorecen la formación de enlaces de hidrógeno (Rehman et al. 2014, p. 258).

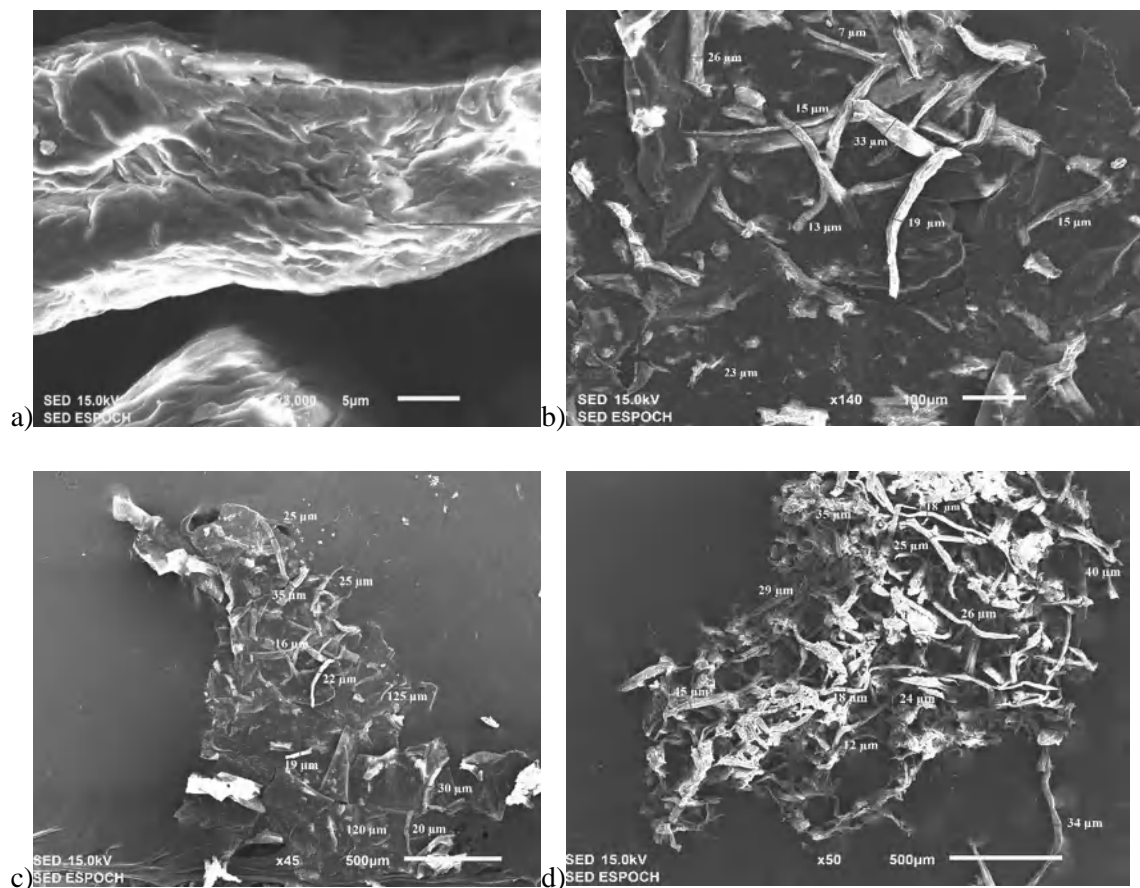
Además estudios de la morfología de la nanocelulosa de varias fuentes demuestran que las partículas tienen tendencia de agregarse y confirman que tienen altas relaciones de aspecto (Longitud / Diámetro) (Costa et al. 2015, p. 293)

En la (figura 3-3c) se observa la nanocelulosa en forma de fibras individuales delgadas en su mayoría, mas dispersas, con tamaños cortos y largos, se puede notar la apertura del haz de fibrillas, lo que demuestra que la fuerza de fibrilación introducida por el ultrasonicador fue lo suficientemente fuerte como para desfibrilar las fibras de celulosa en fibrillas elementales. Esto se debe a que el tratamiento ultrasónico puede romper los enlaces de hidrógeno y desintegrar las microfibras en nanofibrillas (Xie et al. 2016, p. 12).

Se observa que las nanocelulosas tratadas con ácido sulfúrico y ultrasonidos tienen un menor tamaño y mayor uniformidad que la nanocelulosa tratada solo con ultrasonidos, lo que muestra claramente el efecto que tiene la combinación de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y sonicación para desintegrar los haces fibrilares en fibras individuales más pequeñas. Esta diferencia se puede observar también sin

necesidad del microscopio, ya que al secar las muestras al ambiente, en el caso de la nanocelulosa tratada con ultrasonido cuando se secó se formó una especie de papel fibroso, en cambio las nanocelulosas tratadas con ácido cuando se secaron formaron láminas uniformes en donde a simple vista no se evidenciaba fibras

### 3.1.3.3. Análisis SEM



**Figura 4-3.** Imágenes SEM de (a) celulosa de hojas de mazorca de maíz, (b) nanocelulosa tratada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 60% seguida de ultrasonidos, (c) nanocelulosa tratada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 65% seguida de ultrasonidos y (d) nanocelulosa tratada con ultrasonidos.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

En la (figura 4-3a) se observa una fibra de celulosa irregular no tan recta cuya superficie es rugosa y estriada, lo que evidencia una modificación morfológica debido a la eliminación parcial de hemicelulosa y lignina, también se observan pequeños gránulos en la superficie de la fibra que coinciden con las imágenes presentadas por Xie et al. (2016, p. 11) donde indica que pueden atribuir a sustratos de lignina que aún se encuentran retenidas en las fibras.

En las (figuras 4-3b y 4-3c) se observa fibras individuales, libres y con forma de varillas largas que constituyen las muestras de celulosa que se trataron con hidrólisis acida seguida de

ultrasonidos, mientras que en la (figura 4-3d) se observa fibras muy alargadas que no presentan rompimiento y que se encuentran formando agregados de microfibrillas de celulosa, estas pertenecen a las muestras de celulosa que se trataron solamente con ultrasonidos, es decir que se sometieron a modificaciones morfológicas y no químicas.

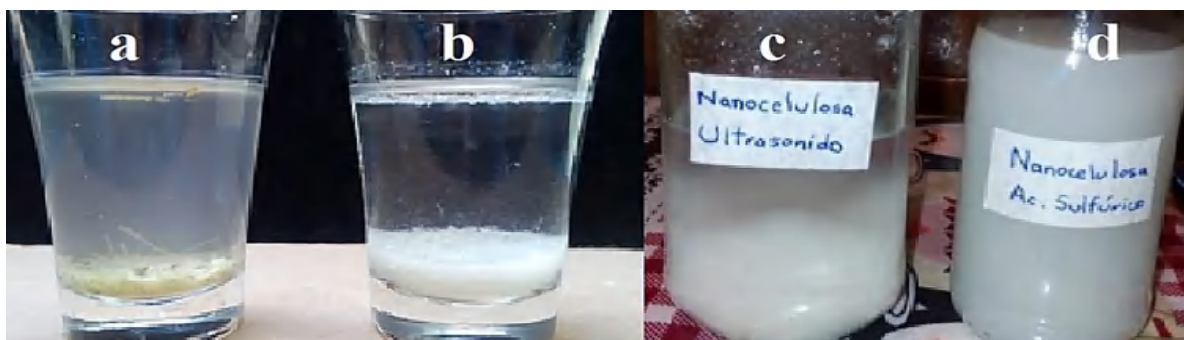
Con el empleo del software ImageJ se determinó que los diámetros medios de las tres muestras analizadas de nanocelulosa varían entre 10 a 50  $\mu\text{m}$ , lo que las categoriza como nano estructuras basándose en el trabajo de Moon et al. (2011, p. 3947). También se observó que las longitudes de las fibras son de hasta varios micrómetros, pero esas longitudes no se pudieron medir con precisión debido a que las fibras en su gran mayoría están enredadas al azar y los extremos no son visibles.

Estos resultados morfológicos indican que la aplicación de hidrólisis ácida a determinada concentración de ácido sulfúrico sí influye en las dimensiones de las fibras y que el proceso de rompimiento de las fibras de celulosa se produce aleatoriamente durante el proceso de hidrólisis ácida por lo que las dimensiones de las nano estructuras no son uniformes, sino que presentan un amplio rango de dimensiones. En cambio, si solo se emplea tratamientos de ultrasonidos se observa una separación de las fibras elementales en microfibrillas pero no se observa un rompimiento de las mismas, lo que ocasiona tener fibras de amplias longitudes enredadas que forman una especie de red. Este hecho se debe a que en el tratamiento ultrasónico las fuerzas de cavitación rompen la cohesión física de las fibrillas pero no su estructura (Besbes, Vilar y Boufi 2011, p. 1204).

Es importante mencionar que De Carvalho et al. (2015, p. 3) indica que la morfología de las partículas secas y su rango de tamaño está determinada principalmente por el tamaño de partícula original y también por los parámetros de secado utilizados para el análisis SEM, ya que en dispersión acuosa, las nanocelulosas tienen forma de varilla y después del secado tienden a aglomerarse para formar partículas esféricas o irregulares, debido a las fuertes fuerzas de cohesión existentes entre las estructuras, razón por la cual no se observa una dispersión de las fibras.

#### *3.1.3.4. Análisis visual*

Se precipitaron en el fondo de recipientes de vidrio durante un día, fibras de hojas de mazorca de maíz, fibras de celulosa que fueron purificadas químicamente y la nanocelulosa obtenida.



**Figura 5-3.** Dispersión de (a) fibras de hojas de mazorca de maíz, (b) celulosa purificada químicamente, (c) nanocelulosa tratada con ultrasonido y (d) nanocelulosa tratada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

En la (figura 5-3a) se observan que las fibras de hojas de mazorca de maíz que en un inicio eran de color amarillo verdoso se volvieron blancas (figura 5-3b) después de la purificación química, lo que indica la eliminación de lignina y hemicelulosa.

En la (figura 5-3c) se observa la nanocelulosa tratada solo con ultrasonido donde se refleja la falta de estabilidad de la suspensión y que tiende a precipitarse, esto debido a que las partículas son de mayor tamaño y no presentan cargas eléctricas que se repelen entre sí.

En la (figura 5-3d) se observa que las nanocelulosas obtenidas por hidrólisis ácida combinada con tratamientos de ultrasonido no precipitaron, más bien se formó una suspensión estable, ya que las fibras se dispersaron en forma homogénea. Este hallazgo indica que a medida que el tamaño de las partículas existentes en la suspensión disminuye, se genera un mayor número de partículas en la misma concentración volumétrica, haciendo que las fuerzas electrostáticas de repulsión incrementen causando la inmovilización de las partículas y por ende una suspensión estable (Salinas-Salas 2012, p. 261). Pero también puede atribuirse a la introducción de grupos sulfato durante el proceso de hidrólisis ácida, ya que los grupos sulfato podrían proporcionar una capa electrostática negativa en la superficie de las nano fibras dando como resultado una suspensión acuosa homogénea y estable (Xie et al. 2016, p. 13).

Con el objetivo de observar mejores resultados se sometió a los tres tipos de nanocelulosa a un nuevo tratamiento de ultrasonido durante 2 horas, debido a que la implosión de burbujas dentro de la solución acuosa induce ondas de choque en la superficie de las fibras de celulosa provocando la erosión y ruptura de la superficie de las fibras. Por lo tanto, el tratamiento ultrasónico puede desintegrar gradualmente las fibras de celulosa de tamaño micrométrico en nanofibras (Chen et al. 2011, p. 1807).

Posteriormente los resultados indicaron que la aplicación de tratamientos ultrasónicos por mayor tiempo permite individualizar eficientemente las fibras de celulosa, ya que se formaron suspensiones estables y viscosas que no presentaron aglomerados (figura 6-3a). Además, la

transparencia y claridad de las suspensiones demuestran que la nanocelulosa se liberó de la fibra elemental (Asem et al. 2021, p. 4).

Finalmente, estas suspensiones se secaron al ambiente por 48 horas y formaron laminas delgadas (figura 6-3b), siendo la más interesante la obtenida en el tratamiento con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 65%, ya que se formó una lámina transparente.



**Figura 6-3.** Imagen de: (a) suspensiones de nanocelulosa, (b) láminas de nanocelulosa.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

### 3.1.3.5. Transmitancia óptica

A continuación, se muestra la tabla con los valores de Transmitancia detectados en cada nanocelulosa preparada

**Tabla 9-3.** Transmitancia de las suspensiones de nanocelulosa.

Tipo de nanocelulosa	% de Transmitancia
Nanocelulosa con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 60% (NC-A60)	89,212
Nanocelulosa con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 65% (NC-A65)	90,779
Nanocelulosa tratada con ultrasonido (NC-U)	82,771

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

En las nanocelulosas tratadas por hidrolisis acida se ve un incremento de la Transmitancia conforme se aumentó la concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, lo que indica una mayor fibrilación en las nanocelulosas obtenidas con tratamientos químicos y mecánicos combinados.

En cambio, en la nanocelulosa tratada con ultrasonido se observó una menor Transmitancia esto se debe probablemente a que la celulosa está parcialmente fibrilada y a que la mayoría de las nanofibrillas todavía están agrupadas, sin embargo, este resultado ya se lo esperaba, debido a que

la celulosa al no reaccionar con algún ácido no puede adquirir iones en su estructura y por lo tanto las fuerzas de repulsión electrostática en su superficie son nulas, lo que ocasiona la aglomeración de las nano estructuras.

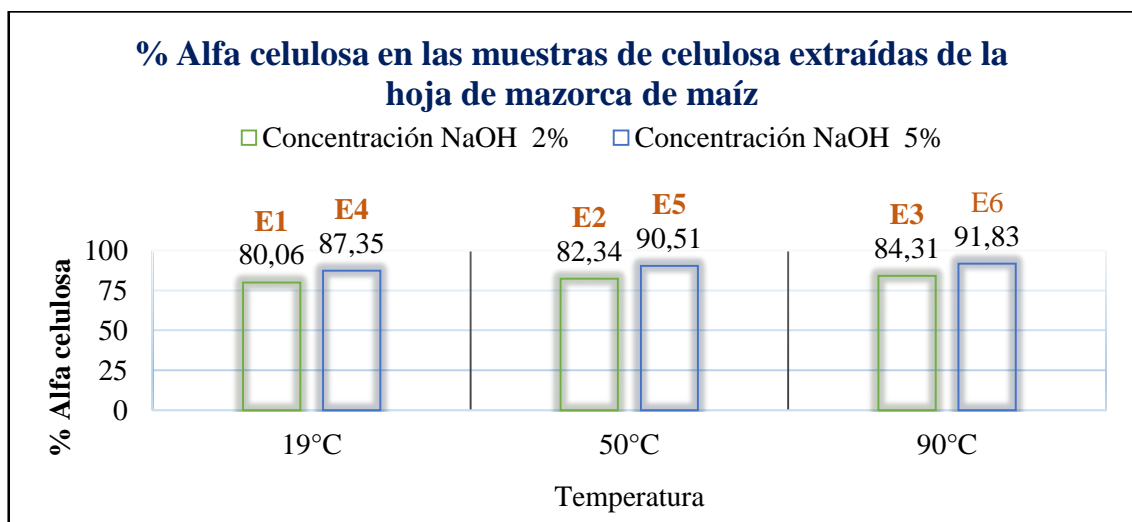
### 3.2. Prueba de hipótesis

#### 3.2.1. Hipótesis específicas

##### 3.2.1.1. Hipótesis 1

“Se extraerá celulosa con alto grado de pureza de las hojas de mazorca de maíz mediante tratamientos físicos (secado, cortado, molido y tamizado) y químicos (tratamiento alcalino y blanqueo)”

A continuación, se presenta un gráfico de barras donde se compara visualmente los valores de alfa celulosa obtenidos en cada experimento, donde las hojas de mazorca de maíz fueron sometidas a los tratamientos físicos y químicos.



**Gráfico 5-3.** Contenido de alfa celulosa en las muestras de celulosa extraídas.

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

El porcentaje de alfa celulosa representa la pureza de celulosa, como se observa en el gráfico este valor oscila entre 80,06% a 91,83%, se determinó que a una concentración mayor de NaOH y a una mayor temperatura se produce un mayor contenido de alfa celulosa, lo que concuerda con los trabajos de Melikoğlu et al. (2019) y Rodsamran & Sothornvit (2015), donde se ha informado que el empleo de NaOH a concentraciones más altas permite la eliminación completa de la

hemicelulosa y lignina que están presentes en la estructura de la planta, lo que es idóneo para obtener celulosa pura y por lo tanto un mayor porcentaje.

A partir de los resultados se comprobó que los tratamientos físicos y químicos aplicados a las hojas de mazorca de maíz permiten obtener celulosa con alto grado de pureza, además se establece como condición óptima el experimento donde el contenido porcentual de alfa celulosa fue el más alto, teniendo así al experimento E6 donde se obtiene 91,83% de alfa celulosa a una concentración de NaOH del 5% y una temperatura de extracción de 90°C. Con los resultados enunciados se confirma la hipótesis planteada.

### 3.2.1.2. Hipótesis 2

*“Se preparará nanocelulosa a partir de la celulosa de las hojas de mazorca de maíz, que presente características similares a la de investigaciones ya reportadas”*

La nanocelulosa obtenida en esta investigación presenta las siguientes características:

**Tabla 10-3.** Características de las nanocelulosas obtenidas.

Tipo de nanocelulosa	% de Transmitancia	Análisis espectroscopia de infrarrojo	Análisis SEM
(NC-A60)	89,212	Presencia de enlace C-OH, estiramiento C-O-C, propios del anillo de la piranosa (celulosa)	Fibras con diámetros entre 10 a 50 µm
(NC-A65)	90,779		
(NC-U)	82,771		

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

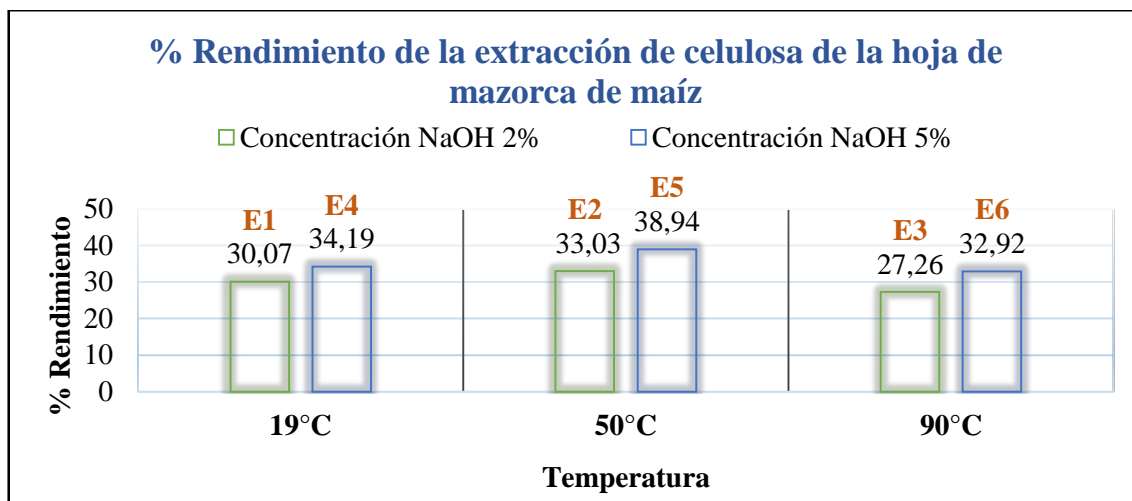
Estos resultados fueron comparados con investigaciones ya realizadas, donde se evidenció que la nanocelulosa obtenida a partir de celulosa de hojas de maíz presenta características similares que permiten corroborar que la metodología empleada para su obtención es la correcta, de manera que esta hipótesis queda demostrada.

### 3.2.1.3. Hipótesis 3

*“La determinación del porcentaje de rendimiento indicará el experimento en el que se obtiene mayor cantidad de celulosa de las hojas de mazorca de maíz”*

Con los datos experimentales obtenidos y la aplicación de cálculos básicos se determinó el rendimiento de cada experimento, cuyos resultados se muestran visualmente en el siguiente gráfico:





**Gráfico 6-3.** Rendimiento de la celulosa extraída en cada experimento.

**Realizado por:** Sanaguano, Samanta, 2021.

Como se observa en el gráfico el rendimiento de la celulosa oscila entre 27,26% y 38,94%, donde se encontró que el rendimiento disminuye al aumentar la temperatura y concentración de NaOH, debido a que se genera un daño y degradación de las fibras al ser expuestas a parámetros de operación más elevados, prueba de lo mencionado es el experimento E3 y E6 donde se obtiene el menor porcentaje de rendimiento para cada concentración y a una temperatura de extracción de 90°C. Estos resultados concuerdan con Rodsamran & Sothornvit (2015, p. 1955), que obtuvieron celulosa de del rastrojo de arroz y reportaron que el rendimiento de celulosa disminuyó cuando la concentración de NaOH aumentó de 8% a 10% y la temperatura de 35°C a 55°C.

Con los resultados obtenidos se determinó como condición óptima el experimento donde el rendimiento fue el más alto, teniendo así al experimento E5 donde se tiene 38,94% de rendimiento de celulosa a una concentración de NaOH del 5% y una temperatura de extracción de 50°C.

Con esto se demuestra que el cálculo de rendimiento es una manera eficaz y sencilla de determinar el experimento y específicamente las condiciones a las cuales se obtiene una mayor cantidad de producto, que en este caso es celulosa, confirmando de esta manera la tercera hipótesis.

### 3.2.2. Hipótesis general

*“El proceso de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  permitirá obtener nanocelulosa”*

En el presente trabajo la caracterización de las nanocelulosas obtenidas, ya sea con la aplicación de hidrólisis ácida seguida de tratamientos de ultrasonidos, así como la nanocelulosa obtenida solo con tratamientos de ultrasonidos, muestran resultados que son comparables con otras investigaciones ya reportadas, lo que permite afirmar que el método más adecuado para obtener nanocelulosa con buenas características es mediante hidrólisis ácida combinada con ultrasonidos, lo que confirma la hipótesis.

## CONCLUSIONES

- Se obtuvo nanocelulosa a partir de las hojas de mazorca de maíz (*Zea mays L.*), para lo cual primero se realizó un diseño de seis experimentos para la extracción de celulosa y en base a los valores de rendimiento y contenido de alfa celulosa obtenido en cada experimento, se estableció como condiciones óptimas para el proceso de extracción de celulosa los siguientes parámetros: concentración de NaOH al 5%, temperatura de extracción de 50°C, proporción fibra/licor (1:20) y tiempo de extracción 2 horas. Y para la obtención de nanocelulosa se determinó como idóneo el tratamiento de hidrólisis ácida (con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 65%, a 45°C, durante 45 minutos) combinado con el tratamiento de ultrasonido por 1 hora.
- Se extrajo celulosa mediante la aplicación de 6 experimentos y en cada uno se determinó los valores de alfa celulosa, teniendo así: 80.06 % (E1), 82.34 % (E2), 84.31 % (E3), 87.35 % (E4), 90.51% (E5) y 91.83 % (E6), lo que indica que a mayor concentración de hidróxido de sodio y a mayor temperatura se obtiene celulosa de mayor pureza.
- Se preparó 3 muestras de nanocelulosas a partir de la celulosa de hojas de mazorca de maíz, que presentaron las siguientes características: Transmitancia de 89.212 % (NC-60), 90.779 % (NC-65) y 82,771 % (NC-U), indicando que se dio un mejor rendimiento de nano fibrilación en la nanocelulosa obtenida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 65%, además de esta misma suspensión se obtuvo una lámina altamente transparente y resistente. Con la microscopía óptica y el análisis SEM se comprobó la presencia de nano estructuras de celulosa con diámetros entre 10 a 50 µm, que presentaron formas irregulares debido al rompimiento y erosión en la superficie de las fibras, mientras que en el análisis por espectroscopía de infrarrojo se confirmó la presencia de los grupos funcionales propios de la celulosa (enlaces –OH, estiramiento C-O-C del anillo de piranosa y enlaces glucosídicos), mismos que se replicaron en la nanocelulosa.
- Se determinó el rendimiento de celulosa de cada uno de los experimentos realizados, teniendo así que el experimento que presentó mejor resultado fue el E5 con un rendimiento de 38,94%, además se identificó que este valor varía dependiendo de la severidad de las condiciones que se aplican en cada experimento,

## RECOMENDACIONES

- Antes del moler, cortar las hojas de mazorca de maíz secas en tamaños muy pequeñas ya que de lo contrario las hojas se atrancarán en el molino a cada momento.
- Utilizar un molino de martillos para moler la materia prima ya que el empleo del molino manual implica considerable esfuerzo y tiempo.
- Cerrar adecuadamente los recipientes que contienen las soluciones de NaOH y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> preparadas y colocar en la Sorbona, ya que estas tienden a emitir vapores y a evaporarse.
- Leer con anticipación las etiquetas de los reactivos químicos utilizados y utilizar adecuadamente el equipo de protección personal, ya que el NaOH y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> son sustancias corrosivas que deben ser empleadas con cuidado.
- Se recomienda obtener la nanocelulosa combinando el tratamiento químico con el mecánico, ya que al solo emplear el tratamiento mecánico se produce la aglomeración de las nano estructuras ya que la ausencia de una fuerza de repulsión electrostática entre las partículas da como resultado una solución coloidal inestable.
- Realizar el tratamiento de ultrasonificación en baño de hielo, ya que la cavitación acústica que produce el equipo a su vez genera un aumento de temperatura y ese sobrecalentamiento puede causar la desulfatación de los grupos sulfato en la celulosa y por ende eliminar la repulsión entre las partículas generando suspensiones inestables.
- De este trabajo de tesis realizado surgieron nuevas ideas que serían muy interesantes de abordar como por ejemplo la obtención de envolturas biodegradables reforzadas con la nanocelulosa obtenida debido a la alta transparencia y resistencia de la lámina obtenida cuando se secó la nanocelulosa al ambiente. Por lo que se recomienda considerar esta idea como una propuesta de investigación.

## BIBLIOGRAFÍA

**ABDUL KHALIL, H.P.S.; et al.** "Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: A review". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2014, 99(1), pp. 649-665. [Consulta: 22 marzo 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.069>.

**ASEM, M.; et al.** "Entangled cellulose nanofibers produced from sugarcane bagasse via alkaline treatment, mild acid hydrolysis assisted with ultrasonication". *Journal of King Saud University - Engineering Sciences* [en línea], 2021, (Malasia). [Consulta: 10 diciembre 2020]. ISSN 10183639. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2021.03.003>.

**BAKAYOKO, M.; et al.** "Bio-synthesis and characterization of nanoscaled CdO using corn husk extract via green nano-chemistry". *Materials Today: Proceedings* [en línea], 2020. [Consulta: 15 enero 2021]. ISSN 22147853. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.324>.

**BARL, B.; et al.** "Combined chemical and enzymic treatments of corn husk lignocellulosics". *Journal of the Science of Food and Agriculture* [en línea], 1991, (Canadá) 56(2), pp. 195-214. [Consulta: 17 enero 2021]. ISSN 10970010. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.2740560209>.

**BESBES, I.; et al.** "Nanofibrillated cellulose from Alfa, Eucalyptus and Pine fibres: Preparation, characteristics and reinforcing potential". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, 86(3), pp. 1198-1206. [Consulta: 02 febrero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.015>.

**BÖRJESSON, M.; & WESTMAN, G.** *Crystalline Nanocellulose — Preparation, Modification, and Properties*. [en línea]. INTECH Open Science, 2015. [Consulta: 08 enero 2021]. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.5772/61899>

**CARCHI, D.** Aprovechamiento de los Residuos Agrícolas provenientes del cultivo de Banano para obtener Nanocelulosa. (Trabajo de titulación). Universidad de Cuenca, Facultad de Ciencias Químicas, Escuela de Ingeniería Química. (Cuenca- Ecuador). 2014.pp. 12-69.

**CAYAMBE, M.; & ZAMBRANO, C.** Obtención De Grafeno Mediante Exfoliación En Fase Líquida Y Optimización De La Fase Experimental a Través De Tratamiento Hidrotérmico (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias Químicas, Escuela de Ingeniería Química. (Riobamba-Ecuador). 2015. pp. 1-49.

**CHEN, W.; et al.** "Individualization of cellulose nanofibers from wood using high-intensity ultrasonication combined with chemical pretreatments". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, (China) 83(4), pp. 1804-1811. [Consulta: 16 marzo 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.10.040>.

**CONTRERAS, H.J.; et al.** "ATR-FTIR spectroscopy of cellulose: instrumental aspect and mathematical treatment of spectra". *e-Gnosis* [en línea], 2010, (México) 8(9), pp. 9. [Consulta: 08 enero 2021]. ISSN 1665-5745. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=73013006008>

**COSTA, L.; et al.** "Extraction and Characterization of Nanocellulose from Corn Stover". *Materials Today: Proceedings* [en línea], 2015, (Brazil) 2(1), pp. 287-294. [Consulta: 21 noviembre 2020]. ISSN 22147853. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2015.04.045>.

**DAI, H.; & HUANG, H.**, "Synthesis, characterization and properties of pineapple peel cellulose-g-acrylic acid hydrogel loaded with kaolin and sepia ink". *CrossMark* [en línea], 2017 (China) 24(1), pp. 69-84. [Consulta: 03 marzo 2021]. ISSN 1572882X. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1007/s10570-016-1101-0>.

**DE CARVALHO, C.; et al.** "Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from corn husk". *Materials Letters* [en línea], 2015 (Brazil) 148(1), pp. 26-29. [Consulta: 17 enero 2021]. ISSN 18734979. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2015.02.047>.

**DU, H.; et al.** "Cellulose nanocrystals and cellulose nanofibrils based hydrogels for biomedical applications". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2019 (China) 209(1), pp. 130-144. [Consulta: 09 febrero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.01.020>.

**EL MANSOURI, N.** Despolimerización de lignina para su aprovechamiento en adhesivos para producir tableros de partículas. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universitat Rovira I Virgili, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Química, Departamento de Ingeniería Química. Tarragona- España. 2006. pp. 1-137.

**ESPINOSA, E.** Lignonanofibras de celulosa ( LNFC ) a partir de residuos agro-industriales no madereros. *Obtención , caracterización y aplicaciones*. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universidad de Córdoba, Facultad de Ciencias, Departamento de química inorgánica e ingeniería química. Córdoba- Argentina. 2019. pp. 2-191.

**FUENTES, L.** Comparacion de cualidades nutricionales de once variedades de maíz. (Trabajo de titulación). Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro, Departamento de ciencia y tecnología de alimentos. México. 2012. pp. 1-65

**GRANDA, D.; et al.** "Utilización de residuos de plátano para la producción de metabolitos secundarios por fermentación en estado sólido con el hongo *Lentinus crinitus*". *VITAE, Revista de la Facultad de Química Farmacéutica* [en línea], 2005, (Colombia) 12(2), pp. 13-20. [Consulta: 11 noviembre 2020]. ISSN 0121-4004. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/vitae/v12n2/v12n2a02.pdf>

**HERRERA, M.; et al.** "Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de Puntas de Abacá". *Afinidad* [en línea], 2019, (Ecuador) 76(586), pp. 123-131. [Consulta: 15 febrero 2021]. ISSN 2339-9686. Disponible en: <https://www.raco.cat/index.php/afinidad/article/view/359059/451084>

**HIMMELSBACH, D.; et al.** "The use of FT-IR microspectroscopic mapping to study the effects of enzymatic retting of flax (*Linum usitatissimum* L) stems". *Journal of the Science of Food and Agriculture* [en línea], 2002, 82(7), pp. 685-696. [Consulta: 19 marzo 2021] ISSN 00225142. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/jsfa.1090>.

**IPOHORSKI, M.; & BOZZANO, P.B.** "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales". *Ciencia e Investigación*, vol. 63, n° 3 (2013), (Argentina) pp. 43-53.

**KACURÁKOVÁ, M.; et al.** "FT-IR study of plant cell wall model compounds: Pectic polysaccharides and hemicelluloses". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2000, 43(2), pp. 195-203. [Consulta: 23 enero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(00\)00151-X](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(00)00151-X).

**LAVOINE, N.; et al.** "Microfibrillated cellulose - Its barrier properties and applications in cellulosic materials: A review". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2012, 90(2), pp. 735-764. [Consulta: 11 enero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.05.026>.

**LIZUNDIA, E.; et al.** "Cellulose and its derivatives for lithium ion battery separators: A review on the processing methods and properties". *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications* [en línea], 2020, 1(100001), pp. 1-20. [Consulta: 24 marzo 2021]. ISSN 26668939. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2020.100001>.

**LOCANE, J.** *Fundamentos. Miradas locales en tiempos globales*, 2019, pp. 23-96.

**MANDAL, A.; & CHAKRABARTY, D.** "Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, (India) 86(3), pp. 1291-1299. [Consulta: 28 enero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.030>.

**MELIKOĞLU, A.; et al.** "Optimum alkaline treatment parameters for the extraction of cellulose and production of cellulose nanocrystals from apple pomace". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2019, (Turquía) 215(1), pp. 330-337. [Consulta: 21 febrero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.03.103>.

**MINISTERIO DE ELECTRICIDAD Y ENERGÍA RENOVABLE**, 2014. *Atlas Bioenergético del Ecuador*.

**MONDRAGÓN, P.** *Principios y aplicaciones de la espectroscopia de infrarrojo en el análisis de alimentos y bebidas*. México: Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco A. C., 2020. ISBN 978-607-8734-12-2.

**MOON, R.J.; et al.** "Cellulose nanomaterials review: Structure, properties and nanocomposites". *Chemical Society Reviews* [en línea], 2011, (Estados Unidos) 40(7), pp. 3941-3994. [Consulta: 30 noviembre 2020]. ISBN 1765496829. Disponible en: <http://pubs.rsc.org> | doi:10.1039/C0CS00108B

**MUNGUÍA, D.** Deslignificación de la penca de Agave tequilana F.A.C. Weber empleando peróxido de hidrógeno alcalino como tratamiento para la producción de biohidrógeno. (Trabajo de titulación). (Maestría). Instituto Potosiano de investigación científica y tecnológica. San Luis Potosi-México. 2016. pp. 1-109.

**NACOS, M.; et al.** "Kenaf xylan - A source of biologically active acidic oligosaccharides". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2006, (Grecia) 66(1), pp. 126-134. [Consulta: 14 de febrero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.02.032>.

**NOGI, M.; et al.** "Optically Transparent Nanofiber Paper". *Advanced Materials* [en línea], 2009, (Alemania) 21(16), pp. 1595-1598. [Consulta: 08 de marzo 2021]. ISSN 09359648. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1002/adma.200803174>.

**ORDAZ, J.; et al.** *Métodos estadísticos y Económicos en la empresa y para finanzas*. [en línea]. Sevilla-España: Universidad Pablo de Olavide, 2014. [Consulta: 18 de febrero 2021]. Disponible en: [https://www.upo.es/export/portal/com/bin/portal/upo/profesores/jaordsan/profesor/1311101268463\\_mxtodos\\_estadxsticos\\_y\\_economxtricos\\_en\\_la\\_empresa\\_y\\_para\\_finanzas.pdf](https://www.upo.es/export/portal/com/bin/portal/upo/profesores/jaordsan/profesor/1311101268463_mxtodos_estadxsticos_y_economxtricos_en_la_empresa_y_para_finanzas.pdf).

**PAYÁN, J.** "Revolución de biomateriales: nanocelulosa a la vista". *Tecnoacademia: Revista de Divulgación Juvenil*, (2016), (Colombia) pp. 54-57.

**PÉREZ, K.** "Evaluación de tusa y cáscara de maíz como sustratos para el cultivo de pleurotus pulmonarius". *Ciencia y Tecnología: Revista de la Universidad de Costa Rica*, vol. 32, n° 1 (2016), (Costa Rica) pp. 31-46.

**PHANTHONG, P.; et al.** "Amphiphobic nanocellulose-modified paper: Fabrication and evaluation". *RSC Advances* [en línea], 2016, (Japón) 6(16), pp. 13328-13334. [Consulta: 15 de marzo 2021]. ISSN 20462069. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1039/c5ra24986d>.

**PHANTHONG, P.; et al.** "Nanocellulose: Extraction and application". *Carbon Resources Conversion* [en línea], 2018, (China) 1(1), pp. 32-43. [Consulta: 24 enero 2021]. ISSN 25889133. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.05.004>.

**PRADO, M.; et al.** "Caracterización de hojas de mazorca de maíz y de bagazo de caña para la elaboración de una pulpa celulósica mixta". *Madera Bosques* [en línea], 2012, (México) 18(3), pp. 37-51. [Consulta: 22 febrero 2021]. ISSN 14050471. Disponible en: <https://doi.org/10.21829/myb.2012.183357>.

**RAGHAV, N.; et al.** "Nanocellulose: A mini-review on types and use in drug delivery systems". *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications* [en línea], 2021, (India) 2(100031), pp. 1-10. [Consulta: 12 marzo 2021]. ISSN 26668939. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2020.100031>.

**RAHMAN, N.; et al.** "Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from tea leaf waste fibers". *Polymers* [en línea], 2017, (Malasia) 9(11), pp. 1-11. [Consulta: 30 diciembre 2020]. ISSN 20734360. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/polym9110588>.

**REHMAN, N.; et al.** "Cellulose and Nanocellulose from Maize Straw: An Insight on the Crystal Properties". *Journal of Polymers and the Environment* [en línea], 2014, (Brazil) 22(2), pp. 252-259. [Consulta: 07 enero 2021]. ISSN 15662543. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s10924-013-0624-9>.

**RIERA, M.; et al.** "Residuos Agroindustriales Generados En Ecuador Para La Elaboración De Bioplásticos". *Revista Ingeniería Industrial* [en línea], 2019, (Ecuador) 17(3), pp. 227-246. [Consulta: 27 febrero 2021]. ISSN 07179103. Disponible en: <https://doi.org/10.22320/s07179103/2018.13>.

**RIPUSUDAN, P.; et al.** *El Maíz en Los Trópicos: Mejoramiento y Producción* [en línea]. Roma: Organización de las Naciones Unidas para la agricultura y la alimentación, 2001. [Consulta: 14 marzo 2021]. Disponible en: [https://books.google.com.ec/books?id=os79dx6BcmsC&printsec=frontcover&dq=hoja+de+mazorca+de+maiz+pdf&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwiR\\_J2K8uLuAhVMk1kKHcewAAwQ6AEwAHoECAUQA#v=onepage&q&f=false](https://books.google.com.ec/books?id=os79dx6BcmsC&printsec=frontcover&dq=hoja+de+mazorca+de+maiz+pdf&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwiR_J2K8uLuAhVMk1kKHcewAAwQ6AEwAHoECAUQA#v=onepage&q&f=false).

**RODSAMRAN, P.; & SOTHORNVIT, R.** "Renewable cellulose source: Isolation and characterisation of cellulose from rice stubble residues". *International Journal of Food Science*



*and Technology* [en línea], 2015, (Tailandia) 50(9), pp. 1953-1959. [Consulta: 11 enero 2021]. ISSN 13652621. Disponible en: <https://doi.org/10.1111/ijfs.12862>.

**SALINAS-SALAS, G.** "Comportamiento de la sedimentación en un sistema de micropartículas". *Ingeniería, investigación y tecnología* [en línea], 2012, (México) 13(2), pp. 257-262. ISSN 1405-7743. [Consulta: 23 enero 2021]. Disponible en: <https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2012.13n2.024>.

**SANCHEZ, A.** Síntesis de nanopartículas derivadas de biopolímeros extraídos de biomasa por métodos térmicos. (Trabajo de titulación). (Maestría). Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Químicas, Escuela de graduados en ciencias. México. 2015. pp. 1-86

**SANTOS, J., & SILVA, C.** Obtención de nanocelulosa a partir de la cascarilla de arroz mediante hidrólisis ácida [en línea]. (Trabajo de titulación). (Titulo de tercer nivel). Universidad de Guayaquil, Facultad de Ingeniería Química. Ecuador. 2019. pp. 1-204. [Consulta: 14 marzo 2021]. Disponible en: <http://186.101.98.14/bitstream/redug/40057/1/401-1370> - obtenc nanocelulosa a partir cascarilla arroz mediante hidrólisis ácida.pdf.

**SERRANO, J.; et al.** "Determinación del Potencial de Generación Eléctrica a Partir de Biomasa en el Ecuador". *Revista de la Facultad de Ciencias Químicas*, vol. 0, n° 17 (2018), (Ecuador) pp. 41-61.

**SERVICIO DE INFORMACIÓN AGROALIMENTARIA Y PESQUERIA.** *El totomoxtle; mucho más que forraje: materia prima hasta para la elaboración de artesanías.* [en línea]. 2017. [Consulta: 26 enero 2021]. Disponible en: <https://www.gob.mx/siap/es/articulos/el-totomoxtle-mucho-mas-que-forraje-materia-prima-hasta-para-la-elaboracion-de-artesanias?idiom=es>.

**SHURVELL, H.F.** *Spectra- Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared. Handbook of Vibrational Spectroscopy.* Canadá: Queen's University, 2006. pp.1-34.

**SMYTH, M.; et al.** "Extraction and process analysis of high aspect ratio cellulose nanocrystals from corn (*Zea mays*) agricultural residue". *Industrial Crops and Products* [en línea], 2017, (Francia) 108(1), pp. 257-266. [Consulta: 19 marzo 2021]. ISSN 09266690. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.06.006>.

**SOLÍS, E.; et al.** "Estudio del efecto de la adición de nanocelulosa obtenida del desecho del rastrojo de piña en mezclas para materiales de construcción". *Revista Iberoamericana de Polímeros y Materiales*, vol. 20, n° 1 (2019), (Costa Rica) pp. 21-43.

**SOUZA, A.G.; et al.** "Valorization of industrial paper waste by isolating cellulose nanostructures with different pretreatment methods". *Resources, Conservation and Recycling* [en línea], 2019,

(Brazil) 143(1), pp. 133-142. [Consulta: 12 enero 2021]. ISSN 18790658. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.12.031>.

**SUSLICK, K.** *Sonochemistry. Distinctive Techniques for Organic Synthesis*. 4ª ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1998. pp. 516-541.

**TAN, H.F.; et al.** "Future perspectives of nanocellulose-based membrane for water treatment". *Journal of Water Process Engineering* [en línea], 2020, (Malasia) 37(101502), pp. 1-15. [Consulta: 18 febrero 2021]. ISSN 22147144. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101502>.

**TANG, X.; et al.** "Corn husk for noise reduction: Robust acoustic absorption and reduced thickness". *Applied Acoustics* [en línea], 2018, (China) 134(1), pp. 60-68. [Consulta: 01 marzo 2021]. ISSN 1872910X. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2018.01.012>.

**TAPPI, T 207 cm-99.** *Water solubility of wood and pulp*.

**TAPPI, T 211 om-02.** *Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C*.

**TAPPI, T 222 om-02.** *Lignin in Wood and Pulp*.

**TAPPI, T 412 om-06.** *Moisture in pulp, paper and paperboard*.

**TAPPI, T 203 m 58.** *Determinacion de celulosa*.

**TRACHE, D.; et al.** "Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review". *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2016, (Algeria) 93(1), pp. 789-804. [Consulta: 22 marzo 2021]. ISSN 0141-8330. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>.

**UNIVERSIDAD DE VIGO.** *Tejidos vegetales conductores* [en línea]. 2019. [Consulta: 22 febrero 2021]. Disponible en: [https://mmegias.webs.uvigo.es/1-vegetal/guiana\\_v\\_conductores-c.php](https://mmegias.webs.uvigo.es/1-vegetal/guiana_v_conductores-c.php).

**VALDEBENITO, F.; et al.** "On the nanofibrillation of corn husks and oat hulls fibres". *Industrial Crops and Products* [en línea], 2017, (Chile) 95(1), pp. 528-534. [Consulta: 12 enero 2021]. ISSN 09266690. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.11.006>.

**XIE, J.; et al.** "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2016, (China) 151(1), pp. 725-734. [Consulta: 11 marzo 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.06.011>.

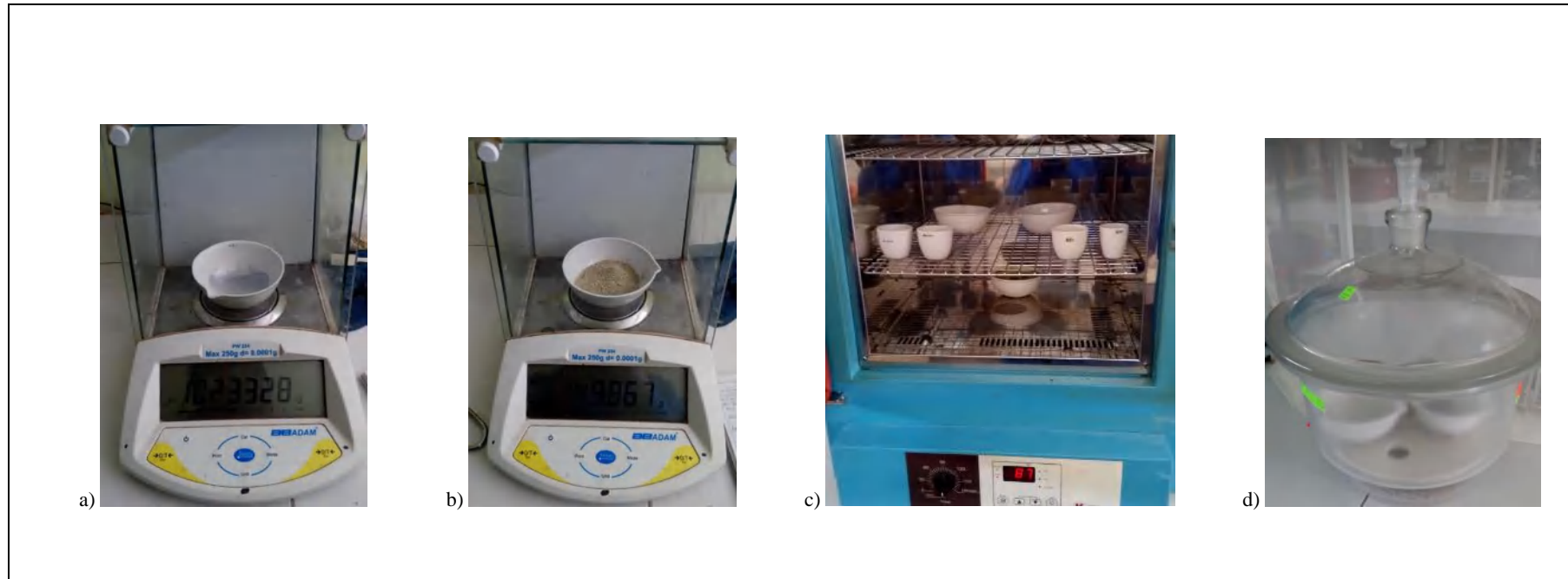
**YADAV, C.; et al.** "Plant-based nanocellulose: A review of routine and recent preparation methods with current progress in its applications as rheology modifier and 3D bioprinting". *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2020, (China). [Consulta: 29 enero 2021]. ISSN 18790003. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.038>.

**YANG, X.; et al.** "Effects of preparation methods on the morphology and properties of nanocellulose (NC) extracted from corn husk". *Industrial Crops and Products* [en línea], 2017, (China) 109(1), pp. 241-247. [Consulta: 16 enero 2021]. ISSN 09266690. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.08.032>.

**YANG, X.; et al.** "Impact of Dimethyl Sulfoxide Treatment on Morphology and Characteristics of Nanofibrillated Cellulose Isolated from Corn Husks". *BioResources* [en línea], 2016, (China) 12(1), pp. 95-106. [Consulta: 17 marzo 2021]. ISSN 1930-2126. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.15376/biores.12.1.95-106>.

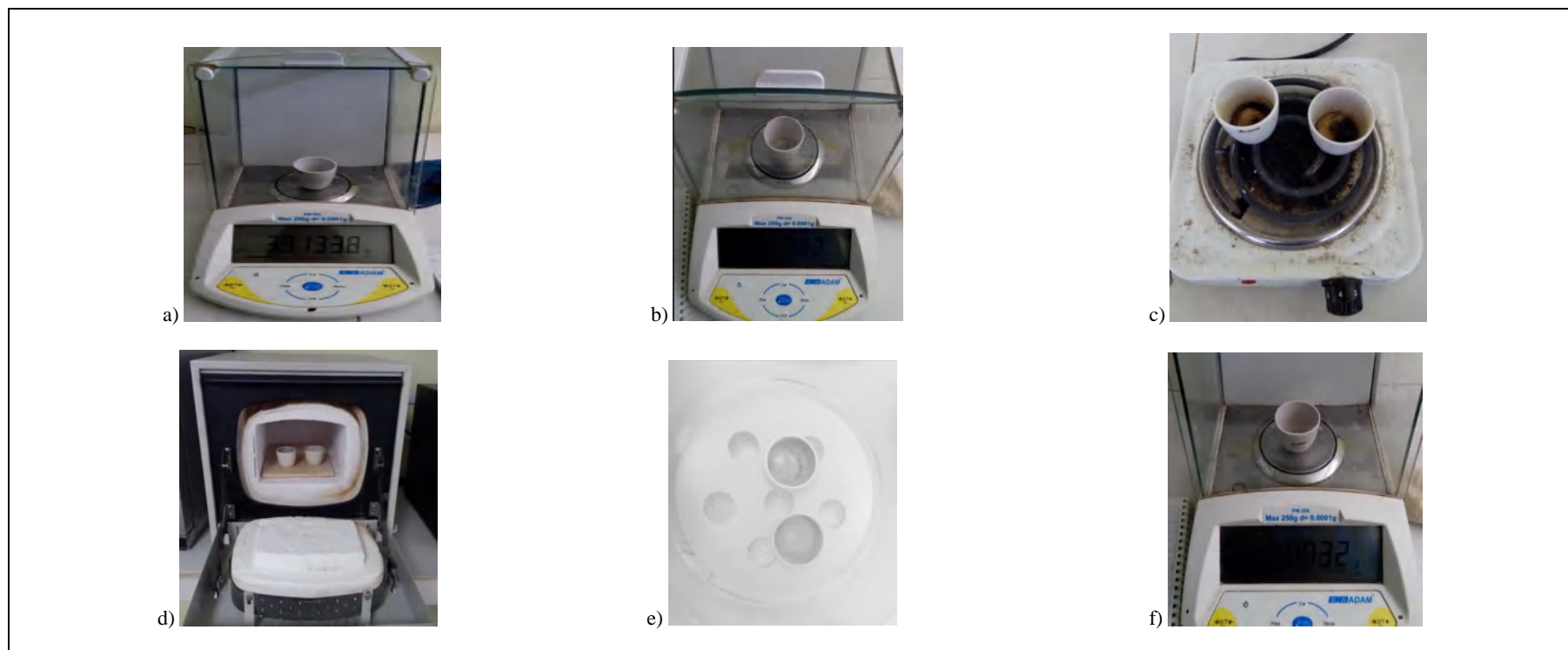
## ANEXOS

### ANEXO A: Determinación del contenido de humedad



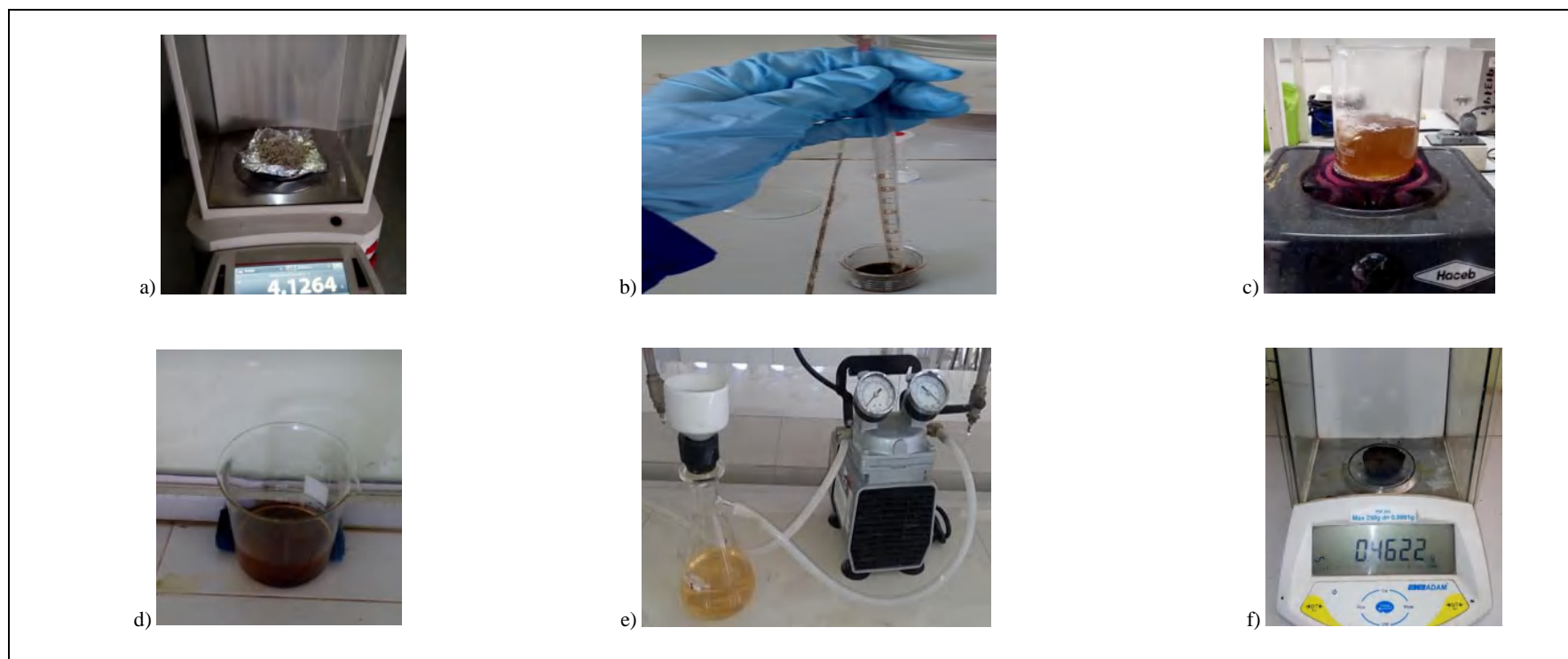
<p><b>NOTAS:</b></p> <p>a) Pesado de la capsula tarada.</p> <p>b) Pesado de la muestra.</p> <p>c) Secado en la estufa a 105 ° ± 2 ° C.</p> <p>d) Colocado de las muestras secar en el desecador</p>	<p><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p><input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar</p> <p><input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar</p> <p><input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar</p>	<p><b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</b></p> <p><b>FACULTAD DE CIENCIAS</b></p> <p><b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p> </p> <p>ELABORADO POR:</p> <p>Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta</p>	<p>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD</p>		
			<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
			1	1:1	14/01/2021

**ANEXO B:** Determinación del contenido de ceniza



<p><b>NOTAS:</b></p>	<p><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p> <input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar  <input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar  <input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar         </p>	<p align="center"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA              DE CHIMBORAZO</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b> </p> <p align="center">             ELABORADO POR:              Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta           </p>	<p align="center">DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CENIZAS</p>		
<p>a) Pesado del crisol tarado.</p> <p>b) Pesado de la muestra libre de humedad</p> <p>c) Carbonizado de las muestras.</p> <p>d) Calcinación de las muestras en la mufla.</p> <p>e) Colocación de las muestras calcinadas en el desecador</p> <p>f) Pesado de las cenizas obtenidas.</p>			<p align="center"><b>LÁMINA</b></p>	<p align="center"><b>ESCALA</b></p>	<p align="center"><b>FECHA</b></p>
<p align="center">1</p>			<p align="center">1:1</p>	<p align="center">14/01/2021</p>	

**ANEXO C: Determinación del contenido de lignina.**



<b>NOTAS:</b>	<p><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p><input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar</p> <p><input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar</p> <p><input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar</p>	<p align="center"><b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p align="center">ELABORADO POR: Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta</p>	<p>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE LIGNINA</p>		
<p>a) Pesado de la muestra.</p> <p>b) Colocación de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 72% a la muestra.</p> <p>c) Ebullición de la solución diluida al 3%.</p> <p>d) Precipitación de la lignina.</p> <p>e) Filtración al vacío.</p> <p>f) Pesado de la lignina extraída.</p>			<p><b>LÁMINA</b></p> <p align="center">1</p>	<p><b>ESCALA</b></p> <p align="center">1:1</p>	<p><b>FECHA</b></p> <p align="center">14/01/2021</p>

**ANEXO D:** Determinación de la solubilidad en agua caliente.



a)



b)



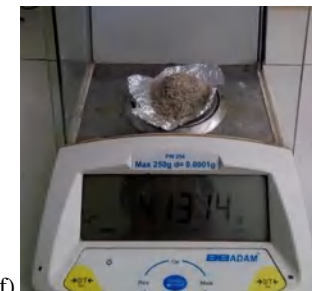
c)



d)



e)



f)

**NOTAS:**

- a) Vaso con la muestra pesada.
- b) Homegenizacion de la muestra con agua destilada caliente.
- c) Ebullición de la solución.
- d) Filtrado de la pulpa.
- e) Secado de la pulpa a 105°C.
- f) Pesado de la pulpa seca.

**CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:**

- Aprobado
- Preliminar
- Certificado
- Por aprobar
- Información
- Por calificar

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

ELABORADO POR:  
 Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta

DETERMINACIÓN DE LA SOLUBILIDAD EN AGUA CALIENTE

LÁMINA	ESCALA	FECHA
1	1:1	14/01/2021

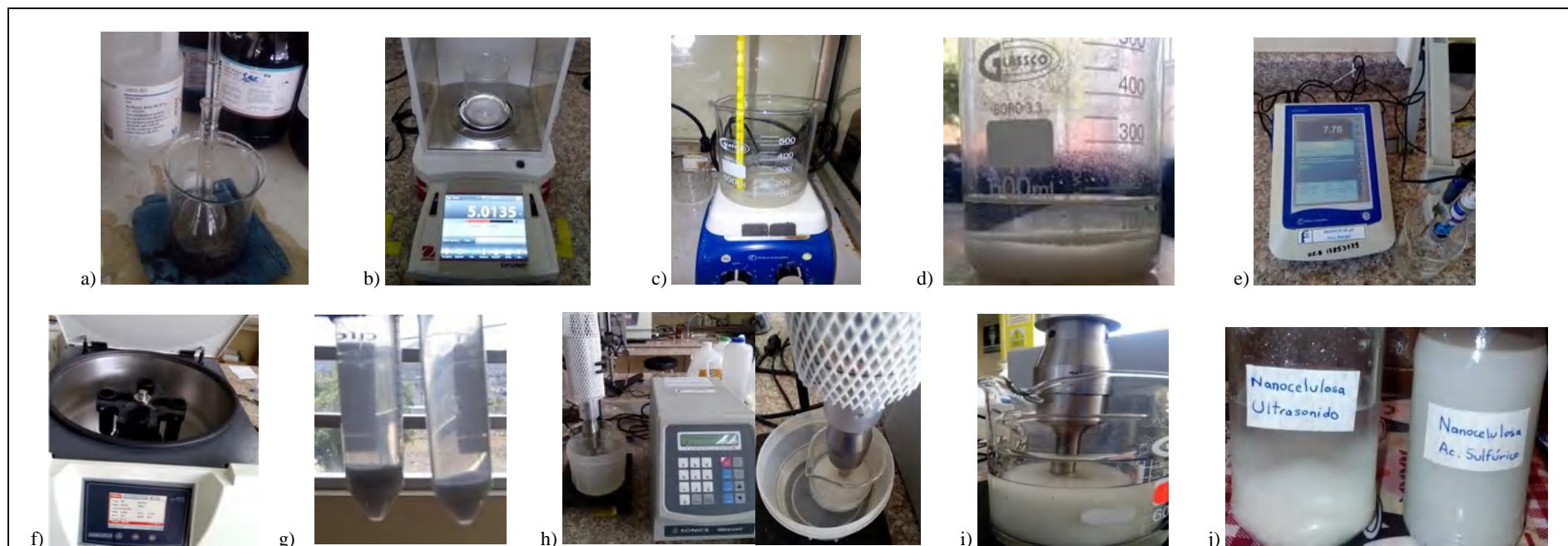
**ANEXO E:** Extracción de celulosa de las hojas de mazorca de maíz.



<p><b>NOTAS:</b></p>	<p align="center"><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p> <input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar  <input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar  <input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar         </p>	<p align="center"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA              DE CHIMBORAZO</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b> </p> <p align="center">             ELABORADO POR:              Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta         </p>	<p align="center">EXTRACCIÓN DE CELULOSA DE LAS HOJAS DE MAZORCA DE MAÍZ</p>		
<p>a) Recepción y selección de la materia prima.                  b) Secado de la materia prima al ambiente                  c) Molienda manual de la materia prima.                  d) Tamizado.                  e) Pretratamiento con agua destilada a 70°C.                  f) Secado de la materia pre tratada a 60°C                  g) Aplicación del tratamiento alcalino.                  h) Lavado del residuo insoluble.                  i) Blanqueamiento con NaClO al 1%                  j) Secado y almacenamiento de la celulosa.</p>			<p align="center"><b>LÁMINA</b></p> <p align="center">1</p>	<p align="center"><b>ESCALA</b></p> <p align="center">1:1</p>	<p align="center"><b>FECHA</b></p> <p align="center">14/01/2021</p>



**ANEXO F:** Obtención de nanocelulosa.



**NOTAS:**

a) Preparación de la solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.  
 b) Pesado de la celulosa.  
 c) Reacción de la celulosa con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.  
 d) Precipitación de la nanocelulosa.  
 e) Medición de pH.  
 f) Centrifugación de la nanocelulosa.  
 g) Muestras precipitadas por centrifugación.  
 h) Sonicación de la nanocelulosa de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.  
 i) Celulosa tratada solo con ultrasonido.  
 j) Suspensión de nanocelulosa tratada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y nanocelulosa tratada con ultrasonidos.

**CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:**

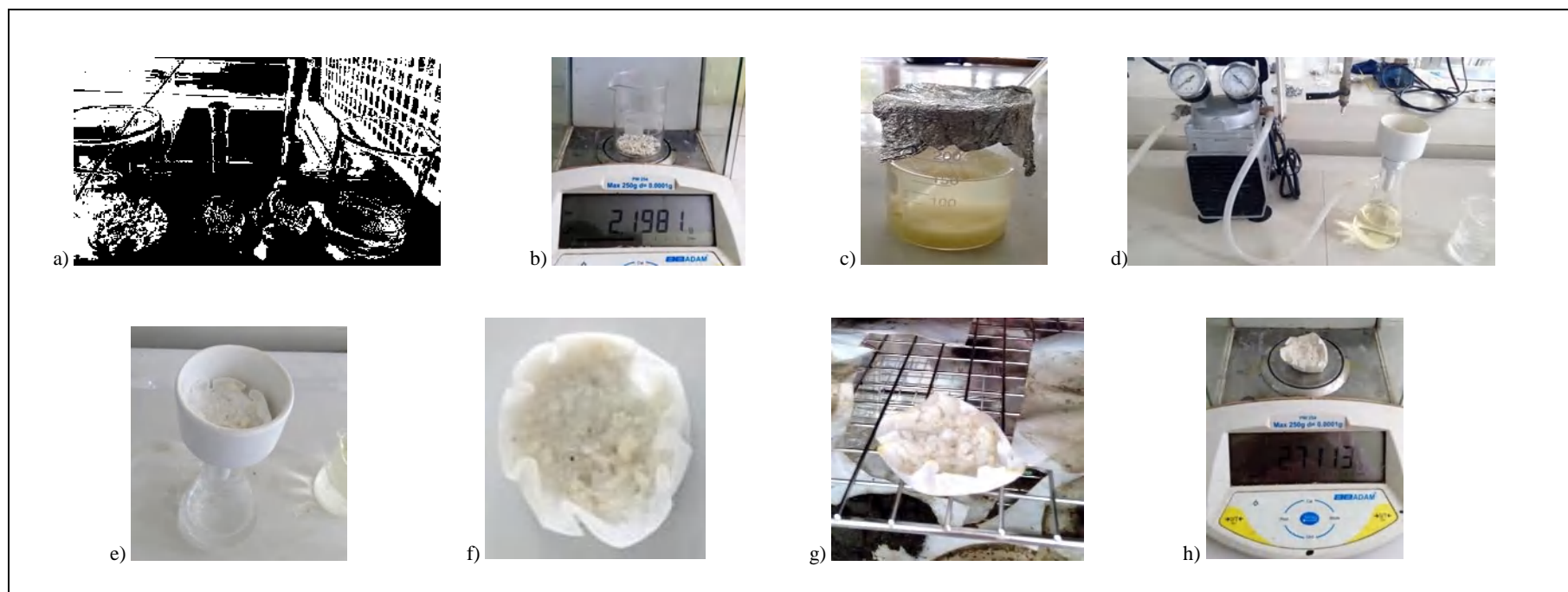
Aprobado                       Preliminar  
 Certificado                     Por aprobar  
 Información                     Por calificar

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA  
 DE CHIMBORAZO  
 FACULTAD DE CIENCIAS  
 ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

ELABORADO POR:  
 Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta

OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA		
<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
1	1:1	14/01/2021

**ANEXO G:** Determinación del contenido de alfa celulosa.



<p><b>NOTAS:</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p> <input type="checkbox"/> Aprobado      <input type="checkbox"/> Preliminar  <input type="checkbox"/> Certificado      <input type="checkbox"/> Por aprobar  <input type="checkbox"/> Información      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar         </p>	<p style="text-align: center;"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b> </p> <p style="text-align: center;">           ELABORADO POR:            Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta         </p>	DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ALFA CELULOSA		
<p>a) Preparación de las soluciones de NaOH y ácido acético.</p> <p>b) Pesado de la muestra.</p> <p>c) Reposo de la muestra con NaOH.</p> <p>d) Filtración al vacío</p> <p>e) Lavado de la muestra</p> <p>f) Celulosa obtenida después de la extracción</p> <p>g) Secado de la celulosa a 105°C.</p> <p>h) Pesado de la celulosa extraída.</p>			<b>LÁMINA</b> 1	<b>ESCALA</b> 1:1	<b>FECHA</b> 14/01/2021

**ANEXO H:** Determinación de grupos funcionales por espectroscopia de infrarrojo.



a)



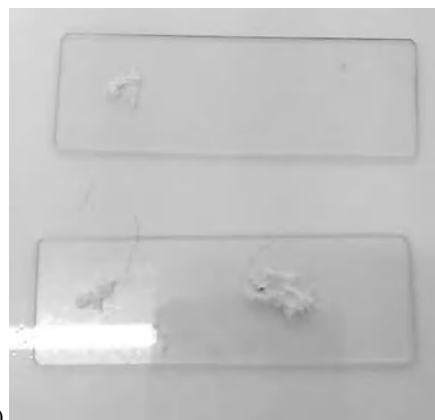
b)



c)

<b>NOTAS:</b>	<b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b>	<b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b>	DETERMINACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO		
a) Preparación de las muestras de celulosa de cada tratamiento.	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar		<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
b) Limpieza de la superficie donde se coloca la muestra. c) Realización del análisis en el espectrofotómetro infrarrojo.	<input type="checkbox"/> Información <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar		1	1:1	14/01/2021
		ELABORADO POR: Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta			

**ANEXO I:** Determinación de la apariencia de las fibras.



a)



b)

<b>NOTAS:</b>	<p><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p><input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar</p> <p><input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar</p> <p><input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar</p>	<p><b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</b></p> <p><b>FACULTAD DE CIENCIAS</b></p> <p><b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p>ELABORADO POR:</p> <p>Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta</p>	<p>DETERMINACIÓN LA APARIENCIA DE LAS FIBRAS</p>		
<p>a) Colocación de las muestras en los portaobjetos.</p> <p>b) Observación de las muestras en el microscopio.</p>			<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
			1	1:1	14/01/2021

**ANEXO J:** Determinación de la Transmitancia.



a)



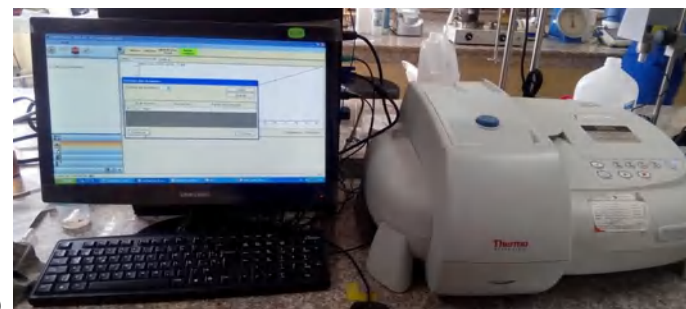
b)



c)



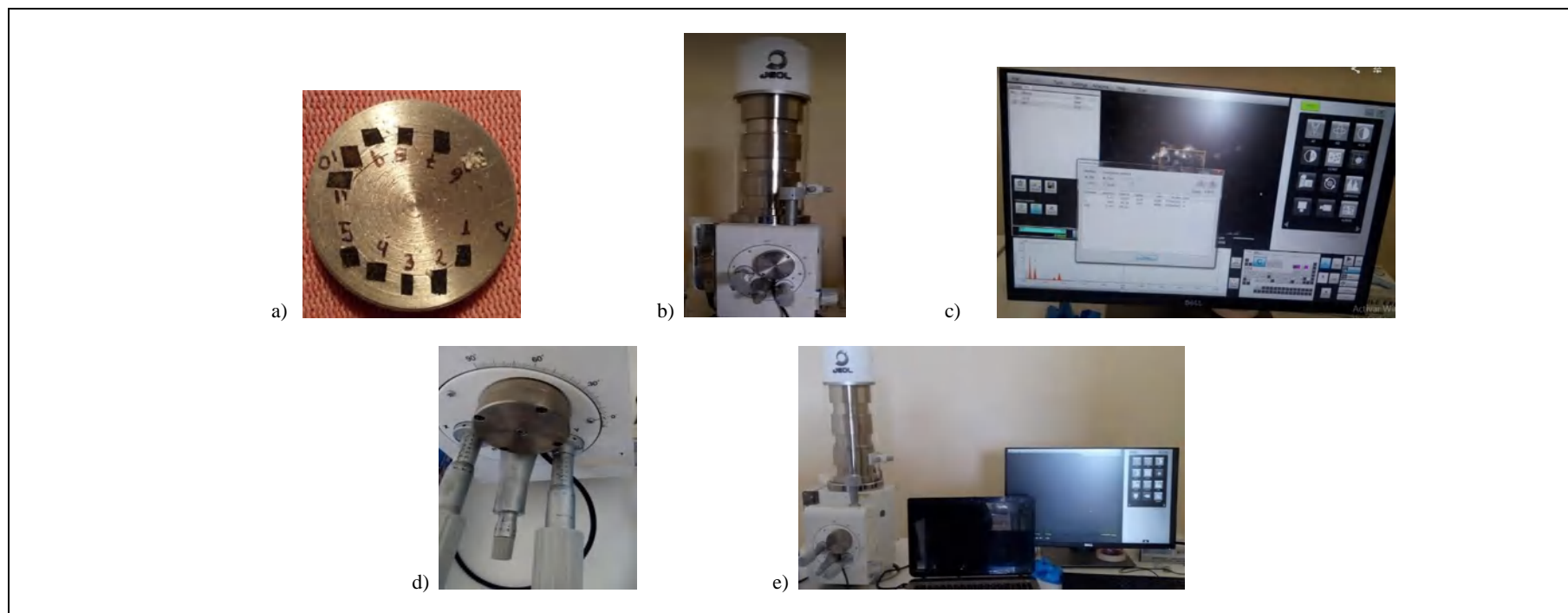
d)



e)

<b>NOTAS:</b>	<b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b>	<b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</b>	DETERMINACIÓN DE LA TRANSMITANCIA		
a) Preparación de las muestras a analizar. b) Medición del blanco. c) Limpieza de las paredes de la celda de cuarzo que contiene la muestra. d) Ubicación de la celda de cuarzo en el compartimiento de muestras. e) Realización de la medición en el equipo.			<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar <input type="checkbox"/> Información calificar <input checked="" type="checkbox"/> Por	<b>FACULTAD DE CIENCIAS</b> <b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b>	<b>LÁMINA</b>
		ELABORADO POR: Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta	1	1:1	14/01/2021

**ANEXO K:** Determinación de la morfología de la nanocelulosa por microscopia electrónica de barrido (SEM).



<p><b>NOTAS:</b></p>	<p><b>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA:</b></p> <p> <input type="checkbox"/> Aprobado                      <input type="checkbox"/> Preliminar  <input type="checkbox"/> Certificado                      <input type="checkbox"/> Por aprobar  <input type="checkbox"/> Información                      <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar                 </p>	<p align="center"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE                      CHIMBORAZO</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b> </p> <p align="center">                     ELABORADO POR:                      Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta                 </p>	<p align="center">                     DETERMINACIÓN DE LA MORFOLOGÍA                      DE LA NANOCELULOSA POR                      MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE                      BARRIDO (SEM)                 </p>		
<p>a) Preparación de las muestras a analizar.</p> <p>b) Colocación de la muestra en la cámara porta muestra del SEM.</p> <p>c) Determinación del voltaje.</p> <p>d) Enfoque de las estructuras de interés</p> <p>e) Observación de las muestras en el equipo.</p>			<p align="center"><b>LÁMINA</b></p> <p align="center">1</p>	<p align="center"><b>ESCALA</b></p> <p align="center">1:1</p>	<p align="center"><b>FECHA</b></p> <p align="center">14/01/2021</p>

**ANEXO L:** Datos experimentales y aplicación de fórmulas para la caracterización de la materia prima (hoja de mazorca de maíz).

• **Humedad**

	<b>Peso muestra inicial (g)</b>	<b>Peso capsula tarada (g)</b>	<b>Peso capsula + muestra seca (g)</b>	<b>Cálculo</b> $\% \text{ Humedad} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100$	<b>%</b>
<b>R1</b>	15,0044	102,3328	115,9725	$\frac{[15,0044 - (115,9725 - 102,3328)]}{15,0044} \times 100$	9,09
<b>R2</b>	14,9866	84,7880	98,4249	$\frac{[14,9866 - (98,4249 - 84,7880)]}{14,9866} \times 100$	9,01
<b>PROMEDIO</b>					<b>9,05</b>

• **Ceniza**

	<b>Peso muestra sin humedad (g)</b>	<b>Peso del crisol tarado (g)</b>	<b>Peso crisol + cenizas</b>	<b>Cálculo</b> $\% \text{ Ceniza} = \frac{A \times 100}{B}$	<b>%</b>
<b>R1</b>	2,0030	32,6663	32,7069	$\frac{(32,7069 - 32,6663) \times 100}{2,0030}$	2,03
<b>R2</b>	2,0066	39,1336	39,1739	$\frac{(39,1739 - 39,1336) \times 100}{2,0066}$	2,01
<b>PROMEDIO</b>					<b>2,02</b>

- **Lignina**

	<b>Peso muestra sin humedad (g)</b>	<b>Peso papel filtro (g)</b>	<b>Peso papel filtro + lignina (g)</b>	<b>Cálculo</b> $\% \text{ Lignina} = \frac{A \times 100}{W}$	<b>%</b>
<b>R1</b>	1,0120	0,3088	0,4609	$\frac{(0,4709 - 0,3088) \times 100}{1,0120}$	16,02
<b>R2</b>	1,0013	0,3092	0,4622	$\frac{(0,4722 - 0,3092) \times 100}{1,0013}$	16,28
				<b>PROMEDIO</b>	<b>16,15</b>

- **Solubilidad en agua caliente**

	<b>Peso inicial de la muestra seca (g)</b>	<b>Peso seco de la muestra después de la extracción (g)</b>	<b>Cálculo</b> $\% \text{ Solubilidad en agua} = \frac{(A - B) \times 100}{A}$	<b>%</b>	
<b>R1</b>	10,0012	9,7468	$\frac{(10,0012 - 9,7468) \times 100}{10,0012}$	2,54	
<b>R2</b>	10,0034	9,7519	$\frac{(10,0034 - 9,7519) \times 100}{10,0034}$	2,51	
				<b>PROMEDIO</b>	<b>2,53</b>

Donde:

R1 = Repetición 1

R2 = Repetición 2



## ANEXO M: Grupos funcionales presentes en las muestras

### • Materia prima (hoja de mazorca de maíz)

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3339.14	90.9066
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2982.37	96.1093
			2900.41	95.7489
~ 1650	H-O-H	Agua	1646.91	96.9939
1650–1550	C=C	Alifáticos insaturados, aromáticos	1558.73	96.9939
1440–1400	OH	OH en ácidos carboxílicos	1410.67	96.5892
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1035.59	90.39
1030–950	=C–H	Compuestos aromáticos	982.554	92.4497

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### • Licor negro

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3522.51	88.4752
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2914.88	93.8542
			2846.42	96.2593
1850–1650	C=O	Ácidos carboxílicos, ésteres, cetonas	1746.23	94.2529
			1705.73	90.2738
1650–1550	C=C	Alifáticos insaturados, aromáticos	1647.88	91.5209
1515–1485	Anillo benceno	Compuestos aromáticos	1508.06	93.348
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1171.54	86.7086
			1045.23	88.4047
580–420	Anillo de benceno	Compuestos aromáticos	573.719	91.385

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

### • Celulosa: Experimento 1

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3223.67	94.4537
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2910.38	93.5397
1870–1650	C=O	Acidos carboxílicos, ésteres, cetonas	1680.66	97.4168
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1371.14	97.1913
1300–1000	C–O–C y C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1155.15	97.1906
			1018.23	90.5287
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	897.63	98.469

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Celulosa: Experimento 2**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3349.75	80.2313
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2900.41	93.177
~ 1650	H-O-H	Agua	1647.88	95.3689
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1372.1	94.0144
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1158.04	93.1063
			1020.16	78.3496
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	895.773	96.4962

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Celulosa: Experimento 3**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3393.14	86.3323
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2899.45	94.2669
~ 1650	H-O-H	Agua	1647.88	96.4076
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1374.65	96.4138
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1158.04	95.7573
			1020.26	85.3826
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	896.737	97.5373

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Celulosa: Experimento 4**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3110.37	94.6397
1550–1300	CH <sub>3</sub> , CH <sub>2</sub>	Alcanos, alquenos, etc.	1508.06	96.0563
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1339.32	96.323
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1159.01	97.9072
			1019.19	91.8227
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	897.63	98.857

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Celulosa: Experimento 5**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3331.43	83.3763
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2900.41	92.9197
~ 1650	H-O-H	Agua	1647.88	95.3876
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1338.36	93.7013
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1158.04	93.6042
			1019.19	78.8612
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	894.809	96.9304

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Celulosa: Experimento 6**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3268.75	91.9848
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2898.49	95.7505
~ 1650	H-O-H	Agua	1647.88	97.3247
1383-1336	C – H, O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1338.36	95.9214
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1159.01	96.687
			1017.26	84.2843
898-845	Enlaces β-glicosídicos	Cadena principal del anillo piranoide	894.89	98.3399

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Nanocelulosa preparada por el método de hidrolisis acida (Ácido sulfúrico al 60%)**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3329.46	94.5971
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2916.81	96.4859
~ 1650	H-O-H	Agua	1659.34	97.4258
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1368.18	97.3849
1060–1045	S=O	Alquil sulfóxidos	1057.76	94.8685
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1020.16	92.9897
680–620	C–OH	Alcoholes	666.285	97.7746

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

• **Nanocelulosa preparada por el método de hidrolisis acida (Ácido sulfúrico al 65%)**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3362.28	10.7479
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2916.35	63.5219
~ 1650	H-O-H	Agua	1640.16	61.1085
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1019.19	97.5379
680–620	C–OH	Alcoholes	665.321	88.2063

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

- **Nanocelulosa preparada por el método de ultrasonido de alta intensidad**

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Numero de onda [cm <sup>-1</sup> ]	%T
3700–3100	–OH	Alcoholes	3337.73	84.9831
3000–2800	–CH, –CH <sub>2</sub> , –CH <sub>3</sub>	Grupos alifáticos	2901.38	95.1235
~ 1650	H-O-H	Agua	1654.62	97.5989
1383-1336	C – H y O – H	Flexión de los enlaces C – H y O – H presente en los azúcares	1373.14	96.1287
1300–1000	C–O–C, C–OH	Éteres, alcoholes, azúcares	1158.04	94.9459
			1029.8	86.9972
680–620	C–OH	Alcoholes	665.321	97.1961

Realizado por: Sanaguano, Samanta, 2021.

ANEXO N: Resultados de la medición de Transmitancia de las muestras de nanocelulosa.

**Thermo Scientific**

**Información de configuración**

Elemento	Valor
Archivo de libro	C:\Documents and Settings\Pc\Escritorio\lab investigacion\SAMANTA SA NAGUANO\2021_02_18_Classic_Fijo prueba1.iwbk
Accesorios	Accesorio: Detector estándar
Software	INSIGHT: 2.1.133
microprograma, software inalterable	3.0.0.109
Aplicación	Fijo - Classic\Fijo prueba1
Descripción del método	prueba uno
Formato de Datos	% de transmisión
Ancho de banda	532 nm
Tiempo de integración (s)	1,000 seg
Modo Fijo	Normal
Usar límites de control	No

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	800nm (%T)
1	Muestra1	Pc	18/02/2021 13:16:16	89,212

Tabla Fijo

nm	%T
800,000	89,212

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	800nm (%T)
2	Muestra2	Pc	18/02/2021 13:17:28	82,771

Tabla Fijo

nm	%T
800,000	82,771

#	ID de muestra	Nombre del Usuario	Fecha y hora	800nm (%T)
3	Muestra3	Pc	18/02/2021 13:18:20	90,779

Tabla Fijo

nm	%T
800,000	90,779

## ANEXO O: Cálculos empleados en la preparación de soluciones

### Determinación de lignina

- **Preparación de la solución de 25 ml de ácido sulfúrico al 72%**

$$\left. \begin{array}{l} \rho(H_2SO_4) \text{ al } 72\% = 1,6338 \text{ g/cm}^3 \\ \rho(H_2SO_4) \text{ al } 95\% = 1,8337 \text{ g/cm}^3 \end{array} \right\} \text{ Datos obtenidos en tablas}$$

$$C_1 * V_1 * \rho_1 = C_2 * V_2 * \rho_2$$

$$(95\%) * V_1 * (1,8337 \text{ g/cm}^3) = (72\%) * (25 \text{ ml}) * (1,6338 \text{ g/cm}^3)$$

$$V_1 = 16,88 \text{ ml de } H_2SO_4$$

### Extracción de celulosa

- **Preparación de una solución de 1000 ml de hidróxido de sodio al 2%**

$$\% p/v = \frac{g \text{ soluto}}{ml \text{ solución}} \times 100$$

$$2\% = \frac{g \text{ soluto}}{1000 \text{ ml}} \times 100$$

$$g \text{ soluto} = 20 \text{ g de NaOH}$$

- **Preparación de una solución de 1000 ml de hidróxido de sodio al 5%**

$$\% p/v = \frac{g \text{ soluto}}{ml \text{ solución}} \times 100$$

$$5\% = \frac{g \text{ soluto}}{1000 \text{ ml}} \times 100$$

$$g \text{ soluto} = 50 \text{ g de NaOH}$$

### Blanqueamiento

- **Preparación de la solución de 1000 ml de hipoclorito de sodio al 1%**

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(5\%) * V_1 = (1\%) * (1000 \text{ ml})$$

$$V_1 = 200 \text{ ml de NaClO}$$

### Determinación de alfa celulosa

- **Preparación de la solución de 50 ml de ácido acético 2N**

Peso molecular ( $CH_3COOH$ ) = 60,5 g/mol

$$Eq - \text{gramo de un ácido} = \frac{PM}{\#H^+ \text{ sustituibles}} = \frac{60,5 \text{ g}}{1} = 60,5 \text{ g/Eq}$$

Pureza ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) = 99%

$\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,05 \text{ g/ml}$

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$\left( \frac{99 \text{ g } \text{CH}_3\text{COOH}}{100 \text{ g sol}} * \frac{1,05 \text{ g sol}}{1 \text{ ml sol}} * \frac{1000 \text{ ml sol}}{1 \text{ L sol}} * \frac{1 \text{ Eq}}{60,5 \text{ g } \text{CH}_3\text{COOH}} \right) * V_1 = (2 \text{ N}) * (50 \text{ ml})$$

$$(17,18 \text{ N}) * V_1 = (2 \text{ N}) * (50 \text{ ml})$$

$$V_1 = 5,82 \text{ ml de } \text{CH}_3\text{COOH}$$

- **Preparación de la solución de 75 ml de hidróxido de sodio al 17,5%**

$$\% p/v = \frac{\text{g soluto}}{\text{ml solución}} \times 100$$

$$17,5 \% = \frac{\text{g soluto}}{75 \text{ ml}} \times 100$$

$$\text{g soluto} = 13,125 \text{ g de NaOH}$$

- **Preparación de la solución de 25 ml de hidróxido de sodio al 8,8%**

$$\% p/v = \frac{\text{g soluto}}{\text{ml solución}} \times 100$$

$$8,8 \% = \frac{\text{g soluto}}{25 \text{ ml}} \times 100$$

$$\text{g soluto} = 2,2 \text{ g de NaOH}$$

### Preparación de nanocelulosa

- **Preparación de la solución de 100 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 60%**

$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)$  al 60% =  $1,4983 \text{ g/cm}^3$

$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)$  al 95% =  $1,8337 \text{ g/cm}^3$

$$C_1 * V_1 * \rho_1 = C_2 * V_2 * \rho_2$$

$$(95\%) * V_1 * (1,8337 \text{ g/cm}^3) = (60\%) * (100 \text{ ml}) * (1,4983 \text{ g/cm}^3)$$

$$V_1 = 51,61 \text{ ml de } \text{H}_2\text{SO}_4$$

- **Preparación de la solución de 100 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 65%**

$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)$  al 65% =  $1,5533 \text{ g/cm}^3$

$$C_1 * V_1 * \rho_1 = C_2 * V_2 * \rho_2$$

$$(95\%) * V_1 * (1,8337 \text{ g/cm}^3) = (65\%) * (100 \text{ ml}) * (1,5533 \text{ g/cm}^3)$$

$$V_1 = 57,96 \text{ ml de } \text{H}_2\text{SO}_4$$



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS DEL APRENDIZAJE  
UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y DOCUMENTAL**

**REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA**

**Fecha de entrega:** 27 / 07 / 2021

<b>INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)</b>
<b>Nombres – Apellidos:</b> <i>Samanta Elizabeth Sanaguano Peralta</i>
<b>INFORMACIÓN INSTITUCIONAL</b>
<b>Facultad:</b> <i>Ciencias</i>
<b>Carrera:</b> <i>Ingeniería Química</i>
<b>Título a optar:</b> <i>Ingeniera Química</i>
<b>f. Analista de Biblioteca responsable:</b> <i>Lic. Luis Caminos Vargas Mgs.</i>



1094-DBRA-UTP-2021