



**ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA**

**“OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DEL RASTROJO  
DE MAÍZ (*zea mays L.*) MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA”**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar por el grado académico de:

**INGENIERO QUÍMICO**

**AUTOR: MARLON ALEXIS GUAYASAMÍN GUACHAMÍN**

**DIRECTOR: Ing. LUIS SANTIAGO CARRERA ALMENDÁRIZ MSc.**

Riobamba-Ecuador

2021

**©2021, Marlon Alexis Guayasamín Guachamín**

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, Marlon Alexis Guayasamín Guachamín, 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 autor 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, 31 de enero de 2022



**Marlon Alexis Guayasamín Guachamín**

**172356424-9**

**ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular: Tipo: Proyecto de Investigación, “**OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DEL RASTROJO DE MAÍZ (*zea mays L.*) MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA**”, realizado por el señor: **MARLON ALEXIS GUAYASAMÍN GUACHAMÍN**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Dr. Fabián Ernesto Arias Arias <b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>	 <small>Firmado electrónicamente por:</small> <b>FABIAN ERNESTO</b>	2022-02-10
Ing. Luis Santiago Carrera Almendariz MSc <b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>	 <small>Firmado electrónicamente por:</small> <b>LUIS SANTIAGO CARRERA ALMENDARIZ</b>	2022-02-10
Ing. Adrián Alejandro Rodríguez Pinos MSc <b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>	 <small>Firmado electrónicamente por:</small> <b>ADRIAN ALEJANDRO RODRIGUEZ PINOS</b>	2022-02-10

## **DEDICATORIA**

A mi madre y hermanos que me apoyaron a pesar de las circunstancias y dificultades que tuvimos y aun así me dieron el impulso y apoyo necesario para seguir con mi vida estudiantil y cumplir con esta etapa importante en mi formación.

A quienes empezaron siendo mis compañeros y fueron convirtiéndose en grandes amigos, y por supuesto a los docentes quienes me alentaban a seguir con los estudios mediante sus experiencias y anécdotas que fueron una inspiración, en especial a la Ingeniera Carla Haro por su apoyo y comprensión mientras realizaba mi investigación.

Al Ingeniero Santiago Carrera que supo darme orientación en la realización de mi investigación.

Marlon G.

## TABLA DE CONTENIDOS

ÍNDICE DE TABLAS.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	xiii
RESUMEN.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
INTRODUCCIÓN.....	1

### CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	3
1.1. Identificación del Problema.....	3
1.2. Justificación de la investigación.....	3
1.3. Objetivos de la Investigación.....	4
1.3.1. <i>General</i> .....	4
1.3.2. <i>Específicos</i> .....	4

### CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO.....	5
2.1. Antecedentes de Investigación.....	5
2.2. Marco Conceptual.....	9
2.2.1. <i>Residuos</i> .....	9
2.2.2. <i>Residuos agroindustriales</i> .....	10
2.2.3. <i>Residuos agroindustriales en el Ecuador</i> .....	11
2.2.3.1. <i>El maíz</i> .....	11
2.2.3.2. <i>Taxonomía del maíz</i> .....	12
2.2.3.3. <i>Características botánicas</i> .....	13
2.2.4. <i>Material Lignocelulósico</i> .....	14
2.2.4.1. <i>Estructura de la biomasa lignocelulósica</i> .....	15
2.2.5. <i>Celulosa</i> .....	16
2.2.5.1. <i>Características de la celulosa</i> .....	16
2.2.5.2. <i>Usos de la celulosa</i> .....	17
2.2.5.3. <i>Cristalinidad</i> .....	17

2.2.6.	<i>Aislamientos de Celulosa</i> .....	18
2.2.6.1.	<i>Celulosa mecánica</i> .....	18
2.2.6.2.	<i>Celulosa química</i> .....	19
2.2.7.	<i>Hemicelulosa</i> .....	19
2.2.8.	<i>Lignina</i> .....	21
2.2.9.	<i>Nanotecnología</i> .....	23
2.2.10.	<i>Introducción a la nanocelulosa</i> .....	24
2.2.11.	<i>Diferente tipo de nanocelulosa</i> .....	25
2.2.11.1.	<i>Nanofibras de Celulosa</i> .....	25
2.2.11.2.	<i>Nanocristales de celulosa o Celulosa nanocristalina</i> .....	25
2.2.11.3.	<i>Nanocelulosa Bacteriana</i> .....	26
2.2.12.	<i>Propiedades de la nanocelulosa</i> .....	27
2.2.12.1.	<i>Propiedades térmicas</i> .....	27
2.2.12.2.	<i>Propiedades mecánicas</i> .....	28
2.2.12.3.	<i>Propiedades ópticas</i> .....	28
2.2.12.4.	<i>Otras propiedades</i> .....	28
2.2.13.	<i>Métodos de extracción de nanocelulosa</i> .....	29
2.2.13.1.	<i>Homogenización a alta presión (HPH)</i> .....	29
2.2.13.2.	<i>Microfluidización</i> .....	29
2.2.13.3.	<i>Molienda</i> .....	30
2.2.13.4.	<i>Hidrólisis ácida</i> .....	30
2.2.13.5.	<i>Hidrólisis con ácidos sólidos</i> .....	31
2.3.	<b>Planteamiento de las Hipótesis</b> .....	31
2.3.1.	<i>Hipótesis General</i> .....	31
2.3.2.	<i>Hipótesis Específicas</i> .....	32
2.4.	<b>Identificación de Variables</b> .....	32
2.5.	<b>Operacionalización de Variables</b> .....	33
2.6.	<b>Matriz de Consistencia</b> .....	34
2.7.	<b>Tipo y Diseño de Investigación</b> .....	36
2.7.1.	<i>Tipo de Investigación</i> .....	36
2.7.2.	<i>Diseño de la investigación</i> .....	36
2.8.	<b>Unidad de Análisis</b> .....	37
2.9.	<b>Población de Estudio</b> .....	38
2.10.	<b>Tamaño de Muestra</b> .....	38
2.11.	<b>Selección de muestra</b> .....	38
2.12.	<b>Técnicas de Recolección de Datos</b> .....	39
2.12.1.	<i>Extracción de nanocelulosa</i> .....	39

2.12.1.1.	<i>Métodos de ensayo para la caracterización fisicoquímica de la materia prima</i> .....	40
2.12.1.2.	<i>Métodos de ensayo para la caracterización de los productos de hidrólisis</i> .....	46
2.13.	<b>Obtención de Nanocelulosa</b> .....	49
2.13.1.	<i>Pre tratamiento del rastrojo de maíz</i> .....	49
2.13.2.	<i>Obtención de celulosa y nanocelulosa del rastrojo de maíz</i> .....	49
2.13.3.	<i>Acondicionamiento de la materia prima</i> .....	50
2.13.4.	<i>Pretratamiento a la materia molida</i> .....	51
2.13.5.	<i>Hidrólisis alcalina y blanqueamiento de la celulosa</i> .....	53
2.13.6.	<i>Hidrólisis ácida para la obtención de nanocelulosa</i> .....	56

### CAPÍTULO III

3.	<b>MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS</b> .....	58
3.1.	<b>Análisis de resultados de la materia prima</b> .....	58
3.2.	<b>Análisis de resultados de la celulosa de maíz</b> .....	59
3.2.1.	<i>Microscopía Óptica</i> .....	59
3.2.2.	<i>Espectroscopia infrarroja FT-IR</i> .....	61
3.2.3.	<i>Porcentaje de humedad de la celulosa</i> .....	65
3.2.4.	<i>Microscopía Electrónica de Barrido</i> .....	65
3.2.5.	<i>Variables utilizadas para el cálculo del rendimiento de la celulosa</i> .....	67
3.3.	<b>Análisis de resultados de la Nanocelulosa de maíz</b> .....	71
3.3.1.	<i>Espectrofotometría infrarroja FT-IR</i> .....	71
3.3.2.	<i>Microscopía Electrónica de Barrido</i> .....	74
3.3.3.	<i>Variables utilizadas para el cálculo del rendimiento de la nanocelulosa</i> .....	74
3.3.4.	<i>Aplicación de la nanocelulosa obtenida</i> .....	77
3.4.	<b>Prueba de Hipótesis</b> .....	78
3.4.1.	<i>Hipótesis específicas</i> .....	78
3.4.1.1.	<i>Hipótesis 1</i> .....	78
3.4.1.2.	<i>Hipótesis 2</i> .....	78
3.4.1.3.	<i>Hipótesis 3</i> .....	79
3.4.1.4.	<i>Hipótesis 4</i> .....	79
	<b>CONCLUSIONES</b> .....	80
	<b>RECOMENDACIONES</b> .....	81
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	
	<b>ANEXOS</b>	

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1-2:</b>	Provincias de mayor labor agrícola- planta de maíz.....	5
<b>Tabla 2-2:</b>	...Proporción de los diferentes componentes estructurales en materiales lignocelulósicos diferentes .....	6
<b>Tabla 3-2:</b>	Investigaciones relacionadas con la obtención de celulosa y nanocelulosa .....	8
<b>Tabla 4-2:</b>	Distinta nomenclatura de los tipos de nanocelulosa .....	27
<b>Tabla 5-2:</b>	Identificación de Variables .....	32
<b>Tabla 6-2:</b>	Operacionalización de las variables .....	33
<b>Tabla 7-2:</b>	Matriz de consistencia.....	34
<b>Tabla 8-2:</b>	Condiciones de experimentación para la obtención de la celulosa .....	37
<b>Tabla 9-2:</b>	Condiciones de experimentación para la obtención de nanocelulosa .....	37
<b>Tabla 10-2:</b>	Contenido de humedad y materia seca para el tallo y hojas de maíz. ....	40
<b>Tabla 11-2:</b>	Determinación de ceniza: método de incineración en mufla .....	40
<b>Tabla 12-2:</b>	Determinación de grasa cruda (bruta): método Soxhlet .....	41
<b>Tabla 13-2:</b>	Determinación de fibra cruda: variación al método descrito (método de Weende) .....	42
<b>Tabla 14-2:</b>	Determinación de proteína cruda: método de macrokjeldhal .....	44
<b>Tabla 15-2:</b>	Determinación de Lignina klason .....	45
<b>Tabla 16-2:</b>	Método para determinar el espectro FT-IR de las muestras de celulosa y nanocelulosa .....	46
<b>Tabla 17-2:</b>	Método para la observación y caracterización superficial de materiales - SEM..	48
<b>Tabla 1-3:</b>	Muestra problema para el proceso de obtención de celulosa.....	58
<b>Tabla 2-3:</b>	Caracterización físico-químico de las partes del rastrojo .....	58
<b>Tabla 3-3:</b>	Fibra de diferentes muestras de rastrojo .....	59
<b>Tabla 4-3:</b>	Longitudes en um de las fibras de celulosa con 10x .....	60
<b>Tabla 5-3:</b>	Longitudes en um de las fibras de celulosa con 40x .....	60
<b>Tabla 6-3:</b>	Longitudes de onda de las muestras de celulosa .....	62
<b>Tabla 7-3:</b>	Espectros-IR de las diferentes muestras analizadas.....	64
<b>Tabla 8-3:</b>	Porcentaje de humedad de CC comercial y las celulosas obtenidas. ....	65
<b>Tabla 9-3:</b>	Longitudes de la celulosa de hojas de maíz.....	66
<b>Tabla 10-3:</b>	Longitudes de la celulosa del tallo de maíz.....	66
<b>Tabla 11-3:</b>	Variables para la obtención de celulosa .....	67
<b>Tabla 12-3:</b>	Resultados del rendimiento de la celulosa de hojas de maíz .....	67
<b>Tabla 13-3:</b>	Resultados del rendimiento de la celulosa del tallo de maíz .....	68
<b>Tabla 14-3:</b>	Prueba de homogeneidad de varianza de la celulosa de hojas de maíz.....	68
<b>Tabla 15-3:</b>	ANOVA de la celulosa de hojas de maíz .....	69

<b>Tabla 16-3:</b>	Prueba Post-Hoc comparaciones múltiples .....	69
<b>Tabla 17-3:</b>	Prueba de homogeneidad de varianzas de la celulosa del tallo de maíz .....	70
<b>Tabla 18-3:</b>	ANOVA de la celulosa del tallo de maíz .....	70
<b>Tabla 19-3:</b>	Longitudes de onda de las muestras de nanocelulosa.....	72
<b>Tabla 20-3:</b>	Variables para la obtención de nanocelulosa.....	74
<b>Tabla 21-3:</b>	Resultados del rendimiento de la nanocelulosa de hojas de maíz.....	74
<b>Tabla 22-3:</b>	Resultados del rendimiento de la nanocelulosa del tallo de maíz.....	75
<b>Tabla 23-3:</b>	Prueba de homogeneidad de varianza de la nanocelulosa de hojas de maíz .....	76
<b>Tabla 24-3:</b>	ANOVA de la nanocelulosa de las hojas de maíz .....	76
<b>Tabla 25-3:</b>	Prueba de homogeneidad de varianza de la nanocelulosa del tallo de maíz .....	76
<b>Tabla 26-3:</b>	ANOVA de la nanocelulosa del tallo de maíz.....	77

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1-2:</b>	Clasificación de los residuos. ....	10
<b>Figura 2-2:</b>	Partes de la planta de maíz .....	14
<b>Figura 3-2:</b>	Productos del material lignocelulósico .....	15
<b>Figura 4-2:</b>	Estructura de la biomasa lignocelulósica.....	15
<b>Figura 5-2:</b>	Estructura de la celulosa.....	16
<b>Figura 6-2:</b>	Enlaces de la molécula de celulosa.....	17
<b>Figura 7-2:</b>	Localización de la hemicelulosa en la pared celular .....	20
<b>Figura 8-2:</b>	Monómeros de la hemicelulosa .....	21
<b>Figura 9-2:</b>	Estructura de la Lignina .....	22
<b>Figura 10-2:</b>	Alcoholes fenilpropílicos de la Lignina.....	23
<b>Figura 11-2:</b>	Términos para nanomateriales de celulosa .....	24
<b>Figura 12-2:</b>	Diagrama de flujo para el pre tratamiento des rastrojo de maíz.....	49
<b>Figura 13-2:</b>	Diagrama de obtención de celulosa .....	50
<b>Figura 14-2:</b>	Diagrama de la obtención de nanocelulosa.....	50
<b>Figura 1-3:</b>	Micrografías de fibra de celulosa de rastrojo de maíz 10x y 40x.....	60
<b>Figura 2-3:</b>	Microscopía Electrónica de Barrido de la celulosa obtenida .....	65
<b>Figura 3-3:</b>	Microscopía electrónica de barrido de la nanocelulosa obtenida .....	74

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1-2:</b>	Producto de la molienda del rastrojo.....	51
<b>Gráfico 2-2:</b>	Pretratamiento a la materia prima: A) Solución de hojas de maíz, B) Solución de tallo de maíz.....	52
<b>Gráfico 3-2:</b>	Proceso de Hidrólisis alcalina: A) Hidrólisis de hojas de maíz, B) Hidrólisis de tallo de maíz. ....	53
<b>Gráfico 4-2:</b>	A) Celulosa no blanqueada de las hojas de maíz, B) Licor negro .....	54
<b>Gráfico 5-2:</b>	A) Celulosa no blanqueada del tallo de maíz, B) Licor negro .....	54
<b>Gráfico 6-2:</b>	pH del agua de lavado de la hidrólisis alcalina .....	55
<b>Gráfico 7-2:</b>	Proceso de blanqueamiento de la celulosa .....	55
<b>Gráfico 8-2:</b>	Hidrólisis ácida de la celulosa.....	56
<b>Gráfico 9-2:</b>	Centrifugación y Medición del pH.....	57
<b>Gráfico 10-2:</b>	Nanocelulosa obtenida de las hojas y tallo del maíz. ....	57

## **ÍNDICE DE ANEXOS**

**ANEXO A:** ANÁLISIS DE FIBRA DE LA MATERIA PRIMA

**ANEXO B:** PRE-TRATAMIENTO A LA MATERIA PRIMA

**ANEXO C:** HIDRÓLISIS ALCALINA

**ANEXO D:** BLANQUEO DE CELULOSA

**ANEXO E:** CELULOSA OBTENIDA

**ANEXO F:** IMÁGENES DE LA CELULOSA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO- LENTE  
10X

**ANEXO G:** IMÁGENES DE LA CELULOSA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO- LENTE  
40X

**ANEXO H:** INSTRUCCIONES DE USO DEL ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO  
FT-IR

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

<b>AS</b>	Ácido sulfúrico
<b>CC</b>	Celulosa cristalina
<b>CB</b>	Celulosa bacteriana
<b>CF</b>	Celulosa fibrilada
<b>CMF</b>	Celulosa microfibrilada
<b>CNC</b>	Celulosa nano cristalina
<b>CNF</b>	Celulosa nano fibrilada
<b>FTIR</b>	Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier
<b>GP</b>	Grado de polimerización
<b>MEB</b>	Microscopía electrónica de barrido
<b>MO</b>	Microscopio óptico
<b>NC</b>	Nanocelulosa
<b>nm</b>	Nanómetro
<b>um</b>	Micrómetro

## RESUMEN

Este trabajo de investigación buscó obtener nanocelulosa a partir de rastrojo de maíz (*Zea Mays L*) mediante una hidrólisis ácida. De tal manera que se caracterizó el rastrojo y se obtuvo celulosa retirando impurezas de forma eficiente; además se determinó el rendimiento de la nanocelulosa experimentalmente para caracterizarla por espectroscopía infrarroja (FT-IR) y microscopía electrónica de barrido (MEB). La caracterización de la materia prima se llevó a cabo mediante análisis proximal, la celulosa se analizó por microscopía óptica, FT-IR y MEB y la nanocelulosa se caracterizó por FT-IR y MEB. Se estudió la incidencia que tiene en la obtención de celulosa al variar temperaturas y tiempos de hidrólisis alcalina usando NaOH al 5% para cada parte del rastrojo de maíz. Con la celulosa de mayor rendimiento se procedió hacer la conversión a nanocelulosa con ácido sulfúrico al 64% y 45 grados Celsius, variando la relación volumen de solución y peso de celulosa. Se determinó que el lavado más adecuado por costo y disponibilidad es la centrifugación a 4000 rpm, por 20 minutos y posteriormente secado a 80 grados Celsius por 8h para obtener finalmente las nanoestructuras. Para el análisis estadístico se utilizó el Análisis de Varianza unifactorial, dando como resultado que de los nueve tratamientos los más relevantes fueron el ocho y nueve por su rendimiento superior al 30% y el siete y nueve superando el 33% de rendimiento para la celulosa de las hojas y el tallo respectivamente. Para la nanocelulosa los tratamientos más significativos fueron el tres y cinco con un rendimiento superior al 5% y los tratamientos uno y cinco con un rendimiento promedio de 3,5% para la nanocelulosa de hojas y tallos de maíz respectivamente. Se recomienda para una investigación posterior variar la concentración del ácido para corroborar si no influye la concentración en la cristalinidad de las nanoestructuras.

**Palabras clave:** <RESIDUOS AGROINDUSTRIALES>, <CELULOSA>, <MATERIAL LIGNOCELULÓSICO>, <NANOESTRUCTURAS>, <NANOCELULOSA>.

LEONARDO  
FABIO MEDINA  
NUSTE

Firmado digitalmente  
por LEONARDO FABIO  
MEDINA NUSTE  
Fecha: 2021.10.18  
17:14:27 -05'00'



1907-DBRA-UTP-2021

## ABSTRACT

This research work sought to obtain nanocellulose from corn stubble (*Zea Mayz L*) through acid hydrolysis. In such a way that the stubble was characterized and cellulose was obtained removing impurities efficiently; In addition, the performance of nanocellulose was experimentally determined to characterize it by infrared spectroscopy (FT-IR) and microscopy scanning electronics (MEB). This research work sought to obtain nanocellulose from corn stubble (*Zea Mayz L*) through acid hydrolysis. The stubble was characterized and cellulose was obtained by removing impurities efficiently; furthermore, the performance of nanocellulose was experimentally determined to characterize it by infrared spectroscopy (FT-IR) and scanning electron microscopy (SEM). The characterization of the raw material was carried out by proximal analysis, cellulose was analyzed by light microscopy, FT-IR and SEM and nanocellulose was characterized by FT-IR and SEM. The impact it has on obtaining cellulose was studied by varying temperatures and alkaline hydrolysis times using 5% NaOH for each part of the corn stubble. With the highest yielding cellulose, the conversion to nanocellulose was carried out with sulfuric acid at 64% and 45 degrees Celsius, varying the ratio of the volume of solution and the weight of cellulose. It was determined that the most suitable washing for cost and availability is centrifugation at 4000 rpm, for 20 minutes and subsequently drying at 80 degrees Celsius for 8 hours to finally obtain the nanostructures. For the statistical analysis, the Univariate Analysis of Variance was used, resulting in that of the nine treatments, the most relevant were eight and nine for their performance greater than 30% and seven and nine exceeding 33% of performance for cellulose of the leaves and the stem respectively. For nanocellulose, the most significant treatments were three and five with a yield greater than 5% and treatments one and five with an average yield of 3.5% for nanocellulose from corn leaves and stalks, respectively. It is recommended for a later investigation to vary the concentration of the acid to corroborate if the concentration does not influence the crystallinity of the nanostructures.

**Keywords:** <AGROINDUSTRIAL WASTE>, <CELLULOSE>, <LIGNOCELLULOSE MATERIAL>, <NANOESTRUCTURES>, <NANOCELLULOSE>.



Firmado electrónicamente por:  
NANCI  
MARGARITA INCA  
CHUNATA

## INTRODUCCIÓN

El desarrollo industrial ha generado millones de residuos por años y especialmente la agroindustria genera residuos que si no se pueden reutilizar o tratar para dar un valor agregado en su mayoría será depositado y quemados generando grandes cantidades de dióxido de carbono disminuyendo la calidad del aire lo que afecta a la salud del ser humano. Los residuos agrícolas son todas aquellas partes derivadas del cultivo de diferentes especies vegetales que no son destinadas al consumo entre las cuales podemos encontrar a: tallos, hojas, cáscaras, cortezas, vainas, semillas, rastrojos, etc., que provienen de cereales (arroz, maíz, trigo, cebada), y diversos cultivos (Gavilanes, 2016, pp. 16;40-43).

Lo que menciona (Vargas Corredor and Pérez Pérez, 2018, pp. 2–4) en su artículo es la existencia de dos fases de la agroindustria la primera está encargada de la industria alimenticia y no alimenticia mientras que la segunda está compuesta de la industria proveedora de materias primas y consumidoras de materia prima, esto tomando en cuenta lo inmenso de este tipo de industria. Sin embargo en la mayoría de cultivos no se aprovecha toda la planta sino que solo la parte alimenticia, por ejemplo en el caso del maíz solo se comercializa el grano y en el mejor de los casos la mazorca entera lo que no representa más de 40% del total de la planta dejando el 60% como residuos si consideramos esto hay mayor cantidad de desechos que de alimento sea para consumo humano o como balanceado (Sánchez Ortega, 2014, pp. 3–6).

Aprovechando los diferentes residuos orgánicos por medio de un tratamiento químico, físico o biológico además del interés por el perfeccionamiento de métodos y técnicas en la actualidad gracias a la biotecnología y nanotecnología se puede obtener celulosa a partir de los residuos de distintos cultivos uno de los más estudiados para la obtención de celulosa es el bagazo de caña de azúcar seguido del agave sin embargo se va experimentando con casi cualquier residuo orgánico y así generar nuevos materiales que integrados a otras sustancias generando materiales con diversas características desde películas de bioplásticos pasando por materiales estructurales de construcción hasta prótesis e injertos de piel.

La celulosa es un polímero con gran abundancia en la naturaleza además de ser biodegradable debido a que es uno de tres componentes de la pared celular de las plantas (Jiménez Muñoz *et al.*, 2017, p. 3). Lo que le proporciona gran sustentabilidad para una utilización en masa dentro de las industrias papeleras y textil, sin embargo, en los últimos años se ha estudiado con mayor profundidad encontrando mayores propiedades que pueden ayudar en varias industrias como la farmacéutica, de pintura, plásticos, etc. Pero también puede ser degradada para obtener glucosa y con ella generar una fermentación etanólica todo dependerá de la procedencia de la celulosa y es por esto que día a día se van incrementando los estudios y experimentando con diferentes tipos de materia prima, optimizando los procesos existentes y obteniendo mayores rendimientos así también mejorando las técnicas de extracción (Sundarraj and Ranganathan, 2018, pp. 1–2).

La nanocelulosa es un material polimérico compuesto por varias fibras de celulosa a una escala nanométrica y es un material que en la actualidad es muy estudiada y de gran interés por sus diversas aplicaciones en varias industrias. Para su obtención se parte de la pulpa de celulosa que mediante procesos físicos, químicos o biológicos y en ocasiones mediante más de un tipo de proceso se logra degradar a una escala nanométrica las fibras de la celulosa obteniendo nanocelulosa la misma que tendrá propiedades dependiendo del origen de la celulosa y el tratamiento que se le haya dado. A nivel general las propiedades que se presentaran son la estabilidad a cambios de temperatura, es ligera, rígida y tiene una resistencia alta respecto a su peso (es ocho veces más resistente que el acero inoxidable) y es conductora de electricidad (Lusiana, Srihardyastutie and Masruri, 2019, p. 2).

## CAPÍTULO I

### 1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

#### 1.1. Identificación del Problema

La agricultura es un sector primordial en la economía ecuatoriana, considerado como un sector primario representa el 8% de producción total anual (PIB), según el (Ministerio de Agricultura y Ganadería, 2019), en este mismo año la superficie sembrada de los llamados cultivos transitorio (maíz, arroz y papa) fue de 849.355 hectáreas y la producción de maíz fue de 1,480 mil Tm representando un 39,41% de maíz duro seco y 5,70% de maíz suave seco siendo la provincia de Los Ríos la que aporta más con un 43,81% de la producción nacional según la Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (INEC- ESPAC, 2019, pp. 16–17).

Teniendo en cuenta que solo los granos de maíz son aprovechados para el consumo alimenticio y para alimentos balanceados, el resto de la planta son residuos que no son aprovechados como alimento y en muchos de los casos generan contaminación ambiental, así la utilización de estos residuos como materia prima para la obtención de celulosa abre nuevas puertas para los agricultores al obtener mayores ingresos por la venta de los residuos que antes no eran aprovechados generando una economía circular y abriendo nuevas puertas a una industria de materiales que esté en equilibrio con el ambiente y generen nuevas plazas de empleo.

Según Castro y Delgado (2016, p. 1-4) la naturaleza contiene gran cantidad de celulosa que es un material renovable y a la vez degradable, siendo un biopolímero abundante presente en algas, algunos animales marinos y en mayor cantidad en las plantas, contiene varias sustancias de interés industrial como en la industria textil, de papel y cartón, medicina, recubrimientos, films y pinturas, filtración y separación, etc.

#### 1.2. Justificación de la investigación

En el presente proyecto de investigación, lo que se está realizando es verificar la existencia de celulosa y su posterior conversión a nanocelulosa mediante el proceso de hidrólisis ácida con ácido sulfúrico, siendo una investigación con limitada información bibliográfica no se han encontrado procesos en la obtención de nanocelulosa para los residuos del maíz, pero sí de otros desechos agroindustriales producidos en el Ecuador.

Una vez demostrado experimentalmente su validez y confiabilidad en el laboratorio ayudará en la disminución y el impacto ambiental que tienen estos residuos, además del aprovechamiento de los residuos para dar un valor agregado y sean de utilidad en las diversas industrias, la metodología que será aplicada ayudará en el aprovechamiento del rastrojo de maíz en la obtención

de nanocelulosa que a su vez tiene una amplia gama de aplicaciones debido a sus propiedades nanométricas que ayudarían en diferentes industrias tales como la textil, medicina, films y pinturas, etc.; lo que constituye en un aporte económico para los agro productores, debido a que durante el año 2019 el costo de la producción de maíz tuvo un valor de \$15,25 mientras que en el año del 2020 el valor del saco de 45,36 kilos estuvo en \$14,60 obteniendo una disminución de \$0,65 a nivel nacional lo que perjudica la economía del agricultor si tenemos en cuenta la inversión que hace en semillas, riego, fungicidas y fertilizantes llegando a un valor aproximado de \$1.750 por hectárea (Elcomercio.com, 2021). Tomando en cuenta estos datos es factible para el agricultor tener un ingreso por los residuos que se generan del rastrojo de maíz además de contribuir en el cuidado del ambiente ya que al no quemar estos residuos se disminuiría la contaminación. Adicionalmente se estaría contribuyendo a la generación de una nueva industria circular amigable con el ambiente y que genere plazas de empleo.

### **1.3. Objetivos de la Investigación**

#### ***1.3.1. General***

- Obtener nanocelulosa a partir del rastrojo de maíz (*Zea mays L*) mediante hidrólisis ácida.

#### ***1.3.2. Específicos***

- Analizar las características físico-químicas del rastrojo de maíz seleccionado para el estudio.
- Separar de forma eficiente la celulosa de los demás componentes del rastrojo de maíz.
- Determinar el rendimiento de la nanocelulosa respecto a la masa de alimentación en el estudio.
- Caracterizar la nanocelulosa por microscopía electrónica de barrido y FTIR.
- Aplicar la nanocelulosa obtenida en un biopolímero como material de refuerzo para mejorar sus propiedades mecánicas.

## CAPÍTULO II

### 2. MARCO METODOLÓGICO

#### 2.1. Antecedentes de Investigación

En Ecuador la agricultura es una actividad primordial tanto para la alimentación como para la economía además de propiciar una gran cantidad de empleos, pero la misma genera una cantidad enorme de residuos que en su mayoría no son utilizados o aprovechados como una fuente para nuevos compuestos y al no ser utilizados en su mayoría por los agricultores estos generan contaminantes debido a su calcinación, lo que produce gases de efecto invernadero.

Según INEC- ESPAC (2019, p. 16-17) la producción de cultivos de maíz fue incrementando entre los años 2017 con una producción de 1.436 Tm a 2019 con una producción de 1.480 Tm, siendo Los Ríos la provincia que más aporta con un total del 43,81%. Todo esto se puede ver en la tabla 1.2

**Tabla 1-2:** Provincias de mayor labor agrícola- planta de maíz

Provincia	Cultivo transitorio	Superficie (Ha)		Producción anual (Tm.)
		Sembrada	Cosechada	
Manabí	Maíz duro seco	99.095	93.879	415.245
Guayas	Maíz duro seco	55.298	51.833	241.777
Los Ríos	Maíz duro seco	129.101	128.568	648.354
Esmeraldas	Maíz duro seco	564	473	456
El Oro	Maíz duro seco	693	658	1.904
Pichincha	Maíz suave choclo	2.261	2.236	6.759
Santo Domingo de los Tsáchilas	Maíz duro choclo	522	431	778

**Fuente:** (INEC- ESPAC, 2019).

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Todos estos datos dan una producción anual total de 2.548.039 Tm y son un referente para entender la gran cantidad de residuos que se generarían, según *Holgado, et al, (2007).*, el peso total de planta de maíz es de 306,30 gramos los cuales están divididos en 94,30 g de tallo (inferior y superior), 97,6 g de las hojas(verdes y de la mazorca), 22,30 g de mazorca y 92,0 g de grano, mediante estos valores podemos describir que solo el 30 por ciento es de grano destinado para alimentación y el resto son los residuos que generarían contaminantes.

En este contexto los residuos agroindustriales son una fuente muy valiosa de compuestos capaces de sustituir a los que provienen de una fuente de mayor contaminación, la mayoría de residuos son incinerados generando grandes cantidades de gases de efecto invernadero pero estos cuentan con una gran aplicabilidad y potencial, debido a las sustancias que se pueden obtener de ellos, esto es conocido como nuevos materiales que en el afán de mitigar la contaminación se ha empezado a estudiar desde hace una década atrás por medio de la nanotecnología y la ciencia de materiales que buscan ecológicamente aprovechar lo que la naturaleza nos ofrece y crear soluciones que contengan una proyección científica, social y económica (Sulbarán Rangel *et al.*, 2019, pp. 4–6).

El rápido crecimiento de la población ha ocasionado que los recursos se agoten a un ritmo muy acelerado más de lo que se esperaba, esto ha generado un aumento de residuos agroindustriales los cuales han obtenido la atención por parte de varios científicos debido a su composición y la aplicabilidad que tendrían estos compuestos que proviene de una fuente amigable con el ambiente. En cuestión de materiales avanzados y ecológicos se ha venido estudiando a la celulosa, quitosano, alginatos, almidón, colágeno, elastina y gelatina debido a las aplicaciones y campos en los cuales se pueden usar. La celulosa es el biopolímero más abundante de la naturaleza, es sintetizado por varios organismos vivos como animales marinos, plantas, bacterias y hongos y en la actualidad es el más estudiado por sus propiedades y diversas aplicaciones para varias industrias (Trache, 2018, pp. 2–3).

Según Li *et al.*, (2015, p. 1) la producción anual de celulosa es de 180 millones de toneladas, esto quiere decir que su regeneración es de tiempo corto debido a que es el biopolímero más abundante en la tierra y se conforma por microfibrillas que tienen diámetros a nanoescala. Esto se puede corroborar debido a que la celulosa es uno de los recursos poliméricos biodegradables y renovables más abundantes que existe en la biosfera además es el componente fundamental en las plantas para la pared celular que se encuentra combinada con sustancias como la lignina y la hemicelulosa, a su vez se puede dividir en macroestructuras cristalinas, la primera es la que normalmente encontramos en la pared celular, la segunda termodinámicamente es la más estable y es consecuencia de la recristalización de la primera o de la mercerización con NaOH (Du *et al.*, 2016, pp. 2–5).

**Tabla 2-2:** Proporción de los diferentes componentes estructurales en materiales lignocelulósicos diferentes

MLC	Celulosa	Hemicelulosa	Lignina	Referencias
<b>Maderas de resinosas</b>				
<i>Abeto</i>	41-43,9	26,5-27	27-28,4	Schaffeld, 1994 <sup>a</sup> ;
<i>Abeto blanco</i>	44-45	11-11.5	27-29	Fan, 1987.
<i>Abeto rojo Picea</i>	43	12	27	Fan, 1987.
<i>común</i>	44,7	4,6	27,7	Stenberg <i>et al.</i> , 1999.

<i>Pinus banksiana</i>	41-42,7	13-27,2	27-28,6	Holtzaple, 1993b.
<i>Pinus insignis</i>	41,2-44,0	22,9-25,7	26,1-26,3	Barba et al.,2000
<i>Pinus pinaster</i>	42,9	17,6	30,2-32,4	González et al., 2013.
<i>Sauce</i>	42,5	15,0	26,0	Sassner et al.,2008
<b>Maderas de frondosas</b>				
<i>Álamo</i>	39,6	15,8	23,1	Pan et al. 2006
<i>Arce rojo</i>	44,1	29,2	24,0	Holtzaple, 1993b
<i>Eucalyptus globulus</i>	42,3-54,0	16-36,6	17,9-23,3	Garrote et al., 2007
<i>Eucalyptus Grandis</i>	40,8	39,9	21,9	Morais, A.P, 2016.
<i>Eucalyptus Urograndis</i>	40,5-47,0	25,0-43,4	23,2-24,4	Morais, A.P, 2016
<i>Eucalyptus viminalis</i>	41,7	20,2	29,3	Ramos et al., 1992
<i>Fagus sylvatica</i>	39,6-41	23,2-35	22-24,5	Vila et al., 2000
<i>Populus tremula</i>	47,0	17,8	21,4	Saake et al. (1998)
<i>Roble</i>	40,4-50	22-35,9	23-32	Puech y Sarni, 1990
<i>Roble rojo</i>	38,9	23,8	21,5	Conner, 1984
<b>Materiales agrícolas y residuos forestales e industriales</b>				
<i>Algodón</i>	89,0-95	2-5,0	0,0-0,9	Hon, 2000
<i>Avena</i>	26,6	30,2	21,4	Claye et al., 1996
<i>Cardo</i>	31,1	12,2-31,4	17-22,1	Villar et al. 1999
<i>Cascarilla de arroz</i>	24,4	31,9	18,4	Claye et al. 1996
<i>Cascarilla de trigo</i>	32,2	19,0-24,5	5,2	Claye et al, 1996
<i>Paja de arroz</i>	36,2-47,0	21,9-24,7	9,9-24,0	Patel y Bhatt 1992
<i>Paja de cebada</i>	33,8-37,5	22,2-30,5	13,8-14,5	Patel y Bhatt 1992
<i>Paja de centeno</i>	37,6-44,1	16,8-35,0	19,0-22,9	Gullón et al, 2010
<i>Tallos de maíz</i>	35,0-39,6	34,7	7,0-18,4	Cruz et al, 2000
<i>Hojas de maíz</i>	31,7	31,9-40,9	20,3	Cruz et al, 2000
<i>Zuros de maíz</i>	32,0-41,2	2	6,1-20,9	Nabarlatz et al, 2004
				Fan et al, 1987
<i>Lino</i>	34,9	3,6	22,3	García et al, 2015.
<i>Tallos de girasol</i>	37,6-42,1	19,5-29,6	11,0-13,4	Jiménez et al, 1996
<i>Sarmiento de vid.</i>	35,6-38,3	20,6-35,0	22,8-23,4	Alonso et al, 2003
<i>Cartón corrugado</i>	73,5-59,7	13,9-13,7	11,8-14,3	Sun y Cheng. 2002
<i>Papel de periódico</i>	85,0-44,6	30,9	30,0-12,0	Vegas et al., 2005
<i>Residuo de cebada de la industria del malteado</i>	26,4	32,8	20,4	

Fuente: (Sáez Padilla, 2010).

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

La nanocelulosa encabeza una nueva familia de materiales fibrosos que además de ser biodegradables son también biocompatibles esta característica la hace una sustancia de interés para varias industrias. Según Martín, Ana Balea. Negro (2017, p. 24-25) la nanocelulosa engloba nanoestructuras diferentes tales como: la celulosa nanofibrilada o CNF que son formaciones largas, delgadas y flexibles, la celulosa nanocristalina o CNC son partículas cristalinas en forma de varilla, la celulosa bacteriana o CB y la celulosa microfibrilada o CMF (Du *et al.*, 2016, p. 3). Para la celulosa nanocristalina (CNC), esta se obtiene mediante una hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o HCl con una concentración que puede estar entre 6-8 M, con esto se obtendrá estructuras tipo varilla con una longitud aproximada de 50-500 nanómetros y con diámetros de 3-10 nanómetros, pero tendrá una limitada flexibilidad en comparación a la celulosa nanofibrilada. La celulosa nanofibrilada (CNF) en cambio tiene diámetros de 5-30 nanómetros y longitudes de orden micrométrica (Ehman, 2019, pp. 32–38). La CNF puede producirse por deslaminación mecánica de pulpa de madera en homogeneizadores de alta presión, estas tienden a formar un gel acuoso a baja concentración (por lo general 2% en peso) aunque estas tienen un alto consumo de energía para su desintegración. La celulosa microfibrilada (CMF) tiene un ancho de 20 a 100 nm y una longitud de 500 a 2000 nm esta se puede producir mediante refinamiento mecánico (Kargarzadeh, Ahmad and Thomas, 2017, pp. 87–91).

**Tabla 3-2:** Investigaciones relacionadas con la obtención de celulosa y nanocelulosa

Nombre de la investigación	Tipo	Autor (es)	Año	Lugar
La industria de la celulosa y sus efectos: certezas e incertidumbres	Artículo Científico	Alice Altesor, Gabriela Eguren, Néstor Mazzeo, Daniel Panario & Claudia Rodríguez	2008	Argentina
A review on cellulose and its utilization from agro-industrial waste	Artículo Científico	Antony Allwyn Sundarraj, Thottiam Vasudevan Ranganathan	2018	India
Caracterización de hojas de mazorca de maíz y de bagazo de caña para la elaboración de una pulpa celulósica mixta	Artículo Científico	Maribel Prado-Martínez, José Anzaldo-Hernández, Bruno Becerra-Aguilar, Hilda Palacios-Juárez, José de Jesús Vargas-Radillo y Maite Rentería-Urquiza.	2012	México
Nanocellulose-Based Materials for Water Purification	Artículo Científico	Hugo Voisin, Lennart Bergström, Peng Liu and Aji P. Mathew	2017	Suecia
Extraction and process analysis of high aspect ratio cellulose nanocrystals	Artículo Científico	Megan Smyth, Araceli García, Chris Rader, E.Johan Foster, Julien Bras.	2017	Francia

from corn ( <i>Zea mays</i> ) agricultural residue					
Obtención de celulosa a partir de bagazo de caña de azúcar ( <i>saccharum</i> spp.)	Artículo Científico	López-Martínez, A.; Bolio-López, G.I.; Veleva, L.; Solórzano-Valencia, M.; Acosta-Tejada, G; Hernández-Villegas, M.M; Salgado-García, S.; Córdova-Sánchez, S.	2016	México	
Cellulose nanocrystal (CNC) produced from the sulphuric acid hydrolysis of the pine cone flower waste ( <i>Pinus merkusii</i> Jungh Et De Vriese)	Artículo Científico	S E Lusiana, A Srihardyastutie and M Masruri	2019	Indonesia	
Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites	Libro	Hanieh Kargarzadeh, Ishak Ahmad, Sabu Thomas, and Alain Dufresne	2017	Alemania	

---

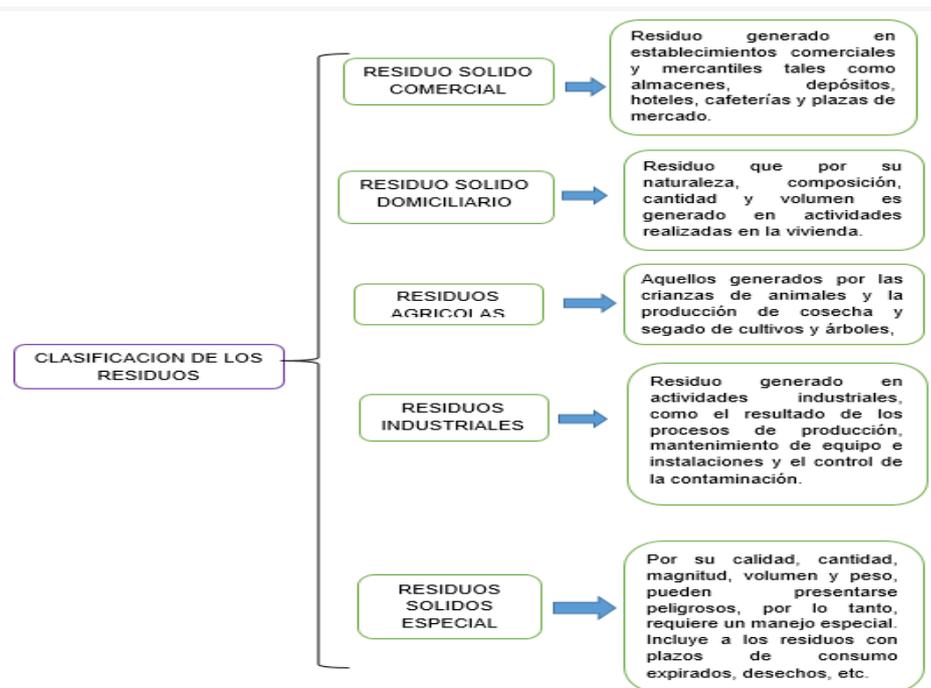
**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

## 2.2. Marco Conceptual

### 2.2.1. Residuos

Según SÁNCHEZ (2011, p. 243) se considera residuos a toda aquella sustancia o mezcla en estado sólido, líquido o gaseoso que puede ser peligrosa o no peligrosa y del cual todo el material producto de un proceso, transformación, beneficio, etc., no se podrá utilizar nuevamente en el proceso que lo generó.

Los residuos pueden considerarse como desechos que generamos debido a las diversas actividades que desempeñamos diariamente, estos a su vez tienen diferente clasificación dependiendo de sus características y origen



**Figura 1-2:** Clasificación de los residuos.

Realizado por: (Donde recicló.org, 2012).

Como se muestra en la figura 1-2 los residuos comerciales son generados en establecimientos comerciales y mercantiles como hoteles, plazas de mercado, etc. En cuanto a los residuos de domicilio estos se generan en actividades realizadas en las viviendas, muy diferente a los residuos agrícolas que se generan por la crianza de animales y producción de cultivos y árboles. No obstante, también están los residuos industriales que dependerá mucho del tipo de industria para que estos sean tratados son generados a partir de los procesos y equipos usados en las instalaciones.

### 2.2.2. Residuos agroindustriales

Están considerados todos aquellos materiales líquidos o sólidos de naturaleza orgánica que son un derivado generado del consumo directo de productos primarios o de su industrialización y que después de la pos cosecha no tienen un valor (Widiarto *et al.*, 2016, p. 2).

La producción de estos residuos ha generado gran controversia debido a que esta actividad es fundamental en la alimentación pero así mismo es una fuente de gran contaminación debido a que la materia no es totalmente aprovechada, según Cury R *et al.* (2017, p. 2) son alrededor de 155 billones de toneladas generadas por año y de este total apenas una mínima porción es consumida de forma directa por el hombre y los animales. Para (Bioplastics, 2018) si bien la agroindustria es un sector primordial los residuos que genera no son bien tratados lo que ocasiona una fuerte contaminación

ambiental, dentro de estos se considera las emisiones de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), aguas y lodos residuales y como principal residuo el material lignocelulósico.

Para Vargas Corredor y Pérez Pérez (2018, p. 2-9) la composición química de los residuos está dada por el origen y el proceso que tuvo el residuo sin embargo estos residuos en su mayoría son materiales lignocelulósicos los cuales contienen celulosa, lignina y hemicelulosa como componentes principales.

### ***2.2.3. Residuos agroindustriales en el Ecuador***

El sector agroindustrial en Ecuador es primordial en su economía y también en el aspecto alimentario de la nación pero así mismo es uno de los que mayor cantidad de residuos genera. La gestión, manejo y control de estos residuos es escasa y no es muy clara, por ende no se ha generado una cantidad considerable de estadísticas y estudios concretos de la composición y características que tienen, es así que en su industrialización para obtener diferentes productos tales como zumos, frutas en almíbar, jugos, etc., solo son aprovechados alrededor del 40 a 50% del total de la materia prima siendo el resto los desechos que no generan un valor, pero que tiene características únicas para ser fuente de nuevos materiales y sustancias de interés industrial (Gavilanes, 2016, pp. 43-45).

La gran ventaja de los residuos agroindustriales es que en su composición se encuentran sustancias de gran valor para cambiar la contaminación que generan los materiales provenientes del petróleo, es así que las sustancias de mayor interés son la celulosa, hemicelulosa y lignina por sus propiedades y aplicaciones en las industrias, esto se detalla por el tipo de constituyente y lo que produce.

Los Extractivos generan líquidos orgánicos, gases no condensables como CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>. En cuanto a la Hemicelulosa produce líquido orgánico y gases no condensables similares a los extractivos, pero adicionalmente se produce agua.

La Celulosa y Lignina no son muy diferentes a los anteriores, para el primero se produce líquido orgánico, gases no condensables (CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>) adicionalmente sólidos carbonosos y agua, para el segundo de igual manera produce líquido orgánico, gases no condensables (CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>) y sólidos carbonosos. Finalmente, los materiales inorgánicos producen ceniza (Baray-Guerrero *et al.*, 2019, p. 2).

#### ***2.2.3.1. El maíz***

El origen del maíz se ha investigado durante años llegando a la conclusión de que hace más de 7000 años se originó en México como una gramínea silvestre llamada Teosinte aunque también hay indicios de su existencia en varias partes de Centroamérica especialmente en Haití y Cuba. Etimológicamente la palabra maíz se encontraba en el idioma extinto tahíno como mahís o majis

que significaba “fuente de vida” o también traducido como “el sustento de la vida”, que se encontraba en las islas caribeñas de Haití (Acosta, 2009, p. 2).

En el Ecuador el maíz es un alimento que se desarrolló hace 6500 años, es de suma importancia junto con el arroz, cacao, banano, etc. Además, en su mayoría es de color amarillo con un 60-75% participa en las dietas de animales. La planta de maíz puede llegar a medir cerca de 2,5 metros de altura pero este dato es relativo debido a que pueden llegar a crecer hasta 5,5 metros esto dependerá del clima, propósito y tipo de maíz cultivado, sus hojas son muy lanceoladas y pueden llegar a medir hasta 1,2 metros de longitud y 9 centímetros de ancho (Sánchez Ortega, 2014, pp. 2–3).

A nivel territorial la provincia que más aporte tiene en el cultivo de maíz es la provincia de Los Ríos con un 38,56% mientras que la provincia con menor aporte es Sucumbíos con 1,53%, el maíz es un producto que se lo utiliza en varios platillos en la mesa ecuatoriana los alimentos mayormente preparados son los tamales, quimbolitos, diferente preparación del mote, tortillas y algunas bebidas como la bebida de morocho, champús, colada morada, etc. (INEC- ESPAC, 2019, pp. 16–17).

Para Estrada y Méndez (2016, p. 2) el maíz es el cereal con mayor producción en el mundo destinado a la industria de alimentos tanto animal como humana pero esto en cuanto al grano mas no se considera al rastrojo que se genera de este cultivo y además a nivel bibliográfico se ha estudiado a la semilla y al grano pero no se ha considerado caracterizar a este residuo que comprende tallo y hojas por lo que no hay mayores datos sobre la composición físico-química del rastrojo de maíz.

#### 2.2.3.2. *Taxonomía del maíz*

Para Sánchez Ortega (2014, p. 1-2;10-11) en un inicio los géneros *Zea* y *Euchlanea* eran diferentes pero con el tiempo y varios estudios se dieron cuenta que tenían varias similitudes. Solo *Zea mays* es considerada como una especie de importancia económica y que está bien estudiada.

<b>Reino:</b>	Plantae
<b>División:</b>	Magnoliophyta Cronquist, Takhtajan y W.Zimmermann, 1966.
<b>Clase:</b>	Liliopsida
<b>Orden:</b>	Poales Small 1903
<b>Familia:</b>	Poaceae Barnhart
<b>Género:</b>	<i>Zea</i>
<b>Especie:</b>	<i>Mays</i>
<b>Nombre científico:</b>	<i>Zea mays</i> L.

### 2.2.3.3. *Características botánicas*

Según Guacho Abarca (2014, p. 15-16) el maíz presenta características botánicas como:

#### a. Raíces

Son parte fundamental debido a que su función principal es la de absorber nutrientes del suelo que serán necesarios para el desarrollo de la planta, las raíces pueden ser de dos clases, raíces de corona que son las que están a nivel del suelo y raíces aéreas que son aquellas que están sobre el suelo o sobresalen del suelo.

#### b. Tallo

Su función es la de sostener las demás partes de la planta de maíz, puede llegar a alcanzar una altura aproximada de 3 metros. A su vez cuenta con 3 partes que son: epidermis exterior (capa transparente impermeable), pared (capa dura y leñosa), y la médula (tejido blanco y esponjoso).

#### c. Hojas

Su crecimiento es aparentemente lento y se generan alrededor de 16 a 22 hojas, pueden llegar a medir hasta 10 pies de alto. Las hojas crecen de manera alternada en la planta y con una ligera inclinación hacia abajo.

#### d. Inflorescencia

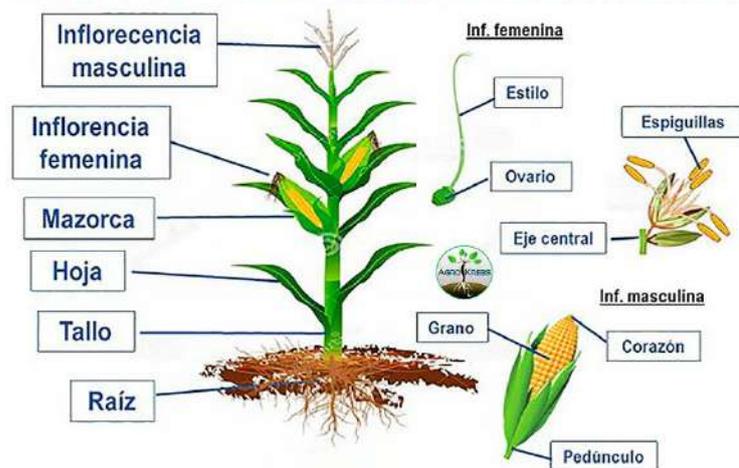
Tiene dos géneros uno masculino que se localiza en la parte superior de la planta, también conocida como espigas o panícula su función es la de suministrar el polen a la mazorca.

La inflorescencia femenina se encuentra en las yemas axilares de las hojas de la planta, son espigas con una forma cilíndrica y flores en la parte superior aquí se germina el polen.

#### e. Mazorca

Es el fruto de la planta de maíz formada por: los granos (parte comestible), la cáscara o chala (hojas que protegen los granos de maíz), pedúnculo (une el fruto con la planta) y el corazón (van insertados los granos de maíz).

# MORFOLOGÍA DEL MAÍZ



**Figura 2-2:** Partes de la planta de maíz

Fuente: (AGROKREBS, 2020).

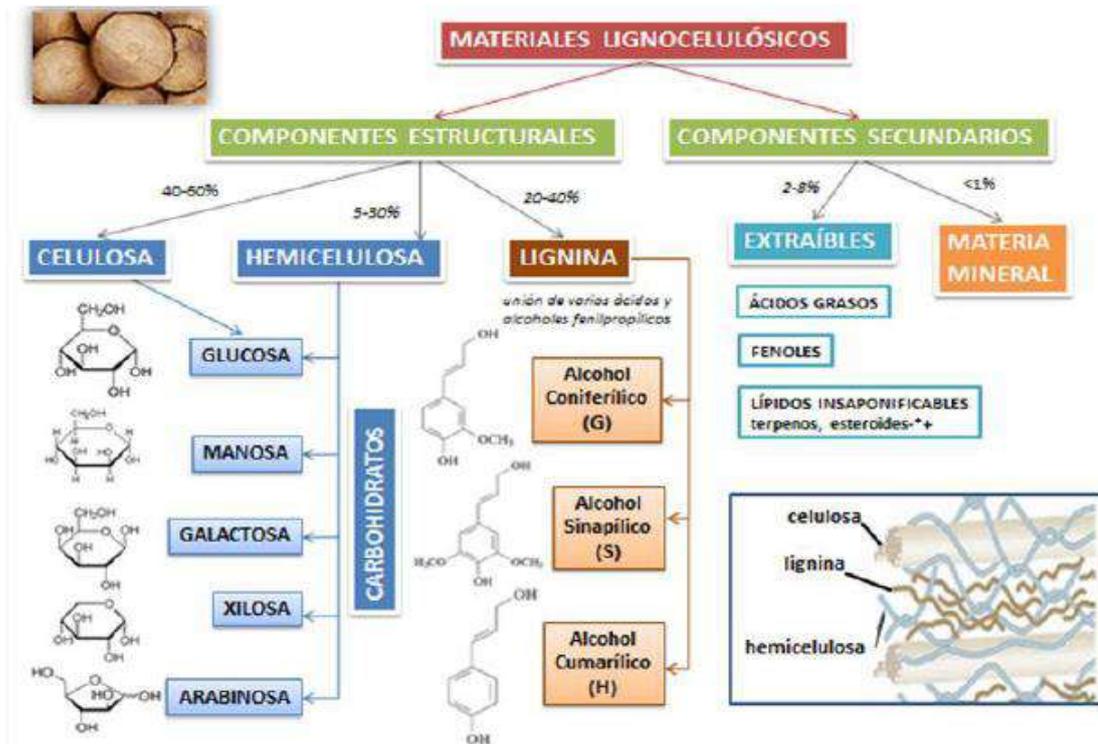
Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

## 2.2.4. Material Lignocelulósico

En la actualidad los materiales lignocelulósicos son la materia prima más estudiada y de gran interés debido a su fuente de obtención y además de que es un recurso natural, abundante en la naturaleza y degradable debido a que se genera después de retirar la parte alimenticia del cultivo, pero lastimosamente en países tercermundistas estos materiales se tienden a eliminar por medio de la quema mientras que en países desarrollados son de gran apreciación para el funcionamiento de sus industrias modernas (Anwar, Gulfranz and Irshad, 2014, pp. 1–2).

Para Cortes (2014, p. 2-3) la biomasa lignocelulósica está compuesta por materia seca vegetal que proviene de árboles, plantas, la agricultura y desechos de animales que pueden ser convertidos en energía. Mientras que para Castillo et al. (2012, p. 2) la biomasa solucionará problemas no solo de energía sino también de materias primas para las nuevas industrias, así se convertirá en una fuente limpia para obtener energía renovable y generar químicos.

A la materia lignocelulosa se la ha considerado como una gran fuente de energía debido a varias rutas de conversión que tiene, además la constituye la celulosa, hemicelulosa y lignina que pueden usarse de distinta manera para generar productos o sustancias de interés. Tanto la celulosa como la hemicelulosa son más propensas a la oxidación que la lignina pero altamente hidrolizables en ácidos (Cortínez, 2010, pp. 12; 21–23).



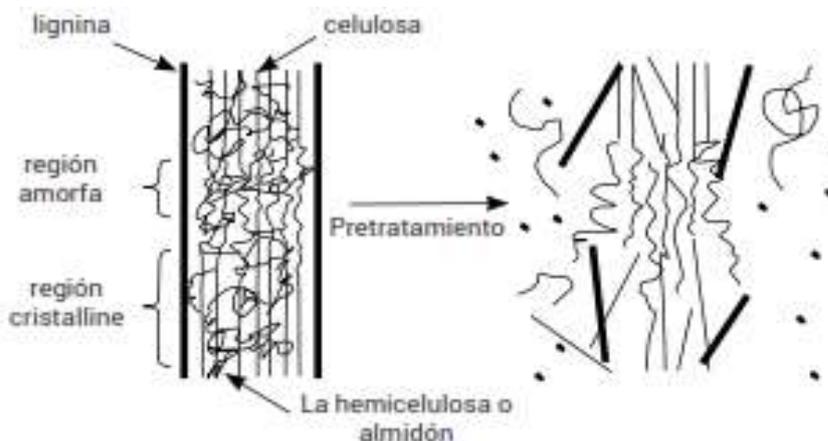
**Figura 3-2:** Productos del material lignocelulósico

Fuente: (Pérez Riesgo, 2016).

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### 2.2.4.1. Estructura de la biomasa lignocelulósica

Esta biomasa se compone de 3 tipos de polímeros que son la celulosa, hemicelulosa y lignina; cada uno de estos polímeros está presente en diferentes porcentajes, la celulosa entre 15-30%, la hemicelulosa 40-60%, lignina 10-30%, pero todo esto dependerá del tipo de biomasa, estos componentes pueden obtener productos de mayor valor (Baray-Guerrero *et al.*, 2019, p. 2).



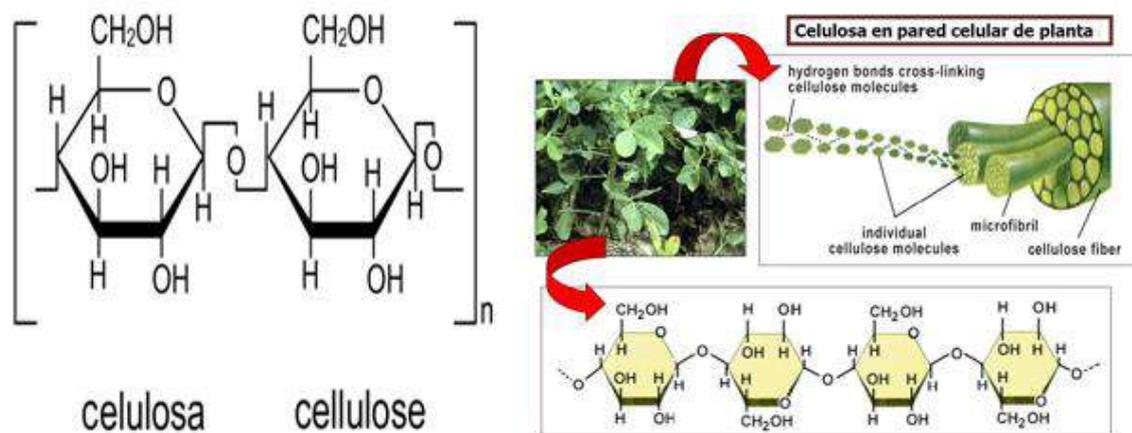
**Figura 4-2:** Estructura de la biomasa lignocelulósica

Fuente: (Cortes, 2014).

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### 2.2.5. Celulosa

La palabra celulosa proviene del latín “Cellula” que significa celda pequeña seguida del sufijo “osa” que hace referencia a la gran variedad de azúcares o carbohidratos como la ribosa, arabinosa, sacarosa, etc. Del total de producción mundial de celulosa apenas el 10% es extraído de plantas, pastos, bagazo de caña de azúcar, rastrojos agroindustriales, linos, etc. y el 90% se extrae de árboles lo que nos da una idea del potencial que podría tener la obtención de este polímero aprovechando residuos que en su mayoría no tendrían una utilidad (Ramírez, 2019, p. 29). La celulosa al ser un polímero lineal conformado por la unión de enlaces 1-4  $\beta$ -glucosídicos es uno de los componentes más importante de la pared celular de árboles y plantas debido a que desempeña una función estructural además de tener un grado de polimerización variable entre 500 y 1500 unidades, las capas de celulosa al estar unidas forman paquetes de celulosa que tienen peso molecular variable, de fórmula empírica  $(C_6H_{10}O_5)_n$ ; donde n puede tener un valor mínimo de 200, según de donde proceda el contenido de celulosa varía (Estrada Cruz, 2017, p. 1).



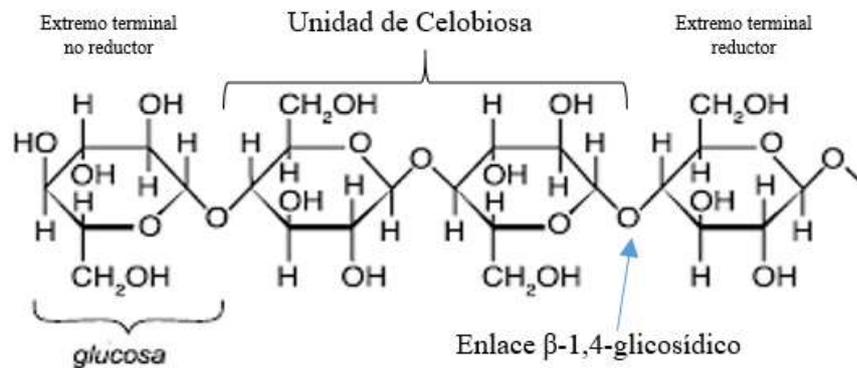
**Figura 5-2:** Estructura de la celulosa

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

#### 2.2.5.1. Características de la celulosa

La celulosa es una macromolécula conformada por millones de unidades de glucosa y es de las materias más biocompatibles y renovables, es producida por árboles, plantas, la mayoría de frutas y hortalizas así como también por algunos microorganismos como algas (*Valonica ventricosa*, *Halicystis*) hongos y bacterias (*Acetobacter xylinum*), es muy resistente e insoluble al agua debido a la variedad de puentes de hidrogeno que están entre los distintos grupos hidroxilo, tiene una densidad aproximada de  $1,50 \text{ g/cm}^3$ , la celulosa puede ser combustible cuando reacciona con oxidantes fuertes de manera exotérmica, al presentar un ordenamiento estructural sus grupos

hidroxilos generan fuertes conexiones intermoleculares lo que provoca estructuras cristalinas también conocidas como microfibrillas. Los grupos –OH serán una fuente para las modificaciones químicas como la esterificación (M.C. Pech Cohuo, 2018, pp. 23–24).



**Figura 6-2:** Enlaces de la molécula de celulosa

Fuente: (Keller, 2019).

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

#### 2.2.5.2. Usos de la celulosa

Los materiales lignocelulósicos han sido aprovechados en la industria del papel debido a su alto contenido en celulosa, pero en los últimos años se ha incrementado el interés por los usos que se le puede dar tales como en la generación de biomateriales compuestos, generación de bioetanol, para obtener fibras textiles (rayón). La celulosa con fibras largas se usa principalmente para dar resistencia a las cartulinas y papeles, mientras que la de fibra corta le da suavidad y relleno (Castillo *et al.*, 2012, pp. 5–7).

En la actualidad también se ha empezado a investigar las grandes propiedades que puede proporcionar a la industria farmacéutica y la medicina debido a su alta fuerza mecánica en estado hidratado, permeabilidad a gases y líquidos, escasa irritación dérmica (sustituto de piel en quemaduras), en la industria de alimentos como fibra dietética y aditivos alimenticios, en la industria de refinación como material para absorción de toxinas y aceites (Pacheco *et al.*, 2004, pp. 2–5).

#### 2.2.5.3. Cristalinidad

La cristalinidad de la celulosa dependerá mucho del tipo de celulosa y los polimorfos que se generan encontrándose así a:

Celulosa I o nativa: cuando las microfibrillas se encuentran de forma paralela, generalmente es la que se encuentra en la naturaleza, aquí se encuentran dos tipos de estructuras cristalinas la celulosa  $I\alpha$  y  $I\beta$ .

La celulosa  $I\alpha$  producida por bacterias y algas mientras que la celulosa  $I\beta$  generada por plantas diferenciadas por los enlaces hidrogeno y conformación molecular. Para (Ramírez, 2019, pp. 31–33) la celulosa  $I\alpha$  es triclinica y está constituida por cadenas paralelas mientras que la  $I\beta$  es monoclinica y contiene dos cadenas independientes que son paralelas.

En otras palabras la principal diferencia entre la celulosa  $I\alpha$  y  $I\beta$  es la organización de las cadenas y además los espectros infrarrojos (FTIR), las bandas que están en  $3240\text{ cm}^{-1}$  y  $750\text{ cm}^{-1}$  fueron asignadas a la celulosa  $I\alpha$ , en tanto que las celulosa  $I\beta$  tiene bandas que están en  $3270\text{ cm}^{-1}$  y  $710\text{ cm}^{-1}$  que pertenecen a las vibraciones de estiramiento del enlace O-H y flexiones fuera del plano (Herrera and Bonilla, 2019, p. 5).

Celulosa II: para este tipo de aloforma las microfibrillas están de forma anti paralela es producida por la bacteria *Gluconacetobacter xylinum* y por algas, se puede obtener también mercerización con solución básica de la celulosa I, esta altera la estructura química de la fibra produciendo una estructura polimorfa de celulosa-beta termodinámicamente mucho más estable (Liñan, 2016, pp. 18–20).

Existen otros polimorfos que se generan a partir de las celulosas I y II mediante tratamientos químicos por ejemplo la celulosa III es generada mediante amoníaco mientras que los polimorfos de celulosa III<sub>t</sub>, IV<sub>t</sub>, IV<sub>tt</sub> estarán sujetos a tratamientos térmicos de  $206^{\circ}\text{C}$  en glicerol o algunas aminas.

### **2.2.6. Aislamientos de Celulosa**

Para obtener la celulosa se tiene que deslignificar la materia a usar, esto significa remover o eliminar la lignina y otros componentes existentes (esto debido a que la lignina tiene como función mantener unidas las fibras de celulosa con la pared celular), para lo cual se realizará mediante procesos mecánicos (alrededor del 24% a nivel mundial) o químicos (alrededor del 76% a nivel mundial) los cuales darán un tipo distinto de celulosa para diferentes aplicaciones (M.C. Pech Cohuo, 2018, p. 25).

#### **2.2.6.1. Celulosa mecánica**

Es la que se puede obtener después de una serie de operaciones unitarias como la molienda y trituración que estará sometida a presiones muy altas y temperaturas alrededor de los  $140^{\circ}\text{C}$  (temperatura de transición vítrea de la lignina). Se caracteriza por su alto rendimiento entre 85 y 90% además de que tienen un alto consumo energético.

### 2.2.6.2. Celulosa química

En la celulosa química la lignina es removida casi en su totalidad por acción de agentes químicos, dependiendo de los medios estos son básicos o ácidos entre los más importantes está el proceso al sulfato, al sulfito y mediante sosa.

Para Herrera y Bonilla (2019, p. 28) estos tres métodos son los más utilizados además de obtener buenos resultados pero el más contaminante de los tres es el proceso al sulfato debido a las sustancias generadas al terminar la hidrólisis o deslignificación.

a.- Proceso Kraf o al sulfato: es una solución de NaOH y sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) la cual se realizará a temperaturas entre  $160^\circ\text{C}$  y  $180^\circ\text{C}$  por un tiempo de 4 a 6 horas obteniendo pulpas de color oscuro debido a la presencia de sulfuros. Puede generar contaminantes tóxicos como dioxinas, furanos y compuestos organoclorados donde la capacidad de biodegradabilidad es sumamente baja (Jiménez Muñoz et al., 2017 p. 3-4).

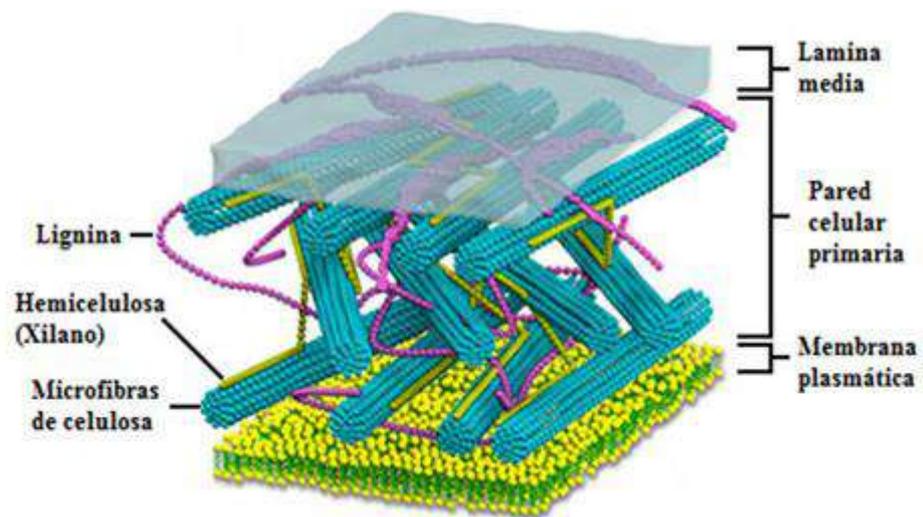
b.- Proceso al sulfito: tratamiento con una disolución de ácido sulfuroso ( $\text{H}_2\text{SO}_3$ ) y bisulfito de calcio ( $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ ), esta cocción tendrá temperaturas entre  $128^\circ\text{C}$  y  $180^\circ\text{C}$  con pulpas de alto rendimiento y altos costos de operación.

c.- Proceso a la sosa: las fibras tendrán una cocción a temperaturas de  $120^\circ\text{C}$  y  $170^\circ\text{C}$  en una solución de hidróxido de sodio (NaOH) de concentración variable (aproximadamente entre 4 y 6%). Este proceso emplea temperaturas de digestión bajas a comparación de los anteriores.

### 2.2.7. Hemicelulosa

Es un grupo de cadenas cortas y ramificadas de azúcares: pentosas, hexosas y ácidos de los azúcares (conocidas como grupo de heteropolímeros), se caracteriza por tener una estructura amorfa e hidrofílica lo que la hace más fácil de degradar respecto a la celulosa cuya función principal es la de conectar tanto a la celulosa como a la lignina, además de dar endurecimiento a las paredes celulares secundarias y los grupos hidroxilo que se encuentran en los azúcares constituyentes pueden ser sustituidos por grupos acetilo (Sáez Padilla, 2010, pp. 80–81).

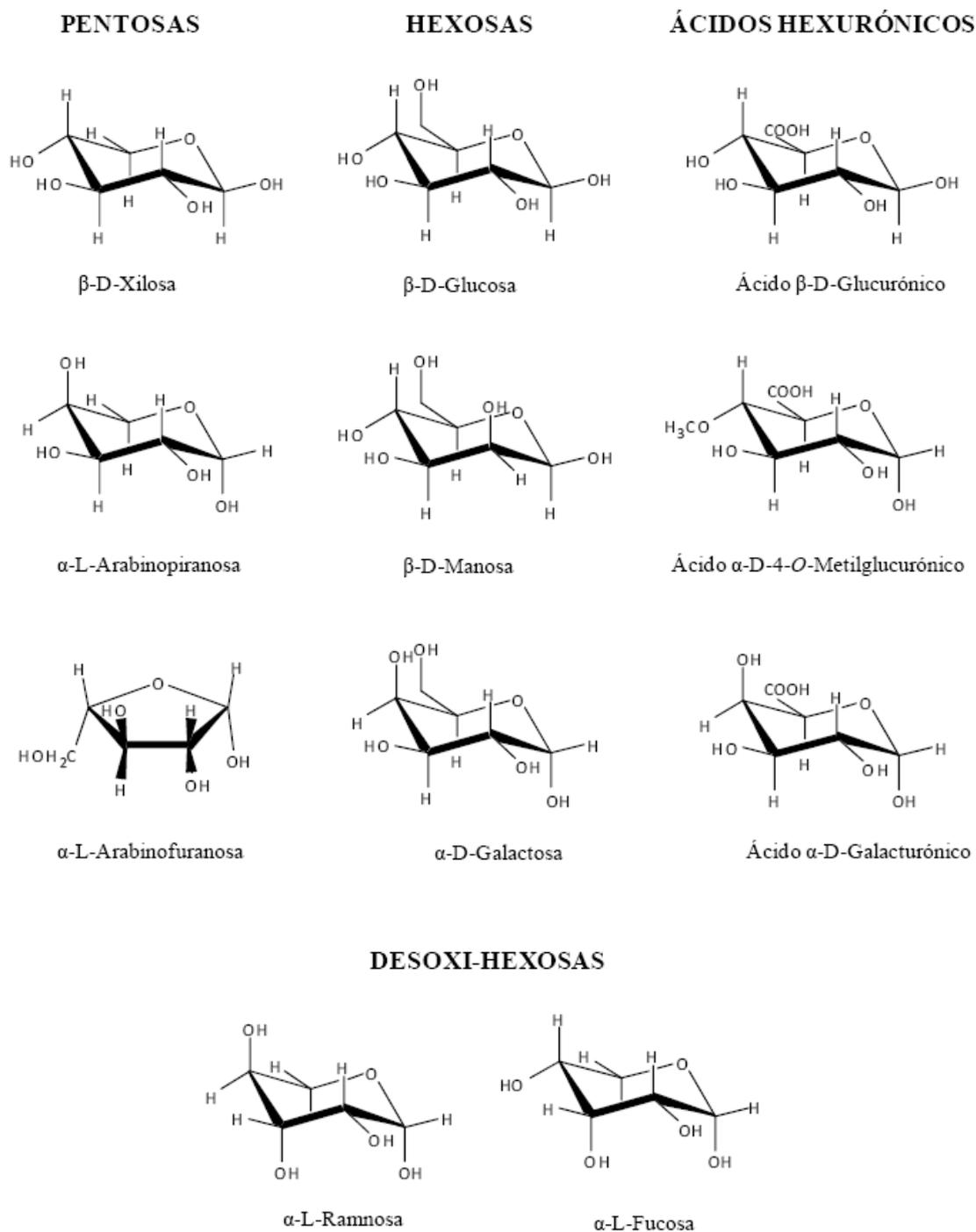
La hemicelulosa es un polímero de masa molecular mucho menor a la celulosa así también tiene un grado de polimerización menor al de la celulosa además sus puentes de hidrógeno son menos eficaces lo que provoca un mayor ataque por parte de reactivos químicos, en ella predomina la estructura amorfa, al poseer azúcares (pentosas y hexosas como la xilosa, arabinosa y galactosa) es una sustancia muy estudiada para la obtención de alcohol fermentado en la industria de la biotecnología (Natagaima Gómez, 2018, pp. 32–35).



**Figura 7-2:** Localización de la hemicelulosa en la pared celular

**Fuente:** (Alimentos de Origen Vegetal, 2015).

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.



**Figura 8-2:** Monómeros de la hemicelulosa

**Fuente:** (Gutiérrez Suárez, del Río y Bolaños Guzmán, 1983).

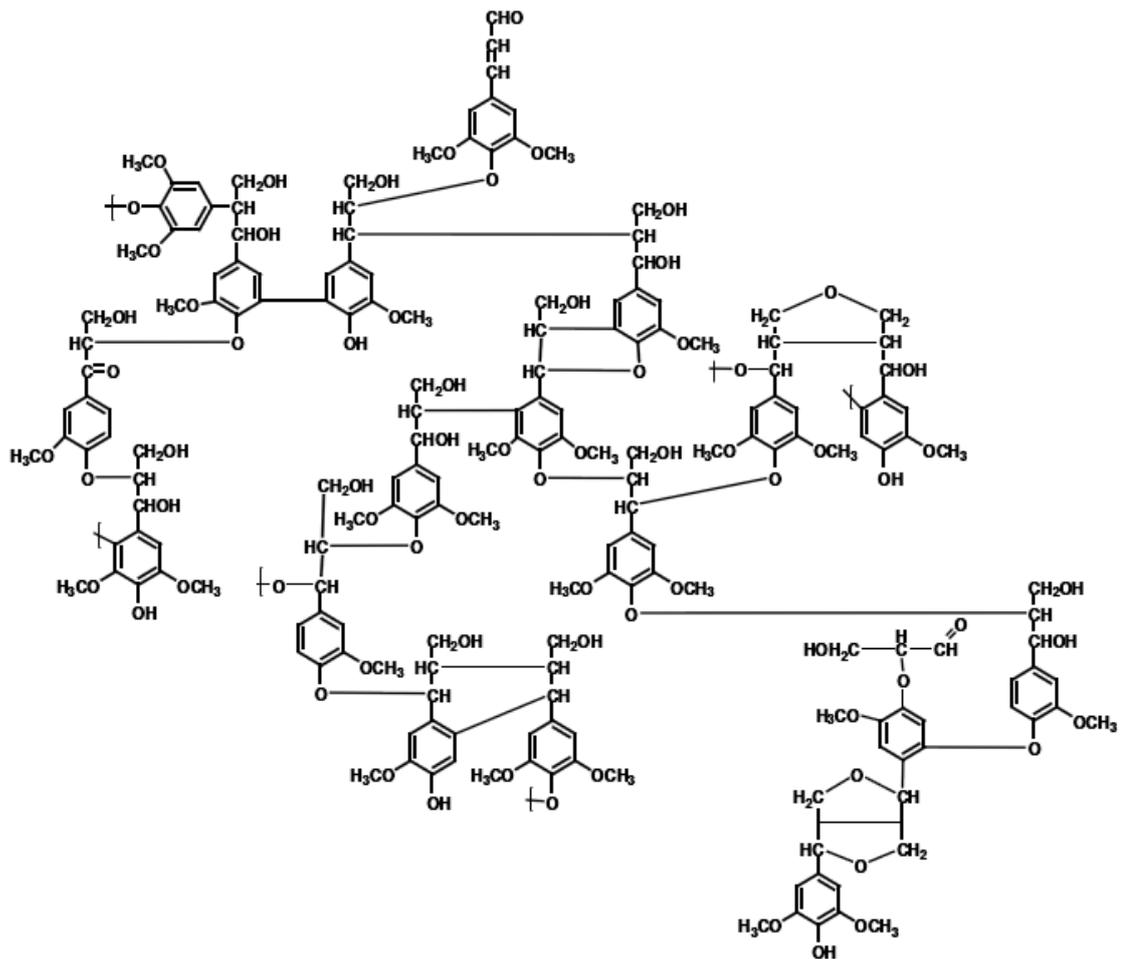
**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### 2.2.8. Lignina

La lignina también conocida como fracción polifenólica es el tercer polímero más abundante del planeta después de la celulosa y hemicelulosa, que se sintetiza durante el crecimiento secundario

de las plantas mediante el proceso de la fotosíntesis, el objetivo principal es la de actuar como una especie de pegamento entre la hemicelulosa y las fibras de celulosa. Encontrándose así tejidos especializados en dar sostén, impermeabilidad, rigidez, protección contra la desecación y resistencia contra el ataque microbiano (Cortes, 2011, p. 3).

Tiene varios tipos de enlaces lo que la hace una macromolécula con estructura tridimensional irregular, está presente entre un 10-25% en especies de coníferas y entre 18-35% en especies frondosas. La lignina además de unir a la hemicelulosa y las fibras de celulosa tiene funciones de transportar agua y nutrientes a la macromolécula, es una fibra no polisacárida, esta se encuentra en la pared celular primaria en el espacio intercelular (Mansouri, 2007, pp. 1-7).



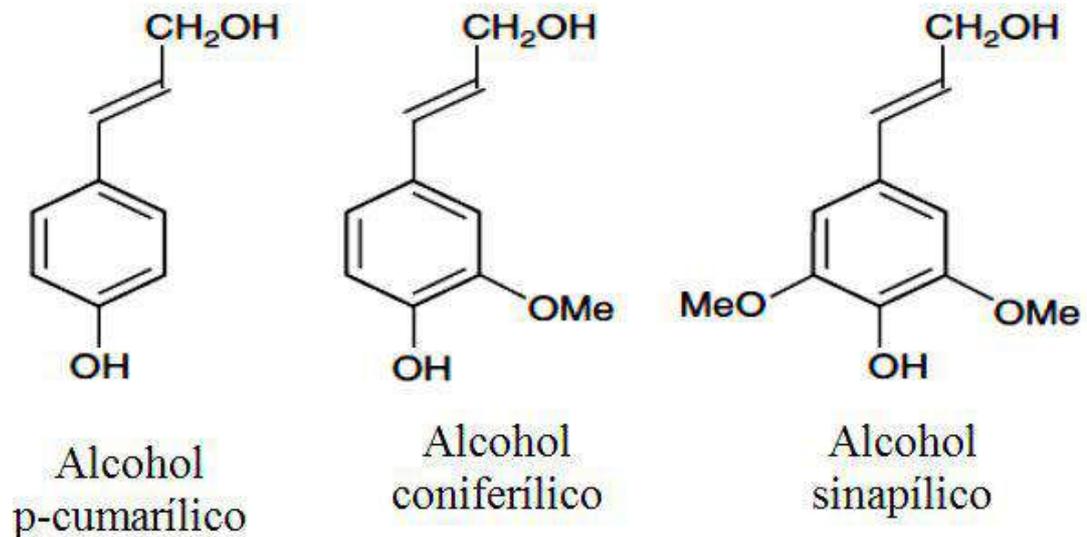
**Figura 9-2:** Estructura de la Lignina

Fuente: (Suárez Forero, 2017).

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

La lignina es insoluble en agua pero soluble en álcalis fuertes como el hidróxido de sodio, ópticamente inactiva usada tradicionalmente como sustancia combustible en el sector industrial de la pasta celulósica y papel, además seca la lignina es vendida para ser usada como reactivo para productos poliméricos en la industria química. La molécula de lignina presenta un peso muy

elevado esto debido a la unión de varios ácidos y alcoholes fenilpropílicos (cumarílico, coniferílico y sinapílico) (Gellerstedt and Henriksson, 2008, pp. 1–3).



**Figura 10-2:** Alcoholes fenilpropílicos de la Lignina

**Fuente:** (Torres Ramos *et al.*, 2015).

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### 2.2.9. Nanotecnología

La nanotecnología es un campo que tiene gran interés en la manipulación y control a una escala atómica, molecular y supramolecular, ha tomado gran importancia en todo el mundo por la gran variedad de perspectivas en campos como la medicina, construcción, textiles, componentes electrónicos, envasados de alimentos. Con gran interés ha estudiado más a profundidad la ciencia de materiales debido a la importancia que estos han adquirido para la conservación del medio ambiente y preservación de alimentos así también el aprovechamiento de fibras naturales de origen vegetal que son generadas por toneladas como residuos agroindustriales generarían una alternativa a los polímeros sintéticos (Suárez Forero, 2017, p. 1465).

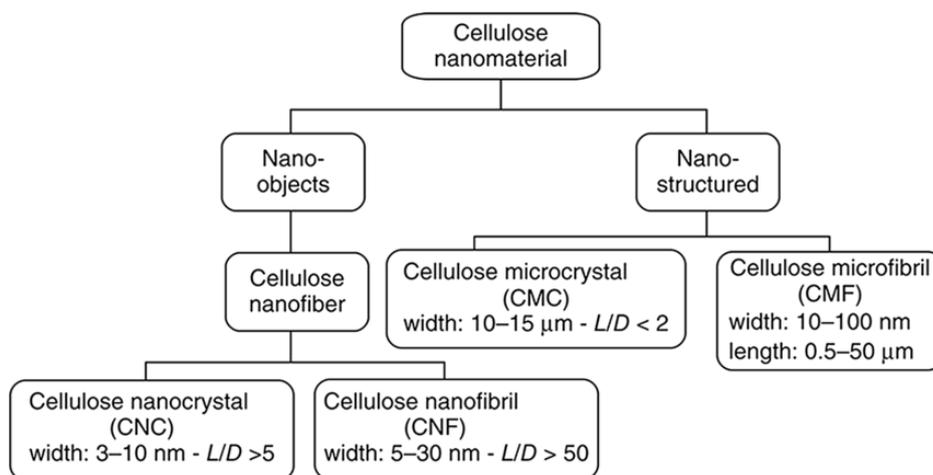
Los nanomateriales tienen propiedades diferentes a las que se presentan a macroescala además de alta energía superficial, contienen partículas con una o más dimensiones a nanoescala, es decir, a partir de 1 a 100 nanómetros. En las biopelículas se ha encontrado que tienen malas propiedades mecánicas lo que puede ser resuelto al incorporar a sus formulaciones nanomateriales que puedan corregir las propiedades mecánicas deficientes (Costa *et al.*, 2015, p. 288).

### 2.2.10. Introducción a la nanocelulosa

Durante las dos últimas décadas los nanomateriales que provienen de celulosa han sido de gran interés para la comunidad científica. Las fibras naturales provenientes de fuentes sustentables y los materiales compuestos formados por nanocelulosa pueden ser empleados en la obtención de materiales funcionales avanzados, envases biodegradables, biopelículas, aerogeles porosos y hasta en componentes electrónicos esto se da porque llama mucho la atención por sus diversas propiedades como alta rigidez, alta resistencia específica y alta área de superficie. Con estas propiedades de la nanocelulosa se ha podido extender mucho más en las aplicaciones industriales que tendría y el beneficio que aportaría debido a que su materia prima es abundante y tiene una mínima contaminación (Phanthong *et al.*, 2017, pp. 2083–2084).

Los nanocompuestos que llevan integrados la NC generalmente obtienen mejoras muy significativas en las propiedades térmicas y mecánicas a comparación de los polímeros puros o compuestos convencionales esto debido a las ventajas que aporta como su módulo de elasticidad (aproximadamente 150 GPa), su baja densidad (alrededor de 1,566 g/cm<sup>3</sup>), alta biocompatibilidad y biodegradabilidad y su bajo costo (Silvério *et al.*, 2013, pp. 427–428).

La nanocelulosa es un material formado por nanofibras de celulosa a una escala nanométrica, es un material estudiado por sus propiedades y la gran abundancia que existe en la naturaleza en su forma natural como celulosa que se puede encontrar en plantas, residuos agroindustriales, la celulosa al someterla a tratamientos físico, químicos o biológicos se puede degradar en estructuras nanométricas obteniéndose así la nanocelulosa que a su vez esta puede tomar la denominación de nanofibras o nanocristales de celulosa dependiendo del tratamiento a la cual haya sido sometida la celulosa (Lozano and Belda, 2020, pp. 11–12).



**Figura 11-2:** Términos para nanomateriales de celulosa

**Fuente:** (Kargarzadeh, Ahmad and Thomas, 2017).

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### ***2.2.11. Diferente tipo de nanocelulosa***

Debido a los diferentes tratamientos físicos, químicos, enzimáticos y hasta incluso una combinación de mas de un tratamiento que se le puede dar a la celulosa como materia prima en la transformación a nanocelulosa esta puede adquirir diferentes propiedades y así tambien diferentes denominación. Bajo la denominación de nanocelulosa podemos encontrar tres tipos distintos de materiales como nanofibras de celulosa (NFC), nanocristales de celulosa (CNC) o tambien denominados celulosa nanocristalina o nanowhiskers de celulosa y nanocelulosa bacteriana (CNB).

#### ***2.2.11.1. Nanofibras de Celulosa***

La terminología de CNF o CMF en ocasiones se utiliza indistintamente en varias literaturas científicas. Las CNF son objetos con regiones alternadas entre amorfas y cristalinas con dimensiones nanométricas (entre 5-30 nm) y que adicionalmente tiene una tercera dimensión en micrones (Ramírez, 2019, p. 12).

Para (Kargarzadeh, Ahmad and Thomas, 2017, p. 11) las CMF son microfibras que se producen mediante refinación mecánica de la pulpa de celulosa purificada lo que significa que las fibras de celulosa estarán sometidas a esfuerzos mecánicos de corte, tienen un ancho de 20 a 100 nm y una longitud de 500 a 2000 nm, las cuales serán utilizadas en la industria de alimentos y cosméticos como agentes espesantes.

La CNF a comparación de la CNC es mucho más simple de obtener debido a que no es necesario aplicar una ruptura química en la estructura molecular de las cadenas de celulosa. Comunmente para la preparación de CNF se utilizan procesos físicos como el pelado, la trituración y homogenización sin embargo no se descartan los métodos químicos como la oxidación TEMPO con una agitación ligera y continua. El diámetro dependiendo del tipo de materias primas puede estar en un rango de 2 a 50 nm (Huang, Dufresne and Lin, 2019, p. 4). A pesar de esto en literatura científica tambien se puede encontrar de 20 a 50 nm de ancho y entre 500 a 2000 nm de largo y la produccion puede realizarse con un pretratamiento químico o enzimático. Mediante la homogenización de alta presión se puede formar geles acuosos, sin embargo la mayor desventaja que tiene es la gran demanda de energía requerida para la desintegración mecánica (Kargarzadeh, Ahmad and Thomas, 2017, pp. 11–12).

#### ***2.2.11.2. Nanocristales de celulosa o Celulosa nanocristalina***

La celulosa nanocristalina son partículas que tienen similitud a una barra o una varilla alargada generadas a partir de la hidrólisis ácida de pulpas de plantas y maderas así como de CMC, CMF

o CNF; es una de las más utilizadas y conocidas generadas principalmente por hidrólisis de varios tipos de ácidos la cual ataca a la parte amorfa de las fibras de celulosa. Según Huang, Dufresne y Lin (2019, p. 3) el diámetro y longitud de los CNC mediante el proceso de hidrólisis ácida variará dependiendo del tipo de ácido, la temperatura, el tipo de materia prima y el tiempo de hidrólisis obteniendo resultados de diámetros entre 10-30 nm y longitudes que van de 200-1000 nm pero para Kargarzadeh, Ahmad y Thomas (2017, p. 12) tanto el diámetro como su longitud dependerán especialmente de las condiciones de extracción es así que las dimensiones geométricas se encuentran en un rango de 5 a 50 nm para el diámetro y de 100 a 500 nm para la longitud. El proceso de hidrólisis se lo realiza con la finalidad de remover, degradar y separar impurezas como ésteres, cera, hemicelulosa, lignina que en muchos de los casos primero se usa una solución alcalina (NaOH) antes de la hidrólisis.

Lo que nos da la idea de la utilización de varios ácidos con diferente resultado, siendo los ácidos más usados el ácido sulfúrico concentrado y el ácido clorhídrico en concentraciones de 6 a 8 M sin embargo también se ha usado el ácido nítrico, de estos reactivos el ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) presenta mejoras en la estabilidad de las partículas nanocristalinas en medio acuoso además de que los CNC obtienen excelentes propiedades mecánicas y una de las características más importantes al tratar con ácido sulfúrico (SA) es la carga negativa de las partículas por acción de los grupos éster sulfatos.

#### 2.2.11.3. Nanocelulosa Bacteriana

La CNB es generada por microorganismos procariontes como: *Gluconacetobacter xylinum* y eucariotes como: algas, hongos, plantas vasculares y animales. Debido al tratamiento esta se sintetiza de manera pura (celulosa pura) obteniendo un diámetro de 20 a 100 nm, enlazados de tal forma que sus redes son muy estables y sus propiedades la hacen aceptable en múltiples aplicaciones industriales como la de papel, textil, alimenticia, farmacéutica, electrónica y textil; entre sus propiedades están: alta pureza, resistencia a la tracción, alto grado de cristalinidad gran capacidad de absorción de agua, capacidad de rehidratación y gran capacidad de biodegradarse (Liñan, 2016, pp. 7-8).

Una opinión similar la tiene Huang, Dufresne y Lin (2019, p. 4) que incluye a especímenes bacterianos como: *Acetobacter*, *Rhizobium*, *Agrobacterium*, *Aerobacter*, *Achromobacter*, *Azotobacter*, *Salmonella*, *Escherichia*, y *Sarcina* y corrobora el diámetro antes descrito, pero el mayor obstáculo para su producción en masa son los elevados costos que se genera y es así que se ha estado investigando estrategias como la fermentación avanzada que aumenten el rendimiento, así como la utilización de jugos de frutas y desechos agrícolas que disminuyan el costo.

**Tabla 4-2:** Distinta nomenclatura de los tipos de nanocelulosa

<b>Tipos de nanocelulosa</b>	<b>Sinónimos en la nomenclatura</b>	<b>Tamaño medio</b>
CNF (nanofibras de celulosa)	Celulosa microfibrilada, nanofibras y microfibras, celulosa nanofibrilada	Diámetro: 2-50 nm Longitud: 500-2000 nm
CNC (nanocristales de celulosa)	Celulosa nanocristalina, cristales de nanocelulosa	Diámetro 5-50 nm Longitud: 200-1000 nm
CNB (nanocelulosa bacteriana)	Celulosa bacteriana, celulosa microbiana, biocelulosa	Diámetro 20-100 nm

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### ***2.2.12. Propiedades de la nanocelulosa***

Como ya se ha descrito anteriormente la NC como material obtenido en una escala nanométrica obtiene propiedades significativas que pueden ayudar a otras sustancias a mejorar sus propiedades mecánicas y térmicas.

#### ***2.2.12.1. Propiedades térmicas***

A nivel general la temperatura de degradación de la NC está alrededor de 290 a 298°C. Las nanofibras de celulosa (NFC) tienen una temperatura de degradación a partir de los 350°C y a comparación de las fibras naturales de celulosa la NFC tiene una menor estabilidad térmica mientras que para los nanocristales de celulosa (CNC) la temperatura de degradación es inferior y está alrededor de los 200 a 300°C lo que dependerá de la velocidad de calentamiento y el tipo de partícula (Troya Ronquillo, 2019, p. 36).

En cuanto a la estabilidad térmica tanto los CNC como los CNF tienen un alto potencial en la modificación de la reología (deformación de un cuerpo) en fluidos de perforación o como aditivos en el agua de inyección. En el caso de la CB cuenta con una estabilidad térmica muy buena debido a la alta cristalinidad y contenido de agua, para los CNC en cambio la estructura cristalina y el empaquetamiento de las cadenas de celulosa hacen que sus enlaces de hidrógeno sean muy fuertes evitando que la celulosa se derrita con facilidad pero los CNC al ser producidos por ácido sulfúrico tiene una menor estabilidad térmica registrándose así temperaturas de 120 a 225°C para su degradación (Campano, 2019, p. 57).

#### *2.2.12.2. Propiedades mecánicas*

Estas propiedades van a depender mucho del tipo de composición química y la madurez de las fibras y los procesos de obtención, el porcentaje de cristalinidad es muy importante para determinar las propiedades mecánicas obteniendo así valores para el módulo de elasticidad de 130 GPa, una densidad de 1.4 a 1.6 g/cm<sup>3</sup>, un esfuerzo a la tracción de 260 MPa (Liñan, 2016, pp. 9–10).

Para Campano (2019, p. 56) en el caso de la CB la resistencia a la tracción está en un rango de 200 a 2000 MPa mientras que el módulo de Young de 15 a 140 GPa esto debido a la alta relación de aspecto de la estructura nanofibrilar. En cambio para los CNC registra valores de resistencia a la tracción en un rango de 7500 a 7700 MPa y con un módulo de Young de 130 a 250 GPa generados por la eliminación de la parte amorfa aumentando los enlaces de hidrógeno entre cadenas de la región cristalina.

#### *2.2.12.3. Propiedades ópticas*

Debido a que las nanofibras están densamente empaquetadas y los intersticios son tan pequeños las películas de nanocelulosa pueden presentarse de forma casi transparente y evitan la dispersión de la luz. Generalmente la espectroscopía UV-visibles se utiliza para determinar las propiedades ópticas y el porcentaje de transmitancia en un intervalo de longitud de onda de 200 a 1000 nm. En el caso de las películas de NC la preparación afecta fuertemente a las propiedades así las que son preparadas de manera mecánica son más densas y no transparentes pero sí translúcidas (Liñan, 2016, p. 10).

#### *2.2.12.4. Otras propiedades*

Una de las características más renombradas de la NC es la cristalinidad, la cual contribuye mucho a las propiedades mecánicas, la cantidad dependerá de las condiciones de producción y de las impurezas que contenga. Otra propiedad que se ha empezado a estudiar con mayor interés es la propiedad de barrera que generalmente se necesita en envases de alimentos pero la permeabilidad se ve afectada a nivel de la nanoescala, a pesar de todo esto no se debe dejar de lado a la propiedad de biocompatibilidad que es la interacción entre el material y los tejidos del organismo (no tiene reacciones alérgicas) que junto con la alta resistencia a la tracción son idóneas para aplicarse en apósitos para curación de heridas e implantes (Hiram, 2019, pp. 22–23).

### ***2.2.13. Métodos de extracción de nanocelulosa***

La nanocelulosa puede ser extraída mediante tratamientos mecánicos, químicos, enzimáticos incluso mediante la combinación de lo antes mencionado. Cada uno de los tratamientos que se apliquen dará una nanocelulosa diferente y tendrán diferentes propiedades.

Para la preparación de CNF o CMF la pared celular de las plantas será sometida a una desintegración mecánica así las fibras celulósicas pasarán a convertirse en nanofibras o microfibras las cuales tendrán diámetros en un rango de 10 a 100 nm esto utilizando técnicas como las siguientes.

#### ***2.2.13.1. Homogenización a alta presión (HPH)***

En esta técnica según Kargarzadeh, Ahmad y Thomas (2017, p. 14) se hace pasar varias veces una suspensión diluida de fibras vegetales (<3%) a través del homogenizador, fuerza la suspensión a través de un orificio estrecho usando un pistón bajo una alta presión de 50 a 2000 MPa. Es utilizada en la producción a nivel de laboratorio o a gran escala de CNF, la alta velocidad de flujo de suspensión genera burbujas de gas que colapsan al instante en que el líquido sale del homogenizador llegando a una presión de aire normal de 100 kPa y rompen la estructura fibrilar de la celulosa.

Uno de los mayores obstáculos que presenta esta técnica se debe a la obstrucción por el tamaño pequeño del orificio de alimentación por tal motivo antes de pasar por el homogenizador se debe realizar una disminución en el tamaño de las fibras lo que se puede realizar mediante un proceso de refinación mecánica o trituración. También está el alto consumo de energía que necesita el homogenizador en este caso lo que se procede hacer es un Pretratamiento químico usando hidrólisis ácida, oxidación o hidrólisis enzimática y por último el daño que se puede generar en la estructura de la CNF.

#### ***2.2.13.2. Microfluidización***

La microfluidización se la utiliza mucho en la industria cosmética, biotecnológica y farmacéutica. Es una técnica con la cual se puede preparar CNF pero también CMF, el microfluidizador opera a velocidades de corte o rotura constante a diferencia del homogenizador que opera a un volumen de procesamiento constante. La presión puede alcanzar niveles tan altos como 40.000 psi (aproximadamente 276 MPa o 2700 bar), al no tener partes móviles en línea se reduce la probabilidad de obstrucciones. La pulpa de celulosa pasa a través de una bomba intensificadora seguida de una cámara de interacción (aquí se colocan microcanales que aceleran la pulpa a altas velocidades) que desestructura las fibras por fuerzas de corte e impactos contra las paredes del

canal. Es necesario al igual que en el homogenizador de repetir el procesos varias veces con cámaras de diferente tamaño (Vallejos, María E.; Area, 2019, p. 42).

#### 2.2.13.3. Molienda

Es una técnica netamente mecánica en la cual las fibras de celulosa son trituradas para obtener fibras nanométricas para esto la celulosa pasa por discos estáticos y giratorios con una velocidad de 1500 rpm, aplicando un esfuerzo cortante a las fibras que dependerán de la distancia de los discos, la morfología y las pasadas para dar una extensión fibrilar. Sin embargo una desventaja es el desgaste de los dientes de los discos que se provoca por el proceso aunque este contratiempo puede ser aceptado debido a que no se requieren pre tratamientos mecánicos adicionales. Uno de los parámetros importantes es el número de pasadas por el triturador o HPH que afecta a las características de los CNF (Kargarzadeh, Ahmad and Thomas, 2017, p. 16).

Otro tipo de técnicas se utilizan en la preparación de CNC también denominados como nanowhiskers los cuales pasarán por tres pasos: el primero es la purificación mediante la eliminación de impurezas (material no celulósico) en la materia prima obteniendo una celulosa aislada y purificada, el segundo paso tiene reacciones químicas como la hidrólisis ácida con el afán de eliminar los contactos cristalinos y separar los dominios amorfos y liberar los CNC y finalmente un tratamiento mecánico (Yadav, Sudesh Kumar. Singla, Rubbel. Guliani, Anika. Kumari, 2016, p. 108).

#### 2.2.13.4. Hidrólisis ácida

Mediante la hidrólisis ácida es posible liberar la CNC, esto ocurre porque los dominios amorfos y los contactos interfibrilares de la celulosa se hidrolizan lo que no ocurre con los dominios cristalinos que permanecen intactos y se podrán aislar como partículas nanocristalinas, esta técnica utiliza ácidos minerales fuertes como el sulfúrico, clorhídrico, fosfórico, maleico, bromhídrico, nítrico y fórmico con una concentración de 6 a 8 M controlando las condiciones de temperatura, tiempo, agitación y relación ácido/celulosa. Para detener la reacción se diluye con agua destilada preferentemente fría y se lava mediante centrifugaciones este proceso se debe repetir hasta eliminar el exceso de ácido o llegar a un pH neutro (Klemm *et al.*, 2018, p. 16).

El uso de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) genera cargas negativas y una estabilidad coloidal en el agua por la adición de grupos semiester de sulfato en las CNC además se ha demostrado que los cambios en la temperatura por más leves que sean afectan a los oligosacáridos afectando a la reología del CNC y las tendencias cristalinas líquidas.

En el caso de Kargarzadeh, Ahmad y Thomas (2017, p. 96-98) ha reportado estudios de como la concentración del ácido influye en el rendimiento por ejemplo, la hidrólisis de celulosa con 64%

en peso de ácido sulfúrico (AS) da un rendimiento para los CNC de aproximadamente 30%, en cuanto a una concentración de 65% en peso de AS el rendimiento se redujo a  $\leq 20\%$  y cuando la concentración del ácido se redujo al 60% en peso se vió un aumento significativo en el rendimiento de CNC teniendo un valor máximo de 65-70%, mientras que si la concentración del AS aumenta a 67% el rendimiento de las partículas es cero debido a que la celulosa hidrolizada no puede regenerarse por la rápida despolimerización ácida y la formación de oligómeros solubles en agua.

Para Börjesson y Westman (2017, p. 7-12) al usar AS hidroliza los enlaces glucosídicos y se difunde en las partes amorfas, cuando la concentración del ácido es de 64% se adhieren grupos sulfato a la superficie del nanocristal. Varios científicos han optimizado el proceso de hidrolización de AS obteniendo como resultado el uso de AS a 64% en peso a 45°C durante 45-60 minutos con agitación constante, así evalúa tres concentraciones diferentes de AS (16%, 40% y 64% en peso) con una relación de ácido/celulosa de 8,75 ml/g y tres temperaturas (45, 65 y 85 °C) con un tiempo de 25 minutos de hidrólisis, para la concentración de AS a 64% fue menor para las tres temperaturas sin embargo el tamaño de cristal, el grado de polimerización (GP) y la cantidad de cristalinidad son excelentes a esta concentración.

#### *2.2.13.5. Hidrólisis con ácidos sólidos*

Para esta técnica Kargarzadeh, Ahmad y Thomas (2017, p. 22) mencionan que un inconveniente que enfrenta la anterior técnica es el alto consumo de energía y productos químicos adicionalmente la corrosión de los equipos y los peligros para la salud y medio ambiente es por eso que sugieren hacer un cambio del ácido líquido por ácidos sólidos que se pueden regenerar usando pos tratamientos y que sirven para realizar varias veces la hidrólisis además de que se obtienen rendimientos del 50%, mayor estabilidad térmica que al usar un ácido líquido, una mínima corrosión en los equipos sin embargo también tiene desventajas como el tiempo prolongado de hidrólisis, la cantidad de ácido a ocupar, baja productividad y la heterogeneidad del proceso debido a que la celulosa tiene un contacto limitado con el reactivo al estar de forma granular.

### **2.3. Planteamiento de las Hipótesis**

#### *2.3.1. Hipótesis General*

- La utilización del material lignocelulósico que proviene de residuos agroindustriales representaría una alternativa sostenible para el desarrollo de nuevos materiales.

### 2.3.2. Hipótesis Específicas

- La caracterización de la materia prima contribuye a la interpretación de la composición del rastrojo de maíz.
- El rendimiento de la biomasa de maíz se estima con diferentes concentraciones de la solución.
- A partir de la celulosa obtenida con un rendimiento eficiente se extraerá la nanocelulosa que servirá de material de refuerzo.
- La caracterización de la nanocelulosa por análisis de SEM y FTIR servirá para la comprobación de la nanocelulosa obtenida y el tamaño en nanómetros y así reforzar materiales biopoliméricos.

### 2.4. Identificación de Variables

**Tabla 5-2:** Identificación de Variables

ETAPAS DEL PROCESO	VARIABLES INDEPENDIENTES	VARIABLES DEPENDIENTES
Caracterización de la materia prima (rastrajo de maíz).	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Cantidad de muestra.</li><li>➤ Humedad</li><li>➤ Ceniza</li></ul>	
Hidrólisis alcalina.	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Tiempo</li><li>➤ Concentración</li><li>➤ Temperatura</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Rendimiento</li></ul>
Hidrólisis ácida.	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Tiempo</li><li>➤ Concentración</li><li>➤ Temperatura</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Rendimiento</li></ul>
Análisis SEM y FTIR para la nanocelulosa.	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Composición química</li><li>➤ Tamaño de las partículas</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Porcentaje de nanocelulosa.</li></ul>

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

## 2.5. Operacionalización de Variables

**Tabla 6-2:** Operacionalización de las variables

TIPO DE VARIABLE	VARIABLE	SUB-VARIABLE	DEFINICIÓN	INDICADORES	INSTRUMENTO DE MEDICIÓN	UNIDADES
INDEPENDIENTE	Rastrojo de maíz	Porcentaje de humedad	Se refiere a la cantidad de agua en un cuerpo.	Porcentaje de humedad	Estufa Balanza analítica de humedad	%H
		Porcentaje de cenizas	Representa el contenido en minerales del alimento; en general, las cenizas suponen menos del 5% de la materia seca de los alimentos.	Porcentaje de ceniza	Reverbero Crisol Mufla Balanza analítica	%C
		Porcentaje de Lignina	Es la cantidad presente en el rastrojo de maíz en base seca.	Porcentaje de lignina	Estufa Balanza analítica Mufla Desecador Reverbero	%Lignina
	Tiempo	Tiempo de reacción para la obtención celulosa	Tiempo requerido para la separación de la celulosa del rastrojo de maíz, mediante hidrólisis básica.	Variación del tiempo	Cronómetro	min
		Tiempo de reacción de la nanocelulosa	Tiempo requerido para la conversión de celulosa en nanocelulosa, mediante hidrólisis ácida.	Variación del tiempo	Cronómetro	min
	Temperatura	Temperatura para la obtención de celulosa.	Temperatura que se logra alcanzar durante el proceso de cocción del rastrojo de maíz.	Diferente temperatura	Termómetro	°C
		Temperatura para la obtención de nanocelulosa	Temperatura que se logra alcanzar durante el proceso de cocción de la celulosa con	Diferente temperatura	Termómetro	°C

			ácido sulfúrico a diferentes concentraciones.			
	Ph	pH de celulosa	Es el pH que corresponde a la celulosa obtenida, después del proceso de lavado con agua destilada.	pH de la muestra	Medidor de pH	>7 ácido <7 básico =7 neutro
		pH de la nanocelulosa	Es el pH que corresponde a la nanocelulosa obtenida, después del proceso de centrifugación con agua destilada	pH de la muestra	Medidor de pH	>7 ácido <7 básico =7 neutro
DEPENDIENTE	Nanocelulosa	Diámetro	Distancia en nm de la base de una forma cilíndrica del cristal de nanocelulosa.		Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	um
		Longitud	Es la distancia en nm de la altura de una forma cilíndrica del cristal de nanocelulosa.		Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	um

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

## 2.6. Matriz de Consistencia

**Tabla 7-2:** Matriz de consistencia

ASPECTOS GENERALES		
Problema General	Objetivo General	Hipótesis General
Debido al aumento de contaminación existente de gases provenientes de la quema de residuos agrícolas, se ha visto la necesidad de reutilizar estos residuos de manera eficiente y que aporten al cuidado del medio ambiente, sin embargo no hay estudios que detallen el correcto procedimiento en la obtención de nanocelulosa de la planta de maíz, lo cual puede ser muy	Obtener nanocelulosa a partir del rastrojo de maíz (zea mays L) mediante hidrólisis ácida.	La utilización de residuos lignocelulósicos que provienen de la industria agrícola pueden representar una alternativa viable para el desarrollo de nuevos materiales y aplicaciones varias para las industrias.

importante para la implementación de métodos de obtención, para de esta forma aportar al desarrollo científico y obtener una nueva generación de materiales y sustancias amigables con el ambiente.				
ASPECTOS ESPECÍFICOS				
Problemas específicos	Objetivos específicos	Hipótesis específicas	VARIABLES DE LAS HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	Técnicas de recolección de datos
<p>No existen suficientes estudios que detallen la composición lignocelulósica para obtener celulosa de la planta de maíz.</p> <p>¿De qué manera se separará eficientemente la celulosa de los demás compuestos presentes en la materia prima?</p> <p>No existen datos bibliográficos sobre el rendimiento de la nanocelulosa debido a su extensa obtención de varias materias prima.</p> <p>¿De qué manera se caracterizará la sustancia obtenida después del tratamiento dado a la celulosa?</p> <p>¿De qué forma se evidenciará la utilidad de la sustancia obtenida durante la investigación?</p>	<p>1. Analizar las características físico-químicas del rastrojo de maíz seleccionado para el estudio.</p> <p>2. Separar de forma eficiente la celulosa de los demás componentes del rastrojo de maíz.</p> <p>3. Determinar el rendimiento de la nanocelulosa respecto a la masa de alimentación en el estudio.</p> <p>4. Caracterizar la nanocelulosa por microscopía electrónica de barrido y FTIR.</p> <p>5. Aplicar la nanocelulosa obtenida en un biopolímero como material de refuerzo para mejorar sus propiedades mecánicas.</p>	<p>H1: La caracterización de la materia prima contribuye en la obtención de celulosa de alta pureza que sea aceptable para la generación de nanocelulosa.</p> <p>H2: A partir de los datos obtenidos anteriormente se utilizará concentraciones, temperaturas distintas para solo obtener celulosa.</p> <p>H3: Mediante el peso del cual se obtuvo la celulosa se procederá a comparar con el de la nanocelulosa y ver el rendimiento que esta tuvo en el transcurso del procedimiento</p> <p>H4: A partir de la sustancia obtenida se utilizará técnicas de microscopía para evidenciar la obtención de la sustancia deseada.</p> <p>H5: Después de haber caracterizado y evidenciado que es nanocelulosa la sustancia obtenida se la utilizará como material de refuerzo para biopolímeros de carácter plastificante o papelero</p>	<p>% Humedad</p> <p>% Ceniza</p> <p>% Celulosa</p> <p>% Lignina</p> <p>Concentración de NaOH</p> <p>Temperatura (°C)</p> <p>Peso (gramos)</p> <p>Composición de la muestra</p> <p>Características de la muestra.</p> <p>Compresibilidad</p> <p>Tracción</p>	<p>Análisis bibliográfico</p> <p>Norma ANSI/ASTM 1977b</p> <p>Manual de nanocompuestos de nanocelulosa y celulosa</p> <p>Cálculos de balance de masa y rendimiento de la reacción</p> <p>Handbook of chemistry and physics.</p> <p>Microscopía electrónica de barrido</p> <p>Espectroscopía infrarroja (FTIR).</p> <p>Equipo de tracción</p>

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

## 2.7. Tipo y Diseño de Investigación

La presente investigación es de tipo exploratoria ya que se centra en el análisis, investigación e interpretación respecto a los datos obtenidos, los cuales pueden ser usados posteriormente como un aporte a la generación de una industria nueva, que sea ecológicamente rentable, aportando al desarrollo del país y generando una economía circular.

### 2.7.1. Tipo de Investigación

- **Método Experimental:** Este método consiste en hacer un cambio en el valor de una variable (variable independiente) y observar su efecto en otra variable (variable dependiente), requiere la intervención de varios elementos como los tecnológicos e instrumentos específicos que nos ayude a la obtención de valores empíricos en el momento de realizar ensayos de caracterización de la materia prima, esto ayudará y facilitará el diseño del procedimiento que se seguirá para poder obtener el producto final con parámetros que estén acordes a lo deseado.

### 2.7.2. Diseño de la investigación

Tomando en consideración que la investigación es experimental y considerando el objetivo de obtener nanocelulosa a partir del rastrojo de maíz (*Zea mays* L). Se va a realizar en tres diferentes etapas. La primera consistirá en la caracterización de la materia prima obtenida mediante un análisis proximal, considerando las partes de las cuales se quiere obtener el producto final. La siguiente etapa es la obtención de celulosa, el rendimiento y su caracterización para lo cual se utilizará microscopía óptica, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y microscopía electrónica de barrido. Y para la última etapa se caracterizará como tal el producto final que será la nanocelulosa mediante microscopia electrónica de barrido y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier. Dentro de los resultados que se obtengan mediante los análisis respectivos se aceptará o rechazará las hipótesis propuestas.

Para la obtención de la celulosa se utilizó el diseño factorial  $3^2$  teniendo como variables independientes a la temperatura y el tiempo de hidrólisis, en cuanto a la conversión a nanocelulosa se utiliza el diseño factorial  $3 \times 2$ , donde las variables independientes son la relación de ácido/celulosa y el tiempo de hidrólisis, mientras que el rendimiento para ambos productos es la variable dependiente.

**Tabla 8-2:** Condiciones de experimentación para la obtención de la celulosa

<b>Temperatura de hidrólisis (°C)</b>	<b>Tiempo de hidrólisis (min)</b>
	60
75	90
	120
	60
85	90
	120
	60
90	90
	120

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 9-2:** Condiciones de experimentación para la obtención de nanocelulosa

<b>Relación ácido/celulosa (ml/g)</b>	<b>Tiempo de hidrólisis (min)</b>
	30
20	25
	30
15	25
	30
10	25

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

Tanto la concentración del ácido como la temperatura de hidrólisis no se consideran variables, debido a que en el apartado 2.2.13 se menciona que las condiciones de temperatura a 45°C y concentración de ácido sulfúrico al 64% son óptimas para obtener porcentajes de cristalinidad aproximadamente de 80-90% y un bajo grado de polimerización.

## 2.8 Unidad de Análisis

La unidad de análisis para la presente investigación es la nanocelulosa del rastrojo de maíz, considerando por separado las hojas y el tallo, la cual será analizada en un microscopio de barrido y un espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier en el cual se realizará el estudio del tamaño de partículas y su estructura, así como los grupos funcionales que pueda contener.

## **2.9. Población de Estudio**

La población de estudio constituirá las muestras y composición del rastrojo de maíz (*zea mays L*) obtenidos en la ciudad de Riobamba, a partir de pequeños cultivos en las localidades y mercados que puedan tener la materia prima.

## **2.10. Tamaño de Muestra**

Para la realización de la investigación se trabajará mediante muestras no mayores a 50 gramos de celulosa obtenida de las partes del rastrojo de maíz (tallo y hojas) del cantón Riobamba, con el fin de obtener resultados confiables. A partir del total de la población se escogerá 3 muestras mediante un muestreo aleatorio simple y se realizará la reacción con tres tiempos diferentes de 60, 90 y 120 minutos con un rango de temperatura para la celulosa de 75, 85 y 90°C y para la nanocelulosa una temperatura constante de 45°C, un tiempo de 25 y 30 minutos y variando la relación ácido/celulosa.

## **2.11. Selección de muestra**

Las muestras para su estudio fueron obtenidas mediante un muestreo aleatorio simple, es decir el rastrojo de maíz se obtuvo de varios lugares de la ciudad de Riobamba como la Hacienda Las Manolas, el mercado de las flores y cultivos cercanos al cantón de Guano.

### **a) Obtención de la celulosa**

La materia prima será seleccionada mediante análisis de contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina. El contenido final deberá ser almacenado en fundas herméticas y manteniendo una temperatura no mayor a la del ambiente.

### **b) Secado de la muestra**

La celulosa deberá pasar por un proceso de blanqueado y secado lo que precisará las condiciones ideales en el desarrollo de la nanocelulosa y su caracterización por SEM y FTIR.

### **c) Adecuación de la celulosa de maíz (*zea mays l*)**

La celulosa deberá pasar por un proceso de hidrólisis ácida la cual nos dará condiciones ideales que facilitarán la obtención y caracterización de la nanocelulosa.

### **d) Condiciones de análisis**

Los análisis serán realizados modificando las variables de estudio, la concentración del hidróxido de sodio será NaOH 5% y la del ácido sulfúrico tendrá un valor de concentración de 64%, la temperatura de secado para la celulosa es de 45-60°C durante 24h y para la nanocelulosa una temperatura de 45°C durante 4h.

## **2.12. Técnicas de Recolección de Datos**

Para la recolección de datos se utilizó bitácoras de investigación, las cuales anotarían observaciones, errores y técnicas empleadas en cada etapa productiva y además los valores de los parámetros que se encuentre en el estudio y deban ser controlados.

El análisis de SEM dará la caracterización morfológica y detectará impurezas en el material de estudio mientras que el análisis FTIR caracterizará la estructura química mediante la identificación de los grupos funcionales que estén presentes en el material de estudio.

### ***2.12.1. Extracción de nanocelulosa***

El proceso para la extracción de nanocelulosa se lo realizó mediante dos pasos: el primero que consistió en la obtención de una pulpa de celulosa proveniente del rastrojo de maíz mediante una hidrólisis alcalina y su posterior blanqueamiento con hipoclorito de sodio, luego de haber obtenido esta pulpa el segundo paso es realizar una segunda hidrólisis pero con ácido sulfúrico concentrado terminado el proceso se centrifuga varias veces y por último se seca la muestra para obtener el producto final y caracterizarlo.

2.12.1.1. Métodos de ensayo para la caracterización fisicoquímica de la materia prima

**Tabla 10-2:** Contenido de humedad y materia seca para el tallo y hojas de maíz.

Materiales y Equipos	Sustancias y Reactivos	Procedimiento	Fórmula de cálculo	Método de ensayo
<ul style="list-style-type: none"> <li>Balanza de humedad</li> <li>Platos de la balanza</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Tallo de maíz molido</li> <li>Hojas de maíz molido</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Encender la balanza de humedad</li> <li>Colocar el plato para muestras dentro de la balanza cerrar y tarar.</li> <li>Pesar la muestra en el plato (1–5 g) y cerrar.</li> <li>Esperar el tiempo determinado por el equipo para obtener el porcentaje de humedad.</li> <li>Retirar la muestra, limpiar el plato y apagar.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Medición directa</li> </ul> <p><b>Ecuación 1.2:</b> contenido de materia seca.</p> $\% \text{materia seca} = 100 - (\% \text{humedad})$	Manual de operación de la balanza de humedad del laboratorio de Química Analítica, ESPOCH.

**Fuente:** Manual de operación de la balanza de humedad del laboratorio de Química Analítica, ESPOCH.

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 11-2:** Determinación de ceniza: método de incineración en mufla

Materiales y Equipos	Sustancias y Reactivos	Procedimiento	Fórmula de cálculo	Método de ensayo
<ul style="list-style-type: none"> <li>Balanza analítica</li> <li>Crisoles de porcelana</li> <li>Mufla</li> <li>Desecadores</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Tallo de maíz molido</li> <li>Hojas de maíz molido</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>En un crisol de porcelana que previamente se calcinó y se llevó a peso constante, coloque 2g de muestra seca.</li> <li>Realizar su calcinación en un reverbero y en la Sorbona</li> </ul>	<p>Ecuación 2-2 ceniza de las muestras</p> $\%C = \frac{P2 - P1}{m} \times 100$	Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH

		<p>hasta que no exista señales de humo.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Transferir el crisol en una mufla y calcínelo a 550°C durante 2 a 3 horas.</li> <li>• Sacar el crisol a un desecador, enfriar y pesar.</li> </ul>	<p>P2: peso del crisol con ceniza en g</p> <p>P1: peso del crisol vacío en g</p> <p>M: peso de la muestra en g</p>	
--	--	--	--	--

**Fuente:** Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 12-2:** Determinación de grasa cruda (bruta): método Soxhlet

<b>Materiales y Equipos</b>	<b>Sustancias y Reactivos</b>	<b>Procedimiento</b>	<b>Fórmula de cálculo</b>	<b>Método de ensayo</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica</li> <li>• Equipo Soxhlet</li> <li>• Reverbero</li> <li>• Estufa</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tallo de maíz molido</li> <li>• Hojas de maíz molido</li> <li>• Éter etílico, éter de petróleo o hexano.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pesar 2g de muestra seca y colocar en un dedal de celulosa.</li> <li>• Introducirlo en la cámara de sifonación</li> <li>• En el balón previamente tarado (registrar peso), adicionar éter etílico la cantidad necesaria dependiendo del tamaño del equipo.</li> <li>• Embonar la cámara de sifonación al balón.</li> <li>• Armar el resto del equipo Soxhlet.</li> <li>• Encender el reverbero, controlar entrada y salida de agua y extraer por 2 a 4h.</li> </ul>	<p>Ecuación 2-3 Grasa de las muestras</p> $\%G = \frac{P1 - P}{m} \times 100$ <p>P1: masa del balón más grasa cruda o bruta extraída en g</p> <p>P: masa del balón de extracción vacío en g</p> <p>m: masa de la muestra seca tomada para la determinación en g</p>	<p>Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH</p>

		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Al terminar, retirar el balón con el solvente más el extracto graso y destilar el solvente.</li> <li>• El balón con la grasa bruta colocar en la estufa por media hora, enfriar en el desecador y pesar.</li> </ul>		
--	--	--	--	--

**Fuente:** Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 13-2:** Determinación de fibra cruda: variación al método descrito (método de Weende)

<b>Materiales y Equipos</b>	<b>Sustancias y Reactivos</b>	<b>Procedimiento</b>	<b>Fórmula de cálculo</b>	<b>Método de ensayo</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica</li> <li>• Estufa</li> <li>• Mufla</li> <li>• Balón esmerilado</li> <li>• Sistema de reflujo</li> <li>• Kitasato</li> <li>• Embudo</li> <li>• Papel filtro o tela de lino</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tallo de maíz molido</li> <li>• Hojas de maíz molido</li> <li>• H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 0,225 N</li> <li>• NaOH 0,225 N</li> <li>• Hexano o Etanol</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pesar en un balón esmerilado de 500 mL la cantidad de 2g de muestra desengrasada y seca (pesar el balón y luego colocar la muestra).</li> <li>• Colocar en el balón 250 mL de solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 0,225 N</li> <li>• Armar un sistema de reflujo con el balón y dejarlo por 30 min a partir de su ebullición.</li> <li>• Pasado el tiempo retirar del reflujo y filtrar.</li> <li>• Lavar con agua caliente el embudo hasta que el pH del líquido sea neutro.</li> </ul>	<p>Ecuación 2-4 fibra de las muestras</p> $\%F = \frac{P1 - P}{m} \times 100$ <p>P1: masa del crisol más el residuo desecado en la estufa en g  P: masa del crisol más las cenizas después de la incineración en mufla en g  m: masa de la muestra seca y desengrasada tomada para la determinación en g.</p>	<p>Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH</p>

		<ul style="list-style-type: none"> <li>• El residuo trasvasar nuevamente al balón aforado con lavados de solución de NaOH 0,225 N hasta un volumen total de 250 mL</li> <li>• Colocar el balón en el equipo de reflujo y calentar hasta ebullición.</li> <li>• Mantener la ebullición por media hora a partir de su ebullición.</li> <li>• Desconectar el sistema, enfriar y filtrar al vacío.</li> <li>• Lavar el vaso y el residuo del papel con 250 mL de agua destilada caliente hasta que el pH del kitasato sea neutro.</li> <li>• Lavar por último con 15 mL de hexano o etanol.</li> <li>• Colocar el residuo en un crisol y llevarlo a una estufa a 105 °C durante toda la noche, luego enfriar en un desecador y pesar.</li> <li>• Colocar el crisol en la mufla a 600 °C por media hora, enfriar en desecador y pesar.</li> </ul>		
--	--	--	--	--

**Fuente:** Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021

**Tabla 14-2:** Determinación de proteína cruda: método de macrokjeldhal

Materiales y Equipos	Sustancias y Reactivos	Procedimiento	Fórmula de cálculo	Método de ensayo
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica</li> <li>• Equipo de macrokjeldhal</li> <li>• Bureta</li> <li>• Soporte para bureta</li> <li>• Erlenmeyer</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tallo de maíz molido</li> <li>• Hojas de maíz molido</li> <li>• K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li> <li>• CuSO<sub>4</sub></li> <li>• H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li> <li>• Ácido bórico</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pesarse 0,5 g de muestra seca e introducirla en el tubo de digestión macrokjeldhal</li> <li>• Añadir 2g de la mezcla catalizadora (1,8g de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 0,2g de CuSO<sub>4</sub>), 20 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado procurando no manchar las paredes del mismo.</li> <li>• Colocar el tubo en el digestor y la bomba de agua, verificar la entrada de agua en las tres llaves y seguir el procedimiento del manual del equipo.</li> <li>• Retirar el tubo frío del digestor y adicionar 25 mL de agua destilada para disolver el contenido que al enfriarse se solidifica.</li> <li>• Colocar el tubo en la parte izquierda del destilador. En la parte derecha del destilador colocar un Erlenmeyer de 500 ml con 50 mL de ácido bórico al 4% y dos gotas de indicador mixto, se observará un color rojo.</li> </ul>	<p>Ecuación 2-5 proteína de las muestras</p> $\%P = \frac{1,4 * f * V * N}{m}$ <p><i>f</i>: Factor para transformar el %N<sub>2</sub> en proteína, y es específico para cada alimento.  <i>V</i>: volumen de HCl o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> N/10 empleado para titular la muestra en mL  <i>N</i>: normalidad del HCl  <i>m</i>: masa en g</p>	<p>Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH</p>

		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cerrar herméticamente la puerta del destilador, conectar el quipo y seguir las instrucciones del POE colocado a un lado del equipo</li> <li>• Al finalizar la destilación lavar el equipo.</li> <li>• Titular el destilado con HCl N/10 hasta observar color rojo.</li> <li>• Calcular el % de N<sub>2</sub> y de proteína.</li> </ul>		
--	--	---	--	--

**Fuente:** Guía del Laboratorio de Bromatología, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021

**Tabla 15-2:** Determinación de Lignina klason

<b>Materiales y Equipos</b>	<b>Sustancias y Reactivos</b>	<b>Procedimiento</b>	<b>Fórmula de cálculo</b>	<b>Método de ensayo</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Balanza analítica</li> <li>• Estufa</li> <li>• Mufla</li> <li>• Refrigerante</li> <li>• Matraz</li> <li>• Papel filtro</li> <li>• pH metro</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tallo de maíz molido</li> <li>• Hojas de maíz molido</li> <li>• H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></li> <li>• Agua destilada</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pesar 1g de muestra (P1) y se mezcla bien con 15 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% y se deja reposar por 24h</li> <li>• Se trasvasa el contenido a un matraz de 1000 mL y se añaden 560 mL de agua destilada para pasar de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% a 3%.</li> <li>• El matraz se conecta a un refrigerante y se mantiene a ebullición durante 4h en una manta calefactora, se deja sedimentar el sólido y se filtra en una placa filtrante, previamente secada en estufa a 105 °C y pesada (P2).</li> <li>• El sólido filtrado se lava con abundante agua destilada caliente hasta que el pH del</li> </ul>	<p>Ecuación 2-6 lignina de las muestras</p> $\%Lig = \frac{(P3 - P2) * (\%Molig) * 100}{P1 * (100 - \%H)}$ <p>% H es el porcentaje de agua respecto a muestra liofilizada y molida.  P1: peso muestra en g  P2: peso muestra seca en estufa en g  P3: peso muestra seca en estufa durante 12h en g  %Molig: porcentaje de materia orgánica</p>	<p>Norma ANSI/ASTM (American National Standard Institute, 1977a).</p>

		<p>agua de lavado no sea ácido, se seca en estufa a 105°C durante 12 horas y se pesa (P3).</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Se toman unos 100 mg del sólido seco y se calcinan en mufla a 430°C durante 24 horas, obteniéndose así su porcentaje en materia orgánica (MOlig).</li> </ul>		
--	--	--	--	--

**Fuente:** Norma ANSI/ASTM (American National Standard Institute, 1977a).

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021

### 2.12.1.2. Métodos de ensayo para la caracterización de los productos de hidrólisis

**Tabla 16-2:** Método para determinar el espectro FT-IR de las muestras de celulosa y nanocelulosa

<b>Materiales y Equipos</b>	<b>Sustancias y Reactivos</b>	<b>Procedimiento</b>	<b>Fórmula de cálculo</b>	<b>Método de ensayo</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Espectrofotómetro IR</li> <li>Instrucciones de uso</li> <li>Pipeta Pasteur</li> <li>Algodón</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Celulosa del tallo y hojas de la planta maíz.</li> <li>Nanocelulosa del tallo y hojas de la planta de maíz</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Encender el equipo y esperar cinco minutos hasta que los parámetros de análisis estén listos.</li> <li>Para iniciar el barrido encender el ordenador y buscar el programa JASCO/SpectraManager y seleccionar Quick-Start.</li> <li>Limpiar con algodón y alcohol el área de muestra (cristal de seleniuro de zinc, soporte y capuchón de tornillo) ubicado en la parte central del equipo.</li> <li>Realizar el Background al verificar la ausencia de sustancia en el área de</li> </ul>	<p>Como resultado las muestras presentaran picos (grupos funcionales) que deben reportarse de manera cualitativa y cuantitativa.</p> <p>En los resultados debe reportarse cualquier condición no especificada en la técnica que pudo influir sobre los resultados.</p>	<p>Manual de operación de Espectrofotómetro Infrarrojo FT-IR del Laboratorio de Química Instrumental, ESPOCH</p>

		<p>muestra, cerrar la tapa del equipo y presionar el botón “Start”.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Realizar el barrido espectral colocando la muestra líquida (2 gotas) o sólida (polvo) sobre el cristal del área de muestra y ajustar el tornillo hasta que muestre fricción, cerrar la tapa y pulsar “Start”.</li> <li>• Procesar el espectro utilizando el programa Spectra Analysis, corregir las escalas, la línea base (ubicar la línea azul cercana a los puntos altos de los picos y seleccionar OK).</li> <li>• Identificar los picos más relevantes, etiquetar los picos automáticamente asignando límites de lectura y presionar Apply o manualmente moviendo la línea azul y dar click en Add. Eliminar los picos menos relevantes seleccionando el número de onda y la opción Delete.</li> <li>• Generar las líneas auxiliares, guardar el archivo seleccionando: File/Save As y guardar el espectro como una imagen y pegar en un procesador de texto.</li> <li>• Desajustar el tornillo de ajuste y limpiar el área de muestra.</li> </ul>		
--	--	--	--	--

**Fuente:** Manual de operación de Espectrofotómetro Infrarrojo FT-IR del Laboratorio de Química Instrumental, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021

**Tabla 17-2:** Método para la observación y caracterización superficial de materiales - SEM

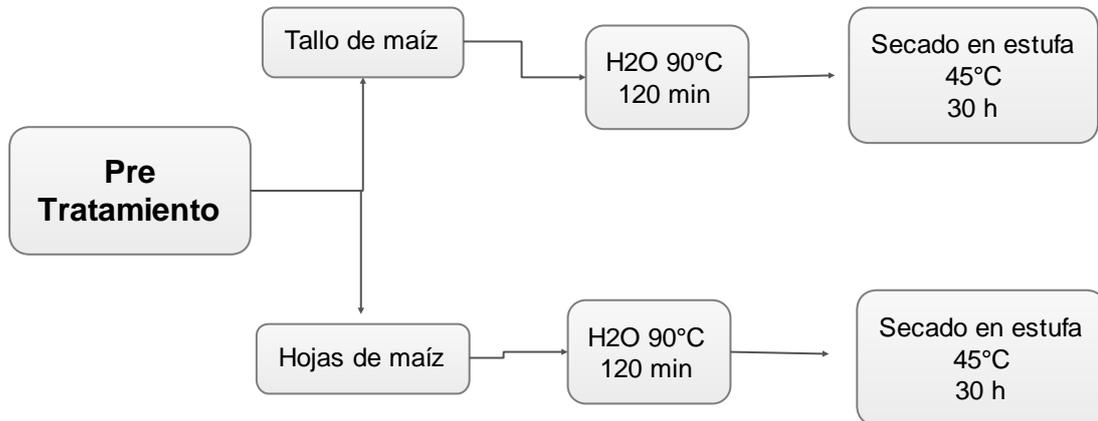
Materiales y Equipos	Sustancias y Reactivos	Procedimiento	Fórmula de cálculo	Método de ensayo
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Equipo de microscopia electrónica de barrido</li> <li>• Cinta doble fast conductora.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Muestras de Nanocelulosa de las hojas y tallo de la planta de maíz.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Encender la unidad de protección o batería de respaldo UPS</li> <li>• Revisar las condiciones del clima, humedad relativa (menor o igual a 60°C) y temperatura (menor o igual a 28°C)</li> <li>• Encender el equipo, una vez que se enciende genera vacío casi absoluto (1x10-6 Torricelli)</li> <li>• Esperar 5 minutos hasta que el equipo encuentre el equilibrio.</li> <li>• Encender la computadora para poder correr la simulación</li> <li>• Comprobar las condiciones internas con una cámara infrarroja y la posición de la mesa de trabajo.</li> <li>• Quitar el vacío de la cámara y de ahí abrir la compuerta.</li> <li>• Ingresar la muestra en un porta muestras mediante el uso de cinta doble fast conductora para así empezar con el análisis de la muestra.</li> <li>• Apagar el equipo.</li> </ul>	<p>Como resultado las muestras presentaran imágenes de alta resolución a una determinada escala micrométrica o nanométrica.</p> <p>En los resultados debe reportarse cualquier condición no especificada en la técnica que pudo influir sobre los resultados.</p>	<p>Manual de operación de SEM del Laboratorio de Materiales-Microscopio metalográfico, ESPOCH</p>

**Fuente:** Guía del Laboratorio de Materiales – Microscopio metalográfico, ESPOCH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021

## 2.13. Obtención de Nanocelulosa

### 2.13.1. Pre tratamiento del rastrojo de maíz



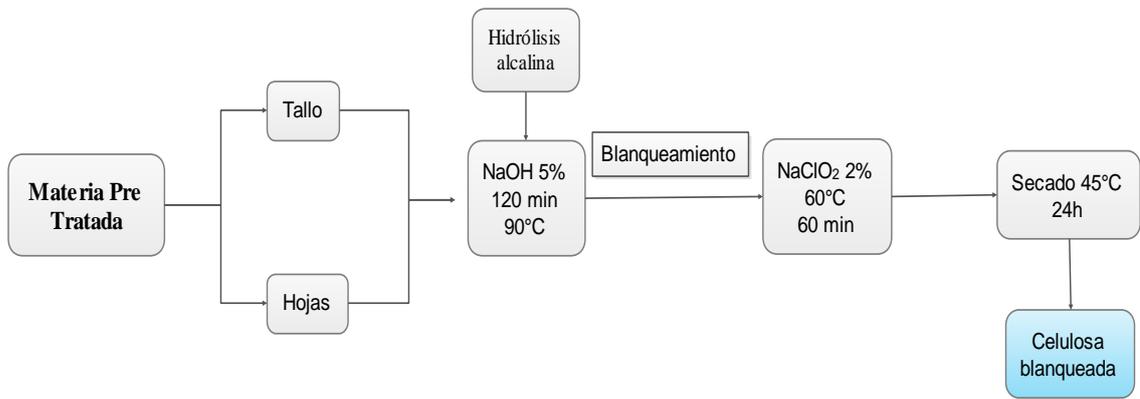
**Figura 12-2:** Diagrama de flujo para el pre tratamiento del rastrojo de maíz

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### 2.13.2. Obtención de celulosa y nanocelulosa del rastrojo de maíz

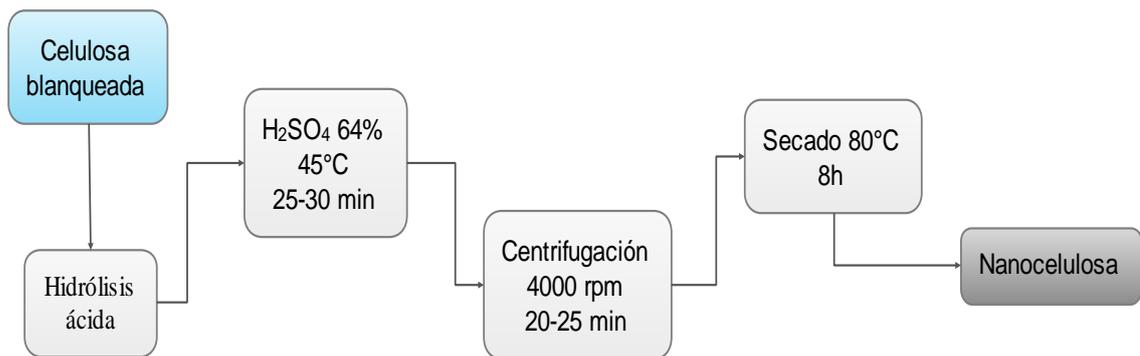
Luego de haber sido tratada la materia prima se procede a realizar una hidrólisis alcalina con hidróxido de sodio y una concentración del 5% y condiciones de reacción idóneas después se realiza un blanqueamiento y posteriormente se deja secar y así obtener un alto rendimiento terminado el proceso.

Finalmente con la pasta de celulosa lo que se procede hacer es una segunda hidrólisis con ácido sulfúrico concentrado (64%) a una temperatura de 45°C y variando el tiempo y la relación ácido/celulosa pasado este tiempo se debe detener la reacción adicionando agua destilada preferentemente fría con una relación de 1:10 llegando a una temperatura en el vaso de precipitación de 2 a 5°C se deja reposar 15 minutos y se lleva a centrifugación donde se removerá lo que quede de ácido esto se repite varias veces hasta obtener un pH neutro y con esto se procede a secar para obtener el producto final que es la nanocelulosa.



**Figura 13-2:** Diagrama de obtención de celulosa

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.



**Figura 14-2:** Diagrama de la obtención de nanocelulosa

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### 2.13.3. Acondicionamiento de la materia prima

Antes de realizar cualquier proceso o técnica, debido al tamaño de la materia prima se procedió a separar y clasificarla en hojas y tallos que en conjunto forman el rastrojo de maíz, los cuales fueron sometidos a una molienda en un molino de cuchillas con un tamaño de 0,5 mm y así obtener material mucho más manejable para la experimentación.



**Gráfico 1-2:** Producto de la molienda del rastrojo

**Realizado por:** Guayasamín Marlon, 2021.

En el gráfico 1-2 A observamos una pequeña muestra del producto de la molienda de las hojas de maíz y en la parte B se observa el tallo molido y empacado que es la muestra que servirá para la experimentación.

En el gráfico 1-2 B se muestra el peso global con el que se va a trabajar y las propiedades físico-químicas de las muestras que serán tratadas por métodos químicos y permitirán extraer la celulosa que se encuentra contenida en las partes que conforman el rastrojo de maíz. En este caso para la experimentación se trabajará con una materia prima que contiene 8,55% de humedad para las hojas y de 8,47% de humedad para el tallo de maíz, así también en el caso del porcentaje de fibra cruda tenemos valores de 24,22 y 27,05 para las hojas y el tallo respectivamente. Con lo cual se espera obtener un rendimiento aceptable en el proceso de obtención de celulosa y poder comparar con otras materias primas.

Al no disponer de datos referenciales del porcentaje de humedad que debería tener la materia prima para la obtención de celulosa o una temperatura óptima con la cual se debería secar el rastrojo, se trabajó a temperaturas entre 45-60°C.

#### ***2.13.4. Pretratamiento a la materia molida***

Luego de obtener por separado a las hojas y el tallo molidos se procede a colocar en los vasos de precipitación con el agua destilada con una relación de 10:1 v/w (volumen del líquido respecto a la masa), adicionalmente lo que se hace es tener en una olla más agua caliente esto debido a que el proceso no tiene una condensación y recirculación del vapor de agua.

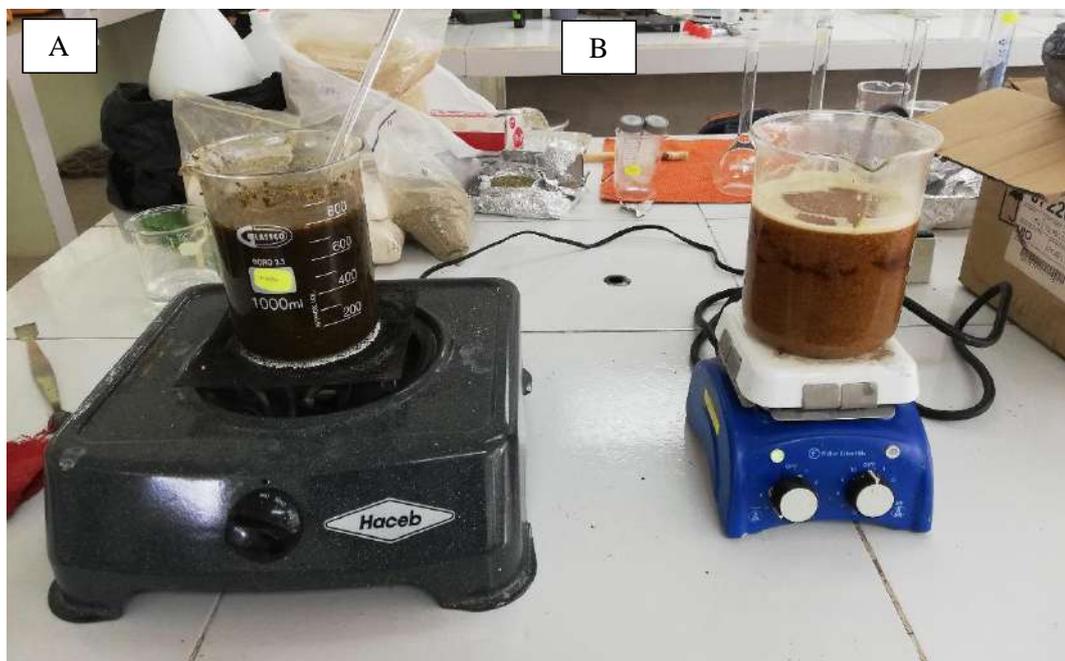
En el Anexo II se puede observar el proceso de hidrólisis con agua destilada, al no contar con un equipo que nos permita trabajar con condiciones específicas (eje. reactor) la temperatura se fue

tomando con un termómetro y la agitación fue esporádica y realizada con una varilla de agitación, la utilización del agitador o del reverbero no influyo en la materia prima, pero si en la temperatura del proceso debido a que en el caso del reverbero la temperatura del proceso fue alcanzada mucho más rápido que en el caso del agitador magnético.

El tiempo que se dejó ablandar fue de 120 minutos a una temperatura de 90°C, en el caso de la solución con las hojas de maíz se utilizó mucha más agua que para la solución del tallo de maíz, así también el color de lo que fue parte de la lignina para la solución A fue mucho más oscuro que en la solución B

Una observación que se hizo es que debido a la densidad de la solución el agitador magnético no podía agitar por lo que simplemente se utilizó como calentador y la agitación fue manual, en cuanto a la temperatura del proceso también se tuvo inconvenientes debido a que llegar a los 90°C tardo alrededor de 20 minutos y mantenerla requirió de constante agua precalentada.

Al finalizar el proceso se pudo observar partículas pequeñas brillantes lo que se asume como celulosa no blanqueada que aún puede contener parte de la lignina e impurezas, además el producto de este proceso se secó a una temperatura de 45°C en una estufa durante 30 horas.



**Gráfico 2-2:** Pretratamiento a la materia prima: A) Solución de hojas de maíz, B) Solución de tallo de maíz.

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### 2.13.5. Hidrólisis alcalina y blanqueamiento de la celulosa

Para la hidrólisis alcalina se preparó una solución al 5% de hidróxido de sodio (NaOH) con una relación de peso/volumen de 1:10 para el tallo de maíz mientras que para las hojas de maíz la relación de peso/volumen fue de 1:15, a una temperatura de 90 a 95°C (90 + 3 °C se debe a que la temperatura variaba por las condiciones del equipo en las que se realizó el proceso) con un tiempo de reacción de 120 minutos. Ambas partes del rastrojo se las realizó en el agitador magnético y dentro del extractor de gases debido a que hay una ligera evaporación de la solución. La agitación en los primeros 25 minutos fue esporádica por la densidad que presentaba, pasado ese tiempo la agitación fue constante.

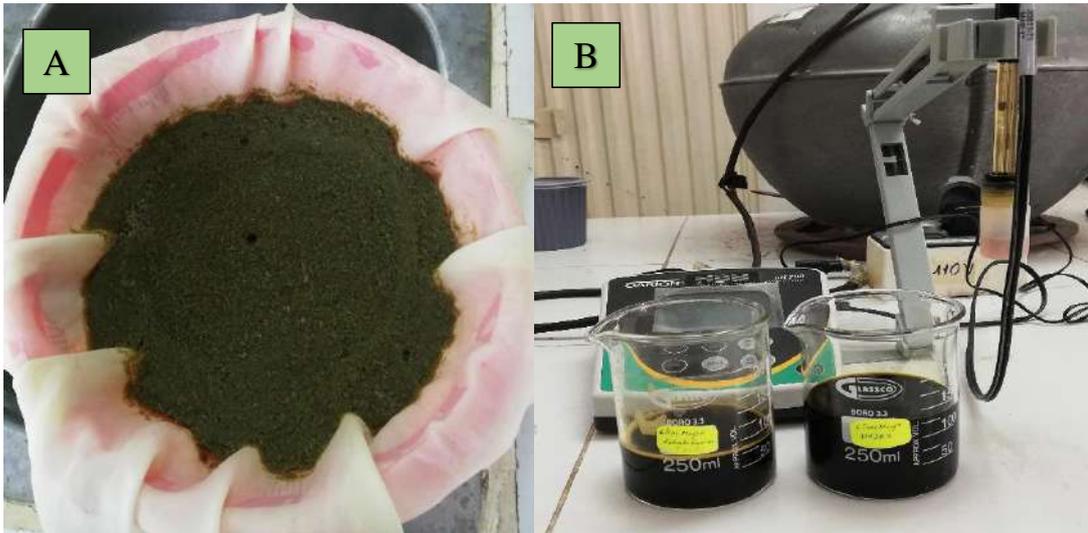


**Gráfico 3-2:** Proceso de Hidrólisis alcalina: A) Hidrólisis de hojas de maíz, B) Hidrólisis de tallo de maíz.

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

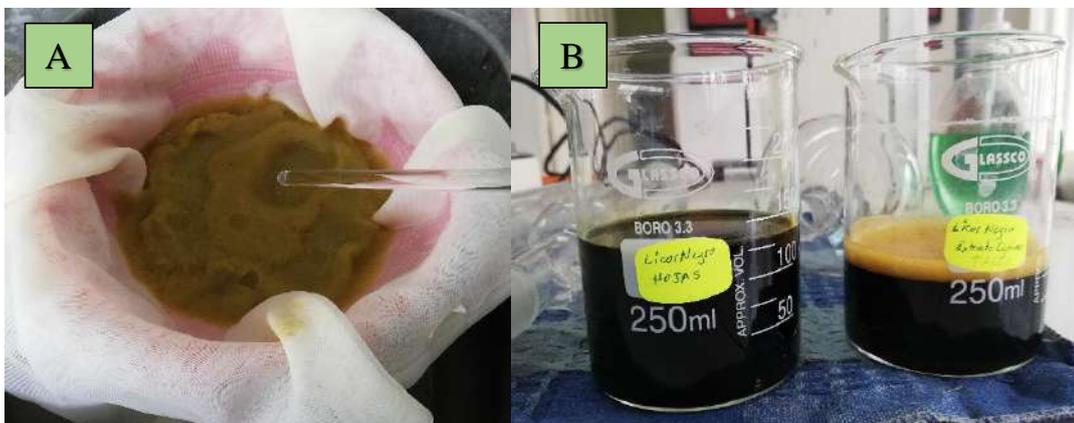
Luego de la experimentación con las condiciones antes mencionadas se procede a retirar la materia deslignificada mediante un colador y una tela de lino muy fina doblada en 3 partes para asegurarse de retener la mayor cantidad de partículas y separar el licor negro de lo que sería la celulosa. En los gráficos 4-2 y 5-2 parte A se observa los dos tipos de celulosa que aún no están

blanqueadas y así mismo en la parte B está el volumen aproximado (150 ml) de licor negro recuperado después de finalizado el proceso de hidrólisis.



**Gráfico 4-2:** A) Celulosa no blanqueada de las hojas de maíz, B) Licor negro

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.



**Gráfico 5-2:** A) Celulosa no blanqueada del tallo de maíz, B) Licor negro

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

Luego de separar el licor negro de la celulosa esta es lavada con abundante agua con la finalidad de retirar absolutamente todo el licor e impurezas que puede contener, este lavado se repite las veces que sea necesario hasta obtener un pH de lavado neutro (entre 6,8 a 7.7), también se puede parar los lavados mediante la observación del agua de lavado la cual debe tener una transparencia para poder finalizar, pero lo recomendable es siempre usar un pH-metro debidamente calibrado. Hay que considerar también el uso de cintas de pH sin embargo estas no darán datos exactos debido a que su tonalidad refleja datos numéricamente exactos y no se sabría los decimales por lo que se dudaría del pH exacto.



**Gráfico 6-2:** pH del agua de lavado de la hidrólisis alcalina

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Para el blanqueamiento de la celulosa lo que se usó fue una solución de hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) al 2%, a una temperatura de  $60^\circ\text{C}$ , durante 60 minutos con agitación constante utilizando un agitador magnético lo que se observa en el gráfico 7-2.



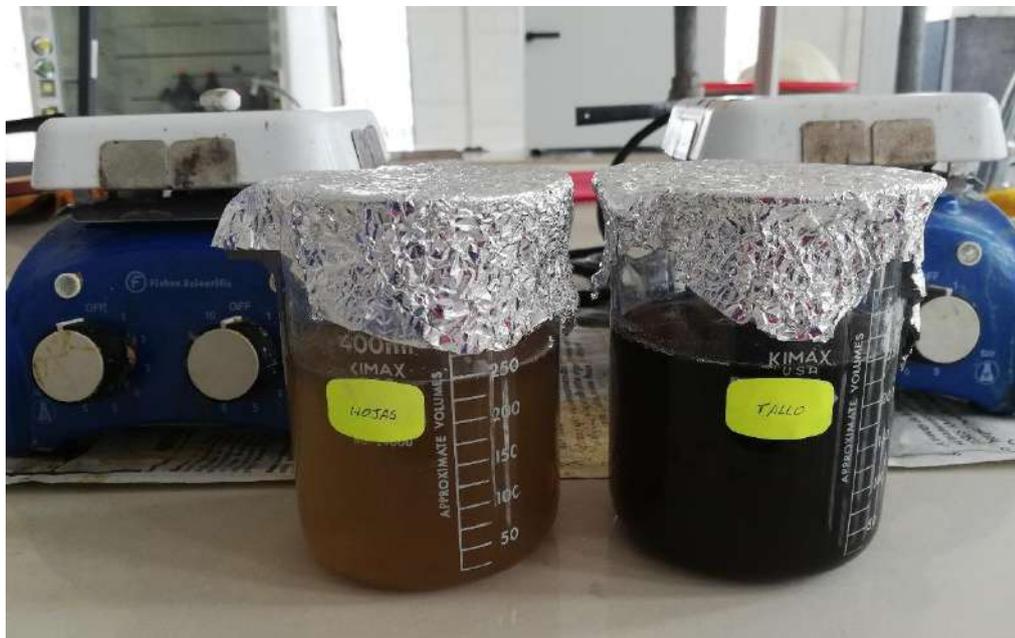
**Gráfico 7-2:** Proceso de blanqueamiento de la celulosa

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

En el Anexo V se puede observar la solución blanqueante y la celulosa reposando hasta obtener una temperatura ambiente lo cual puede demorar hasta 30 minutos, en el transcurso de este tiempo se agita no muy seguido y se mantiene en el extractor de gases debido a la evaporación del  $\text{NaClO}$ , una vez que la temperatura haya bajado se separa la celulosa del líquido mediante un colador y la tela de lino, la pasta blanquecina que queda volverá a ser lavada varias veces hasta obtener nuevamente un pH de 6.8 a 7.7 culminado este proceso la pasta de celulosa se coloca en la estufa a una temperatura de  $45^\circ\text{C}$  hasta que se seque y sea molida para obtener un polvo blanco y así obtener el producto final.

### **2.13.6. Hidrólisis ácida para la obtención de nanocelulosa**

Para la última etapa se realizó una hidrólisis ácida con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  64%) a una temperatura de  $45^\circ\text{C}$  con agitación constante



**Gráfico 8-2:** Hidrólisis ácida de la celulosa

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

La hidrólisis se la realizó en vasos de 400 ml y con agitadores magnéticos, se adicionó 20 ml de ácido por cada gramo de celulosa a una temperatura de  $45^\circ\text{C}$  ( $\pm 1$ ) con agitación constante durante el tiempo de hidrólisis. Una vez que se terminó el tiempo en las muestras se adicionó agua fría 10 veces el volumen de ácido con el fin de diluir la concentración del ácido además de detener la reacción, se dejó reposar por 6 horas luego se retiró parte del volumen y se volvió adicionar agua fría para luego ser llevado a centrifugación donde los lavados deben ser hasta obtener un pH de 6,4 a 7,5.

Los lavados mediante centrifugación retiraran lo que quede de la parte amorfa además de retirar el ácido que aún puedan contener las nanoestructuras, este procedimiento se lo realiza con agua destilada a 4000 rpm durante 20 minutos y midiendo el pH a partir del décimo lavado como se muestra en el gráfico 9-2.



**Gráfico 9-2:** Centrifugación y Medición del pH

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Finalmente se procedió a colocar en la estufa a 80°C para secar durante ocho horas y obtener el producto final que en nuestro caso serían las nanoestructuras de celulosa de hojas y tallo de maíz como se observa en el gráfico 10-2.



**Gráfico 10-2:** Nanocelulosa obtenida de las hojas y tallo del maíz.

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

## CAPÍTULO III

### 3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

#### 3.1. Análisis de resultados de la materia prima

**Tabla 1-3:** Muestra problema para el proceso de obtención de celulosa

Tipo de muestra	Peso (g)	% Humedad	% Fibra Cruda	% Lignina
Muestra global de las hojas de maíz	281	8,55	70,70	50,71
Muestra global del tallo de maíz	285	8,47	72,04	55,23

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

En la tabla 18-3 se identifican las propiedades más relevantes que presenta la muestra que va a ser tratada por el método químico empleado para la obtención de celulosa contenida en las partes del rastrojo de maíz.

**Tabla 2-3:** Caracterización físico-químico de las partes del rastrojo

Parámetro	% en Hojas	% en Tallo
Humedad	8,55	8,47
Cenizas	9,57	13,23
Grasa Cruda	1,40	1,00
Fibra Cruda	70,70	72,04
Proteína	3,58	0,98
Lignina	50,71	55,23

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Debido a que no existen datos sobre la caracterización físico-química del rastrojo de maíz especialmente de las hojas, se procedió analizar el mismo dividiéndolo en hojas y tallos, dando los siguientes valores:

Para las hojas el porcentaje de humedad fue de 8,55%, 9,57% de cenizas, 1,40% de grasa cruda, 70,70% de fibra cruda, 3,58% de proteína y 50,71% de lignina

Para el tallo los valores que se obtuvo son: 8,47% de humedad, 13,23% de cenizas, <1% de grasa cruda, 72,04% de fibra cruda, <1% de proteína y 55,23% de lignina. Todo esto se puede evidenciar en la tabla 19-3.

**Tabla 3-3:** Fibra de diferentes muestras de rastrojo

N° muestras	Fibra cruda			Promedio
	1	2	3	
%Hojas	70,70	54,22	24,05	49,66
%Tallo	72,04	57,05	26,98	52,02

Fuente: Guayasamín, M. 2021.

En la tabla 20-3 se hace una comparación del porcentaje de fibra que presentan las muestras de rastrojo siendo la más aceptable la primera muestra por el porcentaje alto de fibra que presenta, mientras que las demás muestras al ser de una planta mucho más joven no se obtiene buenos porcentajes de fibra, las tres muestras tendrían un promedio de fibra para las hojas de 49,66% y de 52,02% para el tallo.

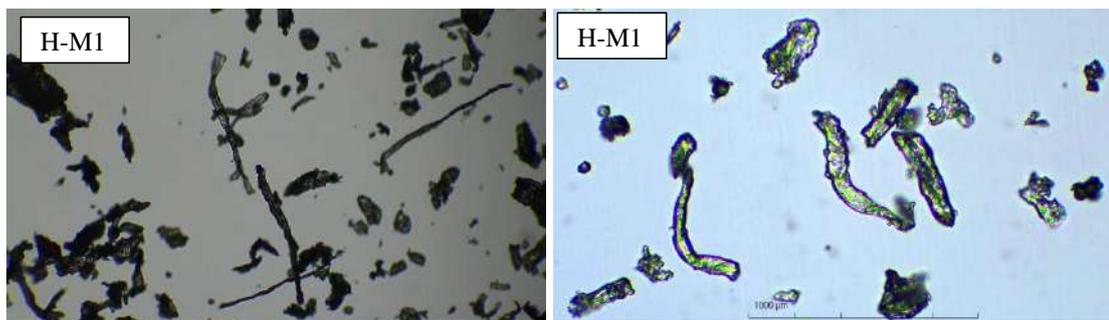
Estos datos se obtuvo mediante la clasificación de la materia prima debido a que se recogieron de diferentes partes, además el aspecto influyo a la hora de separarlas, debido a que algunas plantas presentaban un color verde intenso que hace referencia a plantas jóvenes y otras con una tonalidad amarillo y café claro que hace referencia a plantas viejas o desechadas. Se puede observar claramente que mientras mayor edad tenga la planta mayor contenido de fibra tendrá, así también la parte que más cantidad de fibra posee es la del tallo respecto a las hojas.

### 3.2. Análisis de resultados de la celulosa de maíz

#### 3.2.1. Microscopia Óptica

La celulosa obtenida presentó tonalidades blanquecinas para ambos casos, siendo la de mayor blancura la celulosa del tallo respecto a la celulosa de hojas de maíz, ambas celulosas fueron tamizadas con una malla de 106  $\mu\text{m}$  y observadas mediante microscopia óptica con lentes de 10X y 40X, determinando que las fibras de celulosa de las hojas tienen una longitud promedio de 2913,16  $\mu\text{m}$  y 351,43  $\mu\text{m}$  respectivamente. Para la celulosa del tallo se determinó una longitud promedio de 3051,29  $\mu\text{m}$  para el lente de 10X y para el de 40X una longitud promedio de 160,32  $\mu\text{m}$ , para estos resultados se tomó las secciones más claras de las imágenes por tal motivo las longitudes varían demasiado entre un lente y otro.

En la figura 15-3 se puede observar que las fibras obtenidas son largas y lisas pero también presentan formas irregulares posiblemente por el proceso de tamizado, la sección transversal no es completamente circular como se puede observar, esto también es reportado por (Cai *et al.*, 2015).



**Figura 1-3:** Micrografías de fibra de celulosa de rastrojo de maíz 10x y 40x

**Tabla 4-3:** Longitudes en um de las fibras de celulosa con 10x

N° Lente	Celulosa de Hojas		Celulosa de Tallo		CC comercial
	M1	M2	M1	M2	M1
10X	4571,25	2806,66	3728,42	4169,99	568,03
	2449,66	1924,88	3697,04	2798,31	848,63
	3251,06	1791,36	4953,07	3045,55	245,8
	4315,14	5428,3	5613,88	1064,8	295,9
	2005,08	1593,13	3065,46	1267,3	565,63
	2265,23	2084,19	1328,61	1215,78	173,2
	3066,48	2032,13	2545,25	4151,99	527,71
	4882,95	2817,57	3194,41	1134,33	592,88
	2238,44	2011,29	4273,96	3969,09	539,62
	2166,65	4561,69	3999,76	1808,7	501,91
Promedio	3121,19	2705,12	3639,99	2462,58	485,93

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 5-3:** Longitudes en um de las fibras de celulosa con 40x

N° Lente	Celulosa de Hojas		Celulosa de Tallo		CC comercial	
	M1	M2	M1	M2	M1	
40X	511,5	273,44	524,95	134,18	568,03	
	494,19	315,22	53,47	281,32	848,63	
	734,27	203,36	107,5	154,92	245,8	
	322,67	375,16	59,18	223,88	295,9	
	251,66	308,68	90,88	79,71	565,63	
	281,84	354,72	92,82	83,76	173,2	
	279,26	376,19	381,64	117,04	527,71	
	241,57	306,2	287,46	100,47	592,88	
	458,51	384,55	97,09	63,92	539,62	
	278,99	276,54	206,71	65,42	501,91	
	Promedio	385,45	317,41	190,17	130,46	485,93

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### ***3.2.2. Espectroscopia infrarroja FT-IR***

Los resultados obtenidos en la tabla 3-3 del FT-IR se compararon con una celulosa comercial la cual en el mismo análisis indica picos muy similares a los obtenidos en las diferentes muestras, en el rango de 3334 a 2600 se observó gran similitud las muestras de celulosa obtenida frente a la comercial además estos rangos hacen referencia a los grupos funcionales de  $-\text{OH}$ ,  $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{CH}_2$ . La banda de 3420 a 3250  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al grupo funcional  $-\text{OH}$  que hace referencia a la tensión de los puentes de hidrógeno intermoleculares, las bandas de 2990  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a vibraciones de estiramientos de los grupos CH presentes en la celulosa. En la banda de 1120 se puede observar vibraciones de estiramiento de los enlaces C-O. Para el caso de la celulosa de las hojas M3 se muestra una banda de 1225 a 1200 el cual atribuye a las vibraciones de los grupos C-O-C del anillo de la b-glucopiranososa que constituye a la celulosa, lo que no se observó en las demás muestras reafirmando así que la celulosa obtenida es de alta pureza ha comparación de las otras muestras (Montes Pérez, 2020, p. 66).

Para Hernández Martínez (2013, p. 58-60) las bandas de 1341,46 y 1264,24 hacen referencia a vibraciones C-O de tipo siringilo y guaiacilo que son unidades fenólicas características de la lignina. Sin embargo en la celulosa obtenida no se presentan estas unidades fenólicas lo que da a entender que el proceso de deslignificación es aceptable con la experimentación llevada a cabo pese a que si se obtiene enlaces C-O.

Las bandas con valores de 3300, 2900, 1470 y 1050  $\text{cm}^{-1}$  son las principales señales de la celulosa que corresponden a los grupos de OH, C-H de estiramiento, C-H de flexión y los C-O respectivamente, estas bandas reafirman la celulosa obtenida debido a que muestran valores similares y grupos funciones idénticos (Manríquez González Ricardo, et al, 2019, p. 71-75).

**Tabla 6-3:** Longitudes de onda de las muestras de celulosa

Spectra–Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared				Longitud de Onda en las muestras (cm <sup>-1</sup> )				
Grupo Funcional	Presentes en	Rango de Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Comentario	Celulosa Microcristalina	Celulosa hojas M2	Celulosa hojas M3	Celulosa tallo M1	Celulosa tallo M2
-OH	Alcoholes y fenoles	3420 - 3250	Sólidos y Líquidos	3332,39	3333,36	3334,32	-	3331,43
- NH <sub>3</sub> <sup>+</sup>	Amino ácidos	3200 - 3000	Estiramiento antisimétrico, banda muy ancha	-	-	-	-	3150,15 3111,58
-CH <sub>3</sub> y -CH <sub>2</sub>	Compuestos alifáticos	2990–2850	Estiramiento antisimétrico y simétrico	2942,84 2932,23	2889,81	2889,81	2977,55 2941,88 2899,45	2963,09 2943,80 2862,81
-CH <sub>3</sub>	Unido a N u O	2850–2700	Modos de estiramiento CH	-	-	-	-	2817,49
N=N=N	En azidas	2160–2080	Estiramiento antisimétrico	2890,77	2143,49	-	-	-
C=O	En β-cetoésteres	1655–1635	Forma, tramo enol	1637,27	1637,27	1636,30	-	1638,23
-	Anillo de benceno en compuestos aromáticos	1615 – 1590	Estiramiento de anillo	-	-	-	1590,99	-
-	Compuestos de Triazina	1560 - 1510	Estiramiento de anillo, banda afilada	-	-	-	-	1543,74
-	Anillo de benceno en compuestos aromáticos	1515-1485	Estiramiento de anillo	-	-	-	-	1508,06
OH	Ácidos carboxílicos	1440–1400	Doblado OH en plano	1428,03	1423,21	1427,07	-	-
CH <sub>3</sub>	Compuestos alifáticos	1380–1370	Deformación simétrica	-	1370,18	-	-	-
NO <sub>2</sub>	Compuestos nitro alifáticos	1375–1350	Estiramiento simétrico	1369,21	-	1363,43	-	-
CF <sub>3</sub>	Unido a un anillo de benceno	1330–1310	Estiramiento antisimétrico	1315,21	1315,21	1313,29	1315,21	1314,25

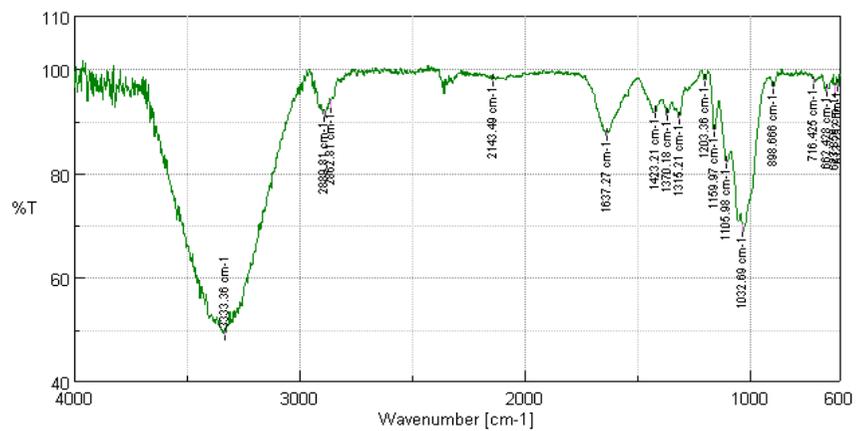
C-O-C	Vinil éteres	1225–1200	Estiramiento antisimétrico	1203,36	1203,36	-	-	-
SO <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	Sulfonamidas	1170–1145	Estiramiento simétrico	1159,97	1159,97	1160,94	1160,94	1160,94
C-OH	Alcoholes secundarios o terciarios.	1120–1080	Estiramiento C-O	1109,83	1105,98	1105,01	1106,94	1097,30
C-NH <sub>2</sub>	Aminas alifáticas primarias	1120–1030	Estiramiento C-N	1054,87	1032,69	1051,01	1032,69	1048,12
-	Anillo de carbono en compuestos cíclicos	1030-950	Modo de respiración de anillo	-	-	1028,84	-	-
CH <sub>2</sub> =CRR'	Vinilidenos	900 - 865	Movimiento fuera del plano de CH <sub>2</sub>	896,73	898,66	898,66	-	889,98
-	Furanos	770-720	La banda se debilita a medida que aumenta el número de sustituyentes	-	-	744,38 720,28	-	-
Ar-OH	Fenoles	720–600	OH deformación fuera del plano; banda ancha	-	716,42	-	-	714,49
C-C-CHO	Aldehídos	695-635	Doblado C – C – CHO	664,35	662,42	658,57	657,60	-
C-OH	Alcoholes	680-620	Doblado C–O–H	625,78	623,85	-	-	624,82
<b>Frecuencias de IR características para algunos compuestos heterocíclicos.</b>								
-	Piridinas (2-sustituidas)	630-605	Deformación del anillo en el plano	613,25	613,25	607,46	616,14	606,50

Fuente: Spectra – Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared

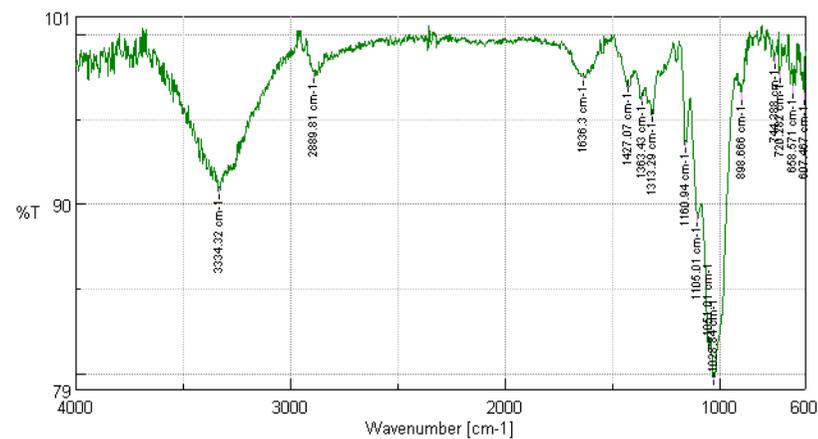
Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 7-3:** Espectros-IR de las diferentes muestras analizadas

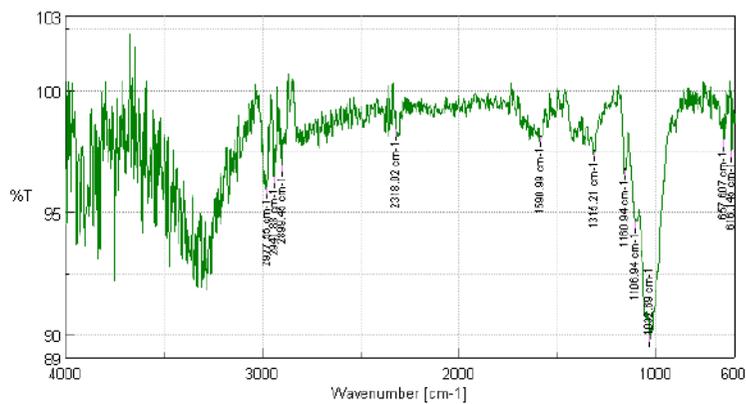
Celulosa hojas M1



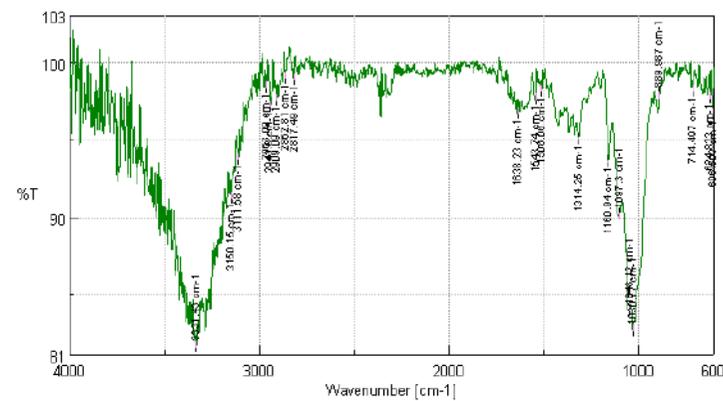
Celulosa hojas M2



Celulosa tallo M1



Celulosa tallo M2



Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

### 3.2.3. Porcentaje de humedad de la celulosa

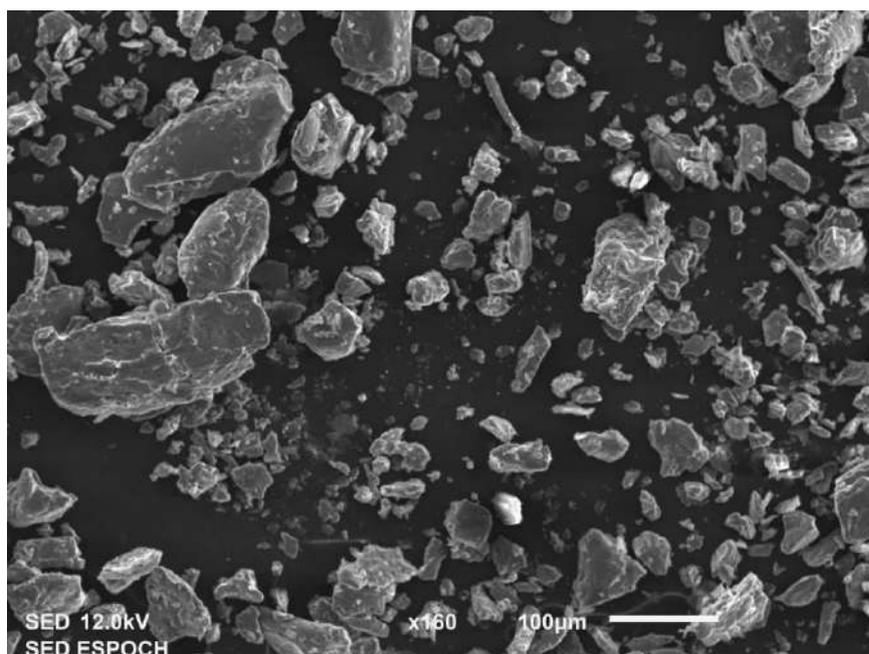
**Tabla 8-3:** Porcentaje de humedad de CC comercial y las celulosas obtenidas.

N° muestras	Celulosa	Celulosa de las hojas		Celulosa del tallo	
	comercial	M2	M3	M1	M2
1	6,598	8,566	8,534	8,978	8,621
2	6,656	8,967	8,121	8,168	8,349
3	6,687	8,016	8,331	8,685	8,426
Promedio	6,647	8,516	8,329	8,610	8,465

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

El análisis de humedad realizado a la CC comercial marca LOBA CHEMIE PVT. y las muestras obtenidas de celulosa se las realizó en la balanza de humedad marca RADWAD-PMC50 y evidencian que el procedimiento seguido debe ajustarse un poco en cuanto a la temperatura y el tiempo de secado debido a que hay una diferencia significativa del 2% de la CC comercial respecto a las muestras obtenidas y en especial a las muestras del tallo que son las que más porcentaje de humedad presentan con un valor promedio 8,610 %H y 8,465%H en el caso de la celulosa de las hojas tenemos un valor promedio de 8,516 %H y 8,329%H.

### 3.2.4. Microscopía Electrónica de Barrido



**Figura 2-3:** Microscopía Electrónica de Barrido de la celulosa obtenida

El análisis se lo realizó en el MEB de la Facultad de mecánica en el laboratorio de materiales y se observó las partículas de celulosa con una medida de 100 um dando formas fibrilares y en

mayor proporción irregulares las cuales fueron medidas con el programa Imagej obteniendo los siguientes datos para cada tipo de muestra.

**Tabla 9-3:** Longitudes de la celulosa de hojas de maíz

N° muestras	AREA	MIN	MAX	LARGO (um)
1	66,883	66,883	66,883	211,479
2	55,403	55,403	55,403	174,977
3	37,135	37,135	37,135	117,259
4	17,769	17,769	17,769	55,814
5	14,475	14,475	14,475	45,392
6	9,284	9,284	9,284	29,095
7	13,077	13,077	13,077	41,195
8	19,167	19,167	19,167	60,273
9	24,557	24,557	24,557	77,464
10	14,175	14,175	14,175	44,454
Promedio	27,193	27,193	27,193	85,740

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 10-3:** Longitudes de la celulosa del tallo de maíz

	AREA	MIN	MAX	LARGO (um)
1	1,284	104,089	169,800	15,173
2	2,553	114,000	255,000	30,250
3	2,759	116,000	253,610	32,689
4	1,163	101,000	126,986	13,745
5	3,312	97,000	255,000	39,282
6	2,567	132,108	255,000	30,402
7	4,602	95,010	255,000	54,561
8	3,446	146,000	255,000	40,873
9	3,042	102,000	255,000	36,015
10	3,134	96,711	255,000	37,109
Promedio	2,786	110,392	233,540	33,010

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Obteniendo así un promedio de longitud de 85,74 um para la celulosa de las hojas de maíz y un promedio de longitud de 33,01 um para la celulosa del tallo de maíz.

### 3.2.5. Variables utilizadas para el cálculo del rendimiento de la celulosa

**Tabla 11-3:** Variables para la obtención de celulosa

VARIABLE			
Temperatura (grados Celsius)	75	85	90
Tiempo (minutos)	60	90	120

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 12-3:** Resultados del rendimiento de la celulosa de hojas de maíz

N°	Tratamiento	Variables	Repetición	Rendimiento	Promedio	Total
1	T1	T1:t1	R1	29,24	29,19	87,56
2			R2	29,49		
3			R3	28,83		
4		T1:t2	R1	23,95	23,93	71,79
5			R2	24,00		
6			R3	23,84		
7		T1:t3	R1	25,45	25,12	75,36
8			R2	25,07		
9			R3	24,84		
10	T2	T2:t1	R1	24,65	24,93	74,79
11			R2	24,96		
12			R3	25,18		
13		T2:t2	R1	21,32	21,57	64,71
14			R2	21,71		
15			R3	21,68		
16		T2:t3	R1	25,31	25,48	76,43
17			R2	25,48		
18			R3	25,64		
19	T3	T3:t1	R1	21,21	20,71	62,14
20			R2	20,50		
21			R3	20,43		
22		T3:t2	R1	30,90	30,93	92,78
23			R2	31,09		
24			R3	30,79		
25		T3:t3	R1	42,01	42,48	127,44
26			R2	42,67		
27			R3	42,76		

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 13-3:** Resultados del rendimiento de la celulosa del tallo de maíz

N°	Tratamiento	Variables	Repetición	Rendimiento	Promedio	Total
1	T1	T1:t1	R1	25,25	25,01	75,02
2			R2	24,95		
3			R3	24,82		
4		T1:t2	R1	25,79	25,99	77,98
5			R2	26,15		
6			R3	26,04		
7		T1:t3	R1	30,18	30,35	91,05
8			R2	30,83		
9			R3	30,04		
10	T2	T2:t1	R1	23,99	24,04	72,13
11			R2	24,02		
12			R3	24,12		
13		T2:t2	R1	24,82	24,89	74,67
14			R2	25,20		
15			R3	24,65		
16		T2:t3	R1	29,59	29,59	88,78
17			R2	29,41		
18			R3	29,78		
19	T3	T3:t1	R1	34,06	33,82	101,46
20			R2	34,22		
21			R3	33,18		
22		T3:t2	R1	31,77	32,02	96,06
23			R2	32,03		
24			R3	32,26		
25		T3:t3	R1	43,02	42,76	128,27
26			R2	42,66		
27			R3	42,59		

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 14-3:** Prueba de homogeneidad de varianza de la celulosa de hojas de maíz

	Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
Repeticion1	2,401	2	6	,171
Repeticion2	2,373	2	6	,174
Repeticion3	2,571	2	6	,156

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

El estadístico de Levene con un valor p resultante para las tres repeticiones es superior al valor de significancia de 0,05 por lo tanto, no se rechaza la hipótesis nula de igualdad de varianzas y se concluye que no hay una diferencia entre las variaciones de la población.

**Tabla 15-3:** ANOVA de la celulosa de hojas de maíz

<b>ANOVA de un factor</b>						
		<b>Suma de cuadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Media cuadrática</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>
Repeticion1	Inter-grupos	90,607	2	45,304	1,129	,383
	Intra-grupos	240,670	6	40,112		
	Total	331,278	8			
Repeticion2	Inter-grupos	86,270	2	43,135	,954	,437
	Intra-grupos	271,207	6	45,201		
	Total	357,477	8			
Repeticion3	Inter-grupos	84,195	2	42,097	,925	,447
	Intra-grupos	273,068	6	45,511		
	Total	357,262	8			

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

Como los valores p son mayores al valor del nivel de significancia de 0,05 no se rechaza la hipótesis nula, por tanto, al menos una de las poblaciones difiere de las demás en cuanto a su valor esperado.

Se debe concluir que la hipótesis nula no es rechazada para ambas pruebas y hay una desigualdad de medias por lo que se deberá profundizar en el estudio mediante una prueba post-hoc de Tukey.

**Tabla 16-3:** Prueba Post-Hoc comparaciones múltiples

<b>HSD de Tukey</b>							
<b>Variable dependiente</b>	<b>(I)</b>	<b>(J)</b>	<b>Diferencia de medias (I-J)</b>	<b>Error típico</b>	<b>Sig.</b>	<b>Intervalo de confianza al 95%</b>	
	<b>TEMPERATURA</b>	<b>TEMPERATURA</b>				<b>Límite inferior</b>	<b>Límite superior</b>
<b>Repeticion1</b>	75	85	2,45333	5,17118	,886	-13,4133	18,3199
		90	-5,16000	5,17118	,605	-21,0266	10,7066
	85	75	-2,45333	5,17118	,886	-18,3199	13,4133
		90	-7,61333	5,17118	,367	-23,4799	8,2533
	90	75	5,16000	5,17118	,605	-10,7066	21,0266
		85	7,61333	5,17118	,367	-8,2533	23,4799
<b>Repeticion2</b>	75	85	2,13667	5,48945	,921	-14,7065	18,9798
		90	-5,23333	5,48945	,630	-22,0765	11,6098
	85	75	-2,13667	5,48945	,921	-18,9798	14,7065
		90	-7,37000	5,48945	,425	-24,2131	9,4731
	90	75	5,23333	5,48945	,630	-11,6098	22,0765
		85	7,37000	5,48945	,425	-9,4731	24,2131
<b>Repeticion3</b>	75	85	1,53667	5,48513	,958	-15,2932	18,3665
		90	-5,62333	5,48513	,589	-22,4532	11,2065
	85	-1,53667	5,48513	,958	-18,3665	15,2932	

	90	-7,16000	5,48513	,443	-23,9899	9,6699
90	75	5,62333	5,48513	,589	-11,2065	22,4532
	85	7,16000	5,48513	,443	-9,6699	23,9899

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

En el HSD de Tukey al obtener valores de significancia superiores al nivel de significancia de 0,05 se puede evidenciar que en el caso de la celulosa de hojas de maíz hay una gran diferencia entre cada tratamiento y que sus varianzas no son iguales en ningún caso por lo que afecta directamente los factores en la variable rendimiento.

**Tabla 17-3:** Prueba de homogeneidad de varianzas de la celulosa del tallo de maíz

	Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
Repeticion1	2,250	2	6	,187
Repeticion2	1,686	2	6	,262
Repeticion3	2,336	2	6	,178

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

El estadístico de Levene con un valor p resultante para las tres repeticiones es superior al valor de significancia de 0,05, por tanto, no se rechaza la hipótesis nula de igualdad de varianzas y se concluye que no hay una diferencia entre las variaciones de la población.

**Tabla 18-3:** ANOVA de la celulosa del tallo de maíz

		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Repeticion1	Inter-grupos	189,764	2	94,882	5,534	,043
	Intra-grupos	102,868	6	17,145		
	Total	292,632	8			
Repeticion2	Inter-grupos	183,965	2	91,983	5,610	,042
	Intra-grupos	98,371	6	16,395		
	Total	282,336	8			
Repeticion3	Inter-grupos	178,959	2	89,479	5,378	,046
	Intra-grupos	99,825	6	16,637		
	Total	278,783	8			

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

Como los valores p son menores al valor del nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se concluye que si hay diferencias significativas en los tratamientos para la obtención de celulosa.

### 3.3. Análisis de resultados de la Nanocelulosa de maíz

#### 3.3.1. Espectrofotometría infrarroja FT-IR

El análisis de FT-IR realizado a las muestras de nanocelulosa mostraron bandas con una longitud de onda entre 3420 a 3250  $\text{cm}^{-1}$ ; 2990 a 2850  $\text{cm}^{-1}$ ; 2850 a 2700  $\text{cm}^{-1}$ ; 810 a 790  $\text{cm}^{-1}$  que hacen referencia los grupos funciones -OH, -CH<sub>3</sub> y CH<sub>2</sub> en compuestos alifáticos, CH<sub>3</sub>, Bencenos 1,2,3,4-tetrasustituidos que se presentan en ambos casos de la nanocelulosa, sin embargo hay bandas con distinto rango para los dos tipos de muestra de nanocelulosa.

Las bandas complementarias en el análisis de la nanocelulosa de hojas de maíz van de 1720 a 1700  $\text{cm}^{-1}$ ; 1475 a 1450  $\text{cm}^{-1}$ ; 1120 a 1030  $\text{cm}^{-1}$  pertenecientes a los grupos funcionales C=O en cetonas, en compuestos alifáticos y con vibraciones de flexión CH<sub>2</sub> y C-NH<sub>2</sub> presentes en aminas alifáticas, mientras que para la nanocelulosa del tallo de maíz son de 1655 a 1635  $\text{cm}^{-1}$  en  $\beta$ -cetoésteres del grupo funcional C=O, de 1440 a 1400  $\text{cm}^{-1}$  perteneciente al grupo funcional OH de los ácidos carboxílicos, una banda de 1373,07  $\text{cm}^{-1}$  que puede ser una deformación o estiramiento simétrico en compuestos alifáticos o nitro alifáticos, 1225 a 1200  $\text{cm}^{-1}$  de los vinil éteres C-O-C.

Para Lusiana, Srihardyastutie y Masruri (2019, p. 4) las bandas características de la nanocelulosa obtenida de los desechos de la flor de piña son la banda de hidroxilo -OH en 3485  $\text{cm}^{-1}$ , grupo alquilo CH entre 2950 y 2800  $\text{cm}^{-1}$  y la banda de C-O-C en 1300 a 950  $\text{cm}^{-1}$ ; lo que evidencia gran similitud con la nanocelulosa que se obtuvo.

Un aumento en el número de onda del grupo -OH en la banda de nanocelulosa indica que los modos de vibración del -OH son enlaces de hidrógeno libres o débiles, una disminución en el pico de 1160  $\text{cm}^{-1}$  incluido el estiramiento del puente de COC evidencia una ruptura del enlace glicosídico entre las cadenas de celulosa, esto debido al tratamiento de homogenización a alta presión, sin embargo se puede evidenciar que el grupo funcional -OH en la nanocelulosa obtenida si tuvo un incremento en su banda lo que hace más débiles a los enlaces de hidrógeno (Wang *et al.*, 2015, pp. 4-5).

**Tabla 19-3:** Longitudes de onda de las muestras de nanocelulosa

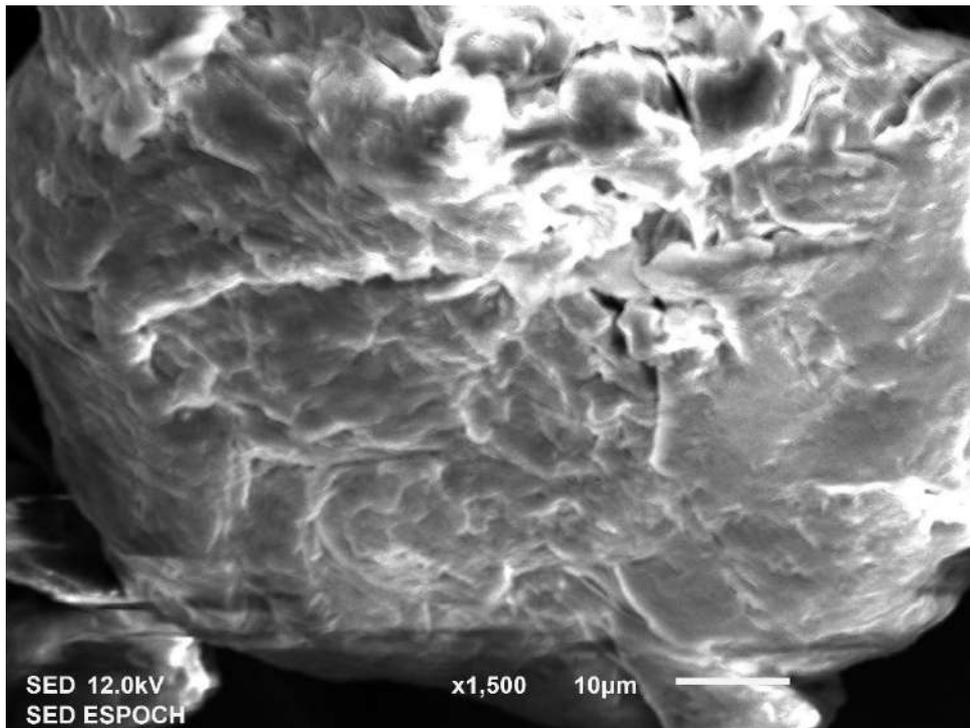
Spectra–Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared				Longitud de Onda en las muestras (cm <sup>-1</sup> )	
Grupo Funcional	Presentes en	Rango de Longitud de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Comentario	Nanocelulosa Hojas M1	Nanocelulosa Tallo M1
-OH	Alcoholes y fenoles	3420 - 3250	Sólidos y Líquidos	3368,07	3367,1
-CH <sub>3</sub> y -CH <sub>2</sub>	Compuestos alifáticos	2990–2850	Estiramiento antisimétrico y simétrico	2916,81	2933,2 2886,92
-CH <sub>3</sub>	Unido a N u O	2850–2700	Modos de estiramiento CH	2848,35	2831,95
C=O	Cetonas	1720–1700	Estiramiento C=O; 20 cm <sup>-1</sup> más bajo si está insaturado	1706,69	-
C=O	En β-cetoésteres	1655–1635	Forma, tramo enol	-	1644,02
N-H	Amidas primarias	1650–1620	Deformación NH; (banda de amida II)	1633,41	-
CH <sub>2</sub>	Compuestos alifáticos	1475–1450	Vibración de flexión CH <sub>2</sub> (tijeras)	1463,71	-
OH	Ácidos carboxílicos	1440–1400	Doblado OH en plano	-	1423,21
CH <sub>3</sub>	Compuestos alifáticos	1380–1370	Deformación simétrica	-	1373,07
NO <sub>2</sub>	Compuestos nitro alifáticos	1375–1350	Estiramiento simétrico	-	1373,07
CF <sub>3</sub>	Unido a un anillo de benceno	1330–1310	Estiramiento antisimétrico	1317,14	1315,21
C-O-C	Vinil éteres	1225–1200	Estiramiento antisimétrico	-	1201,43
SO <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	Sulfonamidas	1170–1145	Estiramiento simétrico	-	1157,08
C-NH <sub>2</sub>	Aminas alifáticas primarias	1120–1030	Estiramiento C-N	1054,87	-
-	Anillo de carbono en compuestos cíclicos	1030-950	Modo de respiración de anillo	-	1024,02
CH <sub>2</sub> =CRR'	Vinilidenos	900 - 865	Movimiento fuera del plano de CH <sub>2</sub>	-	890,95

-	Bencenos 1,2,3,4-tetrasustituidos	810-790	CH deformación fuera del plano	803,21	806,09
-	Furanos	770-720	La banda se debilita a medida que aumenta el número de sustituyentes	727,03	769,46
Ar-OH	Fenoles	720-600	OH deformación fuera del plano; banda ancha		716,42
C-C-CHO	Aldehídos	695-635	Doblado C – C – CHO		665,32

**Fuente:** Spectra – Structure Correlations in the Mid- and Far-Infrared

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

### 3.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido



**Figura 3-3:** Microscopía electrónica de barrido de la nanocelulosa obtenida

Debido a que la nanocelulosa necesita un recubrimiento de algún metal para poder observarla solo se pudo analizar con un tamaño de partícula de 10 µm en el cual la nanocelulosa se observa aglomerada y es de difícil medición para obtener datos de longitud y ancho. Sin embargo se pudo obtener longitudes de 0,16 µm hasta de 0,21 µm más no se pudo obtener el ancho de las mismas.

### 3.3.3. Variables utilizadas para el cálculo del rendimiento de la nanocelulosa

**Tabla 20-3:** Variables para la obtención de nanocelulosa

VARIABLE			
Tiempo (minutos)	25	30	
Relación v/p (ml/g)	10	15	20

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 21-3:** Resultados del rendimiento de la nanocelulosa de hojas de maíz

N°	Tratamiento	Variables	Repetición	Rendimiento	Promedio	Total
1	1	Re1 : t1	R1	4,642	4,346	13,037
2			R2	4,169		
3			R3	4,226		
4	2	Re1 : t2	R1	4,321	4,712	14,135

5			R2	4,949		
6			R3	4,865		
7	3	Re2 : t1	R1	5,498	5,518	16,554
8			R2	5,656		
9			R3	5,400		
10	4	Re2 : t2	R1	2,366	2,187	6,560
11			R2	2,088		
12			R3	2,106		
13	5	Re3 : t1	R1	3,923	3,665	10,996
14			R2	3,428		
15			R3	3,645		
16	6	Re3 : t2	R1	4,247	4,291	12,873
17			R2	4,304		
18			R3	4,322		

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 22-3:** Resultados del rendimiento de la nanocelulosa del tallo de maíz

N°	Tratamiento	Variables	Repetición	Rendimiento	Promedio	Total
1	1	Re1 : t1	R1	3,870	3,771	11,312
2			R2	3,827		
3			R3	3,615		
4	2	Re1 : t2	R1	3,848	3,897	11,69
5			R2	3,904		
6			R3	3,938		
7	3	Re2 : t1	R1	1,389	1,409	4,226
8			R2	1,399		
9			R3	1,438		
10	4	Re2 : t2	R1	1,643	1,663	4,988
11			R2	1,687		
12			R3	1,658		
13	5	Re3 : t1	R1	3,102	3,247	9,742
14			R2	3,427		
15			R3	3,213		
16	6	Re3 : t2	R1	1,708	1,704	5,113
17			R2	1,698		
18			R3	1,707		

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 23-3:** Prueba de homogeneidad de varianza de la nanocelulosa de hojas de maíz

	Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
Repeticion1	,909	1	4	,394
Repeticion2	,452	1	4	,538
Repeticion3	1,329	1	4	,313

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

El estadístico de Levene presenta un nivel de significancia crítico igual a 0,394 por tanto no puede rechazarse la hipótesis nula por tanto la diferencia de varianzas muestrales no es significativa.

**Tabla 24-3:** ANOVA de la nanocelulosa de las hojas de maíz

		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Repeticion1	Inter-grupos	1,632	1	1,632	1,765	,255
	Intra-grupos	3,699	4	,925		
	Total	5,330	5			
Repeticion2	Inter-grupos	,609	1	,609	,344	,589
	Intra-grupos	7,079	4	1,770		
	Total	7,688	5			
Repeticion3	Inter-grupos	,652	1	,652	,444	,542
	Intra-grupos	5,871	4	1,468		
	Total	6,523	5			

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

El análisis de varianza muestra niveles de significancia mayores al nivel de significancia de 0,05 y se concluye que las variables no están relacionadas, para este caso no es posible realizar la prueba post-hoc debido a que hay menos de tres grupos en las tres repeticiones.

**Tabla 25-3:** Prueba de homogeneidad de varianza de la nanocelulosa del tallo de maíz

	Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
Repeticion1	,004	1	4	,954
Repeticion2	,000	1	4	,989
Repeticion3	,061	1	4	,818

Realizado por: Guayasamín, M. 2021.

**Tabla 26-3:** ANOVA de la nanocelulosa del tallo de maíz

		<b>Suma de cuadrados</b>	<b>gl</b>	<b>Media cuadrática</b>	<b>F</b>	<b>Sig.</b>
Repeticion1	Inter-grupos	,776	1	,776	,232	,655
	Intra-grupos	13,386	4	3,347		
	Total	14,162	5			
Repeticion2	Inter-grupos	,930	1	,930	,268	,632
	Intra-grupos	13,892	4	3,473		
	Total	14,822	5			
Repeticion3	Inter-grupos	,641	1	,641	,197	,680
	Intra-grupos	13,041	4	3,260		
	Total	13,682	5			

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

El análisis de varianza realizado dio valores p que son mayores al valor del nivel de significancia de 0,05 por lo tanto, no se rechaza la hipótesis nula y se concluye que si hay diferencias significativas en los tratamientos para la obtención de nanocelulosa y no se realiza la prueba HSD de Tukey debido a lo mencionado anteriormente sobre el número de grupos.

### 3.3.4. Aplicación de la nanocelulosa obtenida

Para esto se hizo un micro estudio de cómo afecta la nanocelulosa a un biopolímero en la obtención de papel mediante el uso de papel y revistas recicladas, obteniendo así los siguientes datos.

	<b>M.P. usada (g)</b>	<b>Medidas (cm)</b>	<b>Nº láminas</b>	<b>Calibre en mm</b>	<b>Resistencia a la Tensión (N/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>% de Elongación</b>	<b>%Humeda d</b>
PAPEL	50	15x17	3	1,34	176,67	10	10,220
PAPEL+NANO CELULOSA	47	15x17	3	1,32	139,25	10	8,978

**Realizado por:** Guayasamín, M. 2021.

En cuanto a la materia prima utilizada se puede ver como al adicionar nanocelulosa se reduce 3g obteniendo el mismo número de láminas, también mejora el calibre debido a que en la norma INEN 2904 establece un mínimo de 0,06 mm de calibre mientras que no establece un máximo por lo que 1,32 mm es aceptable, en la misma norma establece que un porcentaje de humedad de tener como mínimo 5 y máximo 8% en este aspecto el papel con la nanocelulosa presenta un valor

de 8,978%*H* que es muy cercano al máximo permitido además de estar por debajo del obtenido del papel sin nanocelulosa.

### **3.4. Prueba de Hipótesis**

Para verificar si las hipótesis planteadas se rechazan o son válidas, los datos obtenidos durante la experimentación fueron sometidos a un análisis estadístico empleando la herramienta estadística del ANOVA en el programa SPSS para obtener confiabilidad en la comprobación de hipótesis.

#### **3.4.1. Hipótesis específicas**

##### *3.4.1.1. Hipótesis 1*

- La caracterización de la materia prima contribuye a la interpretación de la composición del rastrojo de maíz.

Es de gran ayuda obtener datos sobre la composición del rastrojo puesto que se ha demostrado variaciones significativas en el porcentaje de fibra cruda y esto dependerá de la madurez que tenga la planta, así también esto ayudará en la experimentación debido a que ha mayor cantidad de fibra mayor será el rendimiento de extracción de celulosa y menores serán las sustancias complementarias como grasa, proteína, cenizas.

##### *3.4.1.2. Hipótesis 2*

- El rendimiento de la celulosa de maíz se estima con diferentes concentraciones de la solución.

Finalizada la parte experimental, los resultados obtenidos en relación al rendimiento verifican que a una concentración al 5% de NaOH se obtienen valores de 27,15% para la celulosa de las hojas y de 29,83% para la celulosa del tallo además de que bibliográficamente se ha utilizado esta concentración de álcali para estudios anteriores. (Montilivi, 2008, p. 4) detalla que al usar una concentración del 5% de NaOH es muy bueno para los residuos del tallo de maíz y esto se puede evidenciar con el rendimiento promedio que se obtuvo de toda la parte experimental.

#### *3.4.1.3. Hipótesis 3*

- A partir de la celulosa obtenida con un rendimiento eficiente se extraerá la nanocelulosa que servirá de material de refuerzo.

Se pudo comprobar mediante la espectroscopia infrarroja que es posible utilizar la celulosa extraída en aplicaciones como: pinturas, papel, entre otras.

#### *3.4.1.4. Hipótesis 4*

- La caracterización de la nanocelulosa por análisis de SEM y FTIR servirá para la comprobación de la nanocelulosa obtenida y el tamaño en nanómetros y así reforzar materiales biopoliméricos.

Las pruebas del FT-IR arrojaron bandas similares para los dos tipos de nanocelulosa y estas a la vez tienen bandas similares a la pulpa de celulosa obtenida lo que da a entender que fue exitoso el tratamiento empleado, además el microscopio de barrido arrojó imágenes en las cuales se puede observar tamaños menores a 2000 nm de longitud y menores a 100 nm de ancho lo que es positivo debido a que estos tamaños son correctos para las nanoestructuras.

## CONCLUSIONES

- Se obtuvo nanocelulosa a partir del rastrojo de maíz mediante el proceso de hidrólisis ácida.
- De acuerdo a las partes de la materia prima se analizó las características físico-químicas seleccionada para el estudio debido a que no hay mayor información de dichas partes de la planta y lo más relevante fue el porcentaje de fibra teniendo un valor para las hojas de 70,70% y de 72,46% para el tallo.
- Se separó de forma eficiente la celulosa de los demás componentes del rastrojo de maíz siguiendo la metodología química, la cual ayudo en la remoción de lignina, ceras, etc., que pudiesen estar en la materia prima y para esto se comparó con una CC comercial marca LOBA CHEMIE PVT.LTD demostrando su similitud con las muestras obtenidas.
- Se determinó mediante experimentación que el rendimiento óptimo para la nanocelulosa de hojas de maíz fue mediante el tratamiento 2 que tenía una relación v/p de 15 ml/g con un tiempo de reacción de 30 minutos así también se puede concluir que a la misma relación pero menor tiempo de reacción el rendimiento baja por lo tanto si se incrementa el tiempo de reacción se debe disminuir la relación acido/celulosa, mientras que para la nanocelulosa del tallo de maíz el mejor rendimiento se obtuvo en el tratamiento 1 que tiene una relación v/p de 20 ml/g y un tiempo de 25 y 30 minutos esto debido a que en ambos tiempos se obtuvo porcentajes de rendimiento similares por lo que a mayor relación v/p y a altos tiempos de reacción la nanocelulosa tiene mejores rendimientos.
- El análisis de espectroscopía infrarroja IR demostró para ambos casos de nanocelulosa obtener los grupos funcionales y bandas características de la nanocelulosa esto comparando con otras nanocelulosa bibliográficamente, en cuanto al MEB debido a la dificultad de observación debido al recubrimiento necesario no se obtuvo datos de ancho pero longitudes si sobrepasando la longitud que debería tener una nanoestructuras.
- Debido a la ineficiencia del tratamiento y a no obtener resultados óptimos en la nanocelulosa la aplicación a un biopolímero no fue significativamente buena, sin embargo en la aplicación a un papel reciclado se puede observar cómo se utiliza menor cantidad de materia prima y el espesor se disminuye respecto al obtenido en experimentación, también el porcentaje de humedad se reduce casi obteniendo el valor máximo permitido por la norma INEN 2904, por tanto pese a los resultados la nanocelulosa obtenida ayuda a mejorar las propiedades físicas de este biomaterial.

## **RECOMENDACIONES**

Generar una norma capaz de regular la extracción de celulosa y nanocelulosa de forma directa, así como también normas de calidad para varios tipos de materia prima.

Proveer de equipos para la caracterización idónea de los tipos de celulosa y nanocelulosa para mejorar las investigaciones futuras en el campo de materiales compuestos.

Determinar el porcentaje de cristalinidad y potencial zeta de los mejores tratamientos en la obtención de nanocelulosa y analizar si incrementan o no respecto a las variables de experimentación.

Generar estudios para la obtención de nanocelulosa a partir de diversos residuos y sus posibles aplicaciones en el ámbito industrial

## **BIBLIOGRAFIA**

**ACOSTA, R.** (2009) 'El Cultivo Del Maíz, Su Origen Y Clasificación. El Maiz En Cuba', *Cultivos Tropicales*, 30(2), pp. 113–120.

**AGROKREBS** (2020) *Morfología del maíz*. Available at: <https://www.agrokrebs.mx/>.

Alimentos de Origen Vegetal, G. de I. (2015) *Procesado, Calidad e Ingredientes*. Available at: <https://www.ucm.es/alivef/noticias/>.

**ANWAR, Z., GULFRAZ, M. AND IRSHAD, M.** (2014) 'Agro-industrial lignocellulosic biomass a key to unlock the future bio-energy: A brief review', *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*. Elsevier Ltd, 7(2), pp. 163–173. doi: 10.1016/j.jrras.2014.02.003.

**BARAY-GUERRERO, M. DEL R. ET AL.** (2019) 'Tratamiento de la biomasa lignocelulósica mediante la pirólisis lenta y a baja temperatura para la producción de biocombustibles', *Revista de Energías Renovables*, 3(9), pp. 1–9. doi: 10.35429/jre.2019.9.3.1.9.

**BIOPLASTICS, E. O. F.** (2018) 'Agro-Industrial Residues Generated in Ecuador for the', pp. 227–246.

**BÖRJESSON, M. AND WESTMAN, G.** (2017) *Crystalline Nanocellulose — Preparation , Modification , and Properties Crystalline Nanocellulose — Preparation , Modification , and Properties*, *Celulosa: Aspectos fundamentales y tendencias actuales*. Edited by M. Poletto. Gotemburgo-Suecia. doi: 10.5772/61899.

**CAI, M. ET AL.** (2015) 'Influence of alkali treatment on internal microstructure and tensile properties of abaca fibers', *Industrial Crops & Products*. Elsevier B.V., 65, pp. 27–35. doi: 10.1016/j.indcrop.2014.11.048.

**CAMPANO, C.** (2019) *Alternativas para facilitar el uso de nanocelulosas en la producción de papel reciclado*. Universidad Complutence de Madrid.

**CASTILLO, A. ET AL.** (2012) 'Aprovechamiento Integral de los productos lignocelulosicos', *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 13(4), pp. 140–150.

**CASTRO, C. F. AND DELGADO, F.** (2016) 'La nanocelulosa : propiedades y aplicaciones.',

*Instituto Nacional De Electricidad y Energías Limpias*, pp. 56–60. Available at: <https://www.ineel.mx//boletin022016/divulga.pdf>.

**CORTES, W.** (2014) ‘Tratamientos aplicables a materiales lignocelulósicos para la obtención de etanol y productos químicos’, *Revista de Tecnología*, 13, pp. 39–44. Available at: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6041572>.

**CORTES, W. G.** (2011) ‘Materiales lignocelulósicos como fuente de biocombustibles y productos químicos’, *TecnoESUFA: revista de tecnología aeronáutica*, 16, pp. 41–46. Available at: <https://publicacionesfac.com/index.php/TecnoESUFA/article/view/366>.

**CORTÍNEZ, V.** (2010) *Comparación De Pretratamientos En Residuos Forestales Para La Producción De Bioetanol De Segunda Generación: Hidrólisis Ácida Y Líquidos Iónicos*, Universidad de Chile. Universidad de Chile.

**COSTA, L. A. S. ET AL.** (2015) ‘Extraction and Characterization of Nanocellulose from Corn Stover’, *Materials Today: Proceedings*. Elsevier Ltd., 2(1), pp. 287–294. doi: 10.1016/j.matpr.2015.04.045.

**CURY R, K. ET AL.** (2017) ‘Residuos agroindustriales su impacto, manejo y aprovechamiento’, *Revista Colombiana de Ciencia Animal - RECIA*, 9(S), p. 122. doi: 10.24188/recia.v9.ns.2017.530.

**DU, H. ET AL.** (2016) ‘Preparation and characterization of thermally stable cellulose nanocrystals via a sustainable approach of FeCl<sub>3</sub>-catalyzed formic acid hydrolysis’, *Cellulose*. Springer Netherlands, 23(4), pp. 2389–2407. doi: 10.1007/s10570-016-0963-5.

**EHMAN, N. V.** (2019) *Nanocelulosa a partir de residuos agro y forestoindustriales*, Conicet. Universidad Nacional de Misiones. Available at: [https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/80941/CONICET\\_Digital\\_Nro.29e13ccb-f7f1-40cb-aef2-41f29c4000f4\\_B.pdf?sequence=5&isAllowed=y](https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/80941/CONICET_Digital_Nro.29e13ccb-f7f1-40cb-aef2-41f29c4000f4_B.pdf?sequence=5&isAllowed=y).

**ELCOMERCIO.COM** (2021) ‘El Ministerio de Agricultura fijó en USD 14,60 el precio del quintal de maíz para el 2021’, *El Comercio*, 17 February, p. 1. Available at: <https://www.elcomercio.com/actualidad/negocios/ministerio-agricultura-fijo-precio-maiz.html>.

**ESTRADA CRUZ, C.** (2017) ‘Cruz Estrada Carolina UNIVERSIDAD NACIONAL

AUTONOMA DE MÉXICO FACULTAD DE QUÍMICA QUÍMICA DE ALIMENTOS I', (Mcc). Available at: [http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Seminario-Celulosa\\_27101.pdf](http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Seminario-Celulosa_27101.pdf).

**ESTRADA, J. AND MÉNDEZ, A.** (2016) 'Efecto de nanopartículas de plata (AgNPs) sobre la calidad fisiológica de la semilla de maíz (*Zea mays L.*)', *Tlamati*, 3, pp. 1–15.

**GAVILANES, I.** (2016) *Sostenibilidad del sector agroindustrial de Ecuador mediante el compostaje de sus residuos y el uso agrícola de los materiales obtenidos*. Universidad Miguel Hernández de Elche. Available at: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=60918>.

**GELLERSTEDT, G. L. F. AND HENRIKSSON, E. G.** (2008) 'Lignins: Major sources, structure and properties', *Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*, pp. 201–224. doi: 10.1016/B978-0-08-045316-3.00009-0.

**GUACHO ABARCA, E. F.** (2014) *Caracterización Agro-morfológica del maíz (Zea mays L.) de la localidad San José de Chazo*. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

**GUTIERREZ SUÁREZ, A., DEL RÍO, J. C. AND BOLAÑOS GUZMÁN, J. M.** (1983) *Composición química de diversos materiales lignocelulósicos de interés industrial y análisis estructural de sus ligninas*, *The Journal of Nihon University School of Dentistry*. Universidad de Sevilla. doi: 10.2334/josnugd1959.25.284.

**HERNANDEZ MARTINEZ, H.** (2013) "utilización de lignina de olote de maíz como componente en películas base almidón". UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA.

**HERRERA, M. AND BONILLA, L. S. O.** (2019) *Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de Puntas de Abacá, Afinidad*.

**HIRAM, V. C.** (2019) *Métodos de extracción de nanocelulosa a partir de residuos de Agave spp.* Universidad Tecnológica del Vale de Toluca. Available at: <http://ri.uaemex.mx/bitstream/handle/20.500.11799/106081/Tesis+Métodos+de+extracción+de+nanocelulosa+a+partir+de+residuos+de+Agave.pdf?sequence=1>.

**HOLGADO, F.D., HERNÁNDEZ, M.E., TORRES, J.C. Y FERNÁNDEZ, J. L.** (2007) 'Tema : Composición de Maiz', (cuadro 2), pp. 159–160.

**HUANG, J., DUFRESNE, A. AND LIN, N.** (2019) *Nanocellulose: From fundamentals to advanced materials*, *Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Materials*. doi: 10.1002/9783527807437.

**INEC- ESPAC** (2019) ‘Principales Resultados ESPAC’.

**JIMÉNEZ MUÑOZ, E. ET AL.** (2017) ‘Obtaining pulp from waste of Agave salmiana B’, *Dyna*, 84(200), pp. 253–260. Available at: <http://dx.doi.org/10.15446/dyna.v84n200.58906>.

**KARGARZADEH, H., AHMAD, I. AND THOMAS, S.** (2017) *Handbook of Cellulose Nanocomposites*.

**KELLER, S.** (2019) ‘Por Qué el Papel Prospera En un Mundo Digital’, *ChemMatters*, pp. 5–8.

**KLEMM, D. ET AL.** (2018) ‘Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today’s state’, *Materials Today*. Elsevier Ltd, 21(7), pp. 720–748. doi: 10.1016/j.mattod.2018.02.001.

**LI, B. ET AL.** (2015) ‘Cellulose nanocrystals prepared via formic acid hydrolysis followed by TEMPO-mediated oxidation’, *Carbohydrate Polymers*. Elsevier Ltd., 133, pp. 605–612. doi: 10.1016/j.carbpol.2015.07.033.

**LIÑAN, C. Y. R.** (2016) *Obtención De Nanocelulosa a Partir Del Agave Salmiana Y Su Uso En La Preparación De Películas Conductoras*. Universidad Autónoma de Nuevo León.

**LOZANO, L. M. AND BELDA, E. B.** (2020) *ESTUDIO DE LA POSIBILIDAD DE OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA EXTRAÍDA DEL ALGA POSIDONIA OCEÁNICA PARA EL TRATAMIENTO DE TEXTILES*.

**LUSIANA, S. E., SRIHARDYASTUTIE, A. AND MASRURI, M.** (2019) ‘Cellulose nanocrystal (CNC) produced from the sulphuric acid hydrolysis of the pine cone flower waste (Pinus merkusii Jungh et de Vriese)’, *Journal of Physics: Conference Series*, 1374(1), p. 6. doi: 10.1088/1742-6596/1374/1/012023.

**M.C. PECH COHUO, S. C.** (2018) *Obtención y Modificación de Nanocrsitaes de celulosa de residuos de agave tequilana weber para la producción de nanorefuerzos para Poli(ácido láctico)*, *New England Journal of Medicine*. Available at:

<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/7556065> <http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=PMC394507> <http://dx.doi.org/10.1016/j.humpath.2017.05.005> <https://doi.org/10.1007/s00401-018-1825-z> <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/27157931>.

**MANRÍQUEZ GONZÁLEZ RICARDO, HARO MARES NADIA BERENICE, LAUREANO ANZALDO CÉSAR MARIO, ROBLEDO ORTÍZ JORGE RAMÓN, M. C. J. C.** (2019) 'FUNCIONALIZACIÓN QUÍMICA DE CELULOSA CON ZWITTERIONES: SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y POSIBLES APLICACIONES'. México D.F., pp. 1–75.

**MANSOURI, N. EL** (2007) *Escola Tècnica Superiora d' Enginyeria Química Despolimerización de lignina para su aprovechamiento en adhesivos para producir tableros de partículas.*

**MARTÍN, ANA BALEA. NEGRO, C.** (2017) *Celulosa nanofibrilada y su aplicación en la industria papelera para la mejora de productos reciclados.* Universidad Complutense de Madrid. Available at: <https://eprints.ucm.es/51702/1/T40982.pdf>.

**MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERÍA** (2019) *No Title, Agricultura, la base de la economía y la alimentación.* Available at: <https://www.agricultura.gob.ec/agricultura-la-base-de-la-economia-y-la-alimentacion/>.

**MONTES PÉREZ, S.** (2020) *Refuerzos celulósicos procedentes de residuos agrícolas. aplicación de la nanocelulosa en la preparación de biocomposites biodegradables.* Universidad del País Vasco.

**MONTILIVI, C.** (2008) 'RESIDUOS DE TALLO DE MAÍZ COMO REFUERZO DE', pp. 23–24.

**NATAGAIMA GÓMEZ, C. G.** (2018) *Obtención de celulosa a partir de residuos de la poda de pasto común por medio de líquido iónico (cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio), Director.* Universidad Nacional Abierta y a Distancia. Available at: [http://awsassets.wwfnz.panda.org/downloads/earth\\_summit\\_2012\\_v3.pdf](http://awsassets.wwfnz.panda.org/downloads/earth_summit_2012_v3.pdf) <http://hdl.handle.net/10239/131> [https://www.uam.es/gruposinv/meva/publicaciones/jesus/capitulos\\_espanyol\\_jesus/2005\\_motivacion\\_para\\_el\\_aprendizaje\\_Perspectiva\\_alumnos.pdf](https://www.uam.es/gruposinv/meva/publicaciones/jesus/capitulos_espanyol_jesus/2005_motivacion_para_el_aprendizaje_Perspectiva_alumnos.pdf) <https://ww>.

**PACHECO, C.- ET AL.** (2004) 'Celulosa bacteriana en gluconacetobacter xylinum: biosíntesis

y aplicaciones', *Tip Revista Especializada en Ciencias Químico-Biológicas*, 7(1), pp. 18–25.

**PÉREZ RIESGO, L.** (2016) *Valorización de residuos biomásicos de poda forestal en energía y medio ambiente*. Universidad de Oviedo.

**PHANTHONG, P. ET AL.** (2017) 'A facile one-step way for extraction of nanocellulose with high yield by ball milling with ionic liquid', *Cellulose*. Springer Netherlands, 24(5), pp. 2083–2093. doi: 10.1007/s10570-017-1238-5.

**RAMÍREZ, J. A. Á.** (2019) *Tesis Doctoral Obtención Y Esterificación Sostenible De CONICET*.

**SÁEZ PADILLA, J.** (2010) '(Universidad de Huelva)', *Files.Bartolomevazquezbernal*. ..., p. 724. Available at: <http://www.researcherid.com/rid/I-2366-2012>.

**SÁNCHEZ, A. Y G.** (2011) *Conceptos básicos de gestión ambiental y desarrollo sustentable*. Primera ed. Edited by S. y G. Editores. México D.F. Available at: <http://library1.nida.ac.th/termpaper6/sd/2554/19755.pdf>.

**SÁNCHEZ ORTEGA, I.** (2014) 'Maíz I (Zea mays)', *Reduca (Biología)*. *Serie Botánica*, 7(2), pp. 151–171. Available at: <http://revistareduca.es/index.php/biologia/article/viewFile/1739/1776%0A%0A>.

**SILVÉRIO, H. A. ET AL.** (2013) 'Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites', *Industrial Crops and Products*. Elsevier B.V., 44, pp. 427–436. doi: 10.1016/j.indcrop.2012.10.014.

**SUÁREZ FORERO, S. J.** (2017) *Evaluación del desempeño del pretratamiento con peróxido de hidrógeno sobre mezclas de biomasa lignocelulósica (bagazo de caña panelera y hojarasca)*, *Explorations in Economic History*. Universidad Santo Tomás. doi: 10.1080/00033799300200371.

**SULBARÁN RANGEL, B. C. ET AL.** (2019) 'Nanomateriales celulósicos para la adsorción de contaminantes emergentes TT - Cellulosic nanomaterials for adsorption of emerging contaminants', *Tecnura*, 23(62), pp. 5–10. Available at: [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0123-921X2019000400005&lang=pt%0Ahttp://www.scielo.org.co/pdf/tecn/v23n62/0123-921X-tecn-](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-921X2019000400005&lang=pt%0Ahttp://www.scielo.org.co/pdf/tecn/v23n62/0123-921X-tecn-)

23-62-5.pdf.

**SUNDARRAJ, A. A. AND RANGANATHAN, T. V.** (2018) 'A review on cellulose and its utilization from agro-industrial waste', *Drug Invention Today*, pp. 89–94.

**TORRES RAMOS, R. ET AL.** (2015) *Lignina obtenida de residuos agrícolas como biocombustible de tercera generación.*, *Ciencia y Tecnología*. doi: 10.18682/cyt.v1i15.290.

**TRACHE, D.** (2018) 'Nanocellulose as a promising sustainable material for biomedical applications', *AIMS Materials Science*, 5(2), pp. 201–205. doi: 10.3934/matserci.2018.2.201.

**TROYA RONQUILLO, A.** (2019) *Investigación teórico-experimental sobre las aplicaciones de nanocelulosa en la obtencion y mejoramiento de materiales de construcción.* Barcelona. Available at: [https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2117/167032/Memòria\\_TroyaAdriana\\_Zulay.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2117/167032/Memòria_TroyaAdriana_Zulay.pdf?sequence=1&isAllowed=y).

**VALLEJOS, MARÍA E.; AREA, M. C. N.** (2019) 'Producción Y Usos De La Celulosa Nanofibrilada Y Microfibrilada'. Edited by M. C. Vallejos, María Evangelina; Area, p. 173.

**VARGAS CORREDOR, Y. A. AND PERÉZ PÉREZ, L. I.** (2018) 'Aprovechamiento de residuos agroindustriales en el mejoramiento de la calidad del ambiente', *Revista Facultad de Ciencias Básicas*, V(1), pp. 59–72. doi: 10.18359/rfcb.3108.

**WANG, Y. ET AL.** (2015) 'Study on Nanocellulose by High Pressure Homogenization in Homogeneous Isolation', 16(3), pp. 572–578. doi: 10.1007/s12221-015-0572-1.

**WIDIARTO, S. ET AL.** (2016) 'Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose from Agro-industrial waste - Cassava Peel', *Journal of Physics: Conference Series*, 755(1), p. 7. doi: 10.1088/1742-6596/755/1/011001.

**YADAV, SUDESH KUMAR. SINGLA, RUBBEL. GULIANI, ANIKA. KUMARI, A.** (2016) 'Nanocellulose and Nanocomposites', *Nanoscale Materials in Targeted Drug Delivery, Theragnosis and Tissue Regeneration*, pp. 1–172. doi: 10.1007/978-981-10-0818-4.

## ANEXOS

### ANEXO A: ANÁLISIS DE FIBRA DE LA MATERIA PRIMA



#### INFORME DE ANÁLISIS

<b>ANÁLISIS SOLICITADO POR:</b> Marlon Alexis Guayasamín Guachamin
<b>TIPO DE MUESTRA:</b> Hojas y tallos de maíz
<b>FECHA DE ENTREGA:</b> 28 de junio de 2021
<b>PROCEDENCIA DE LA MUESTRA:</b> Riobamba

#### Examen Físico

<b>COLOR:</b> Característico
<b>OLOR:</b> Característico
<b>ASPECTO:</b> Normal libre de material extraño

Examen realizado a 5g de muestra

Hojas de maíz			
Determinaciones	Unidades	*Métodos de análisis	Resultados
Fibra	%	Método gravimétrico por digestión ácido base	24,05
Tallos de maíz			
Determinaciones	Unidades	*Métodos de análisis	Resultados
Fibra	%	Método gravimétrico por digestión ácido base	26,98

#### Observaciones:

Atentamente.



Dra. Gina Álvarez R.  
RESPONSABLE TÉCNICO LABORATORIO

Nota: El presente informe afecta solo a la muestra analizada

Avenida 9 de Octubre # 12 y Madrid  
Contáctanos: ☎0998580374 ☎032 942 322  
Saqmic Laboratorio  
Riobamba - Ecuador

**ANEXO B: PRE-TRATAMIENTO A LA MATERIA PRIMA**

<p style="text-align: center;"><b>A</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>B</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>C</b></p> 
<p><b>Descripción</b></p> <p><b>A. Ablandamiento de la lignina</b></p> <p><b>B. Producto del ablandamiento</b></p> <p><b>C. Secado de la materia prima</b></p>	<p><b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p><b>Realizado por: Marlon Guayasamín</b></p>	<p><b>Tema:</b></p> <p><b>Pre tratamiento de la materia prima</b></p>

## ANEXO C: HIDRÓLISIS ALCALINA

<p style="text-align: center;"><b>A</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>B</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>C</b></p> 
<p><b>Descripción</b></p> <p>A. Peso de la materia pre tratada</p> <p>B. Hidrólisis alcalina</p> <p>C. Lavado después de la hidrólisis</p>	<p style="text-align: center;"><b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p style="text-align: center;"><b>Realizado por:</b> Marlon Guayasamín</p>	<p><b>Tema:</b></p> <p><b>Hidrólisis alcalina</b></p>

## ANEXO D: BLANQUEO DE CELULOSA

<p style="text-align: center;"><b>A</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>B</b></p> 	<p style="text-align: center;"><b>C</b></p> 
<p><b>Descripción</b></p> <p>A. Blanquear con NaClO</p> <p>B. Enfriamiento de la solución</p> <p>C. Lavado después del blanqueamiento</p>	<p style="text-align: center;"><b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b></p> <p style="text-align: center;"><b>Realizado por:</b> Marlon Guayasamín</p>	<p><b>Tema:</b></p> <p><b>Blanqueamiento de la celulosa</b></p>

## ANEXO E: CELULOSA OBTENIDA

A



B



### Descripción

- A. Pasta de celulosa blanqueada
- B. Producto final celulosa cristalina

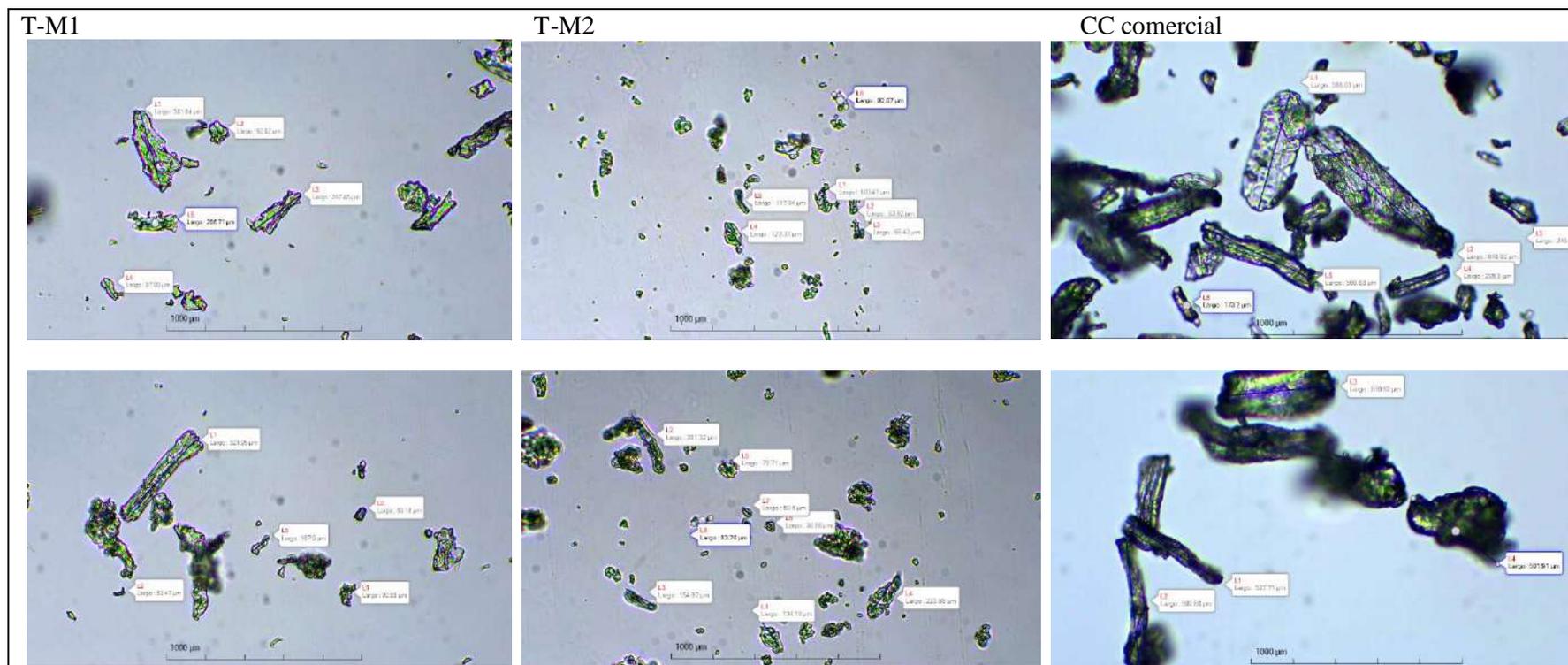
ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA  
DE CHIMBORAZO  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA

Realizado por:  
Guayasamín Marlon

### Tema:

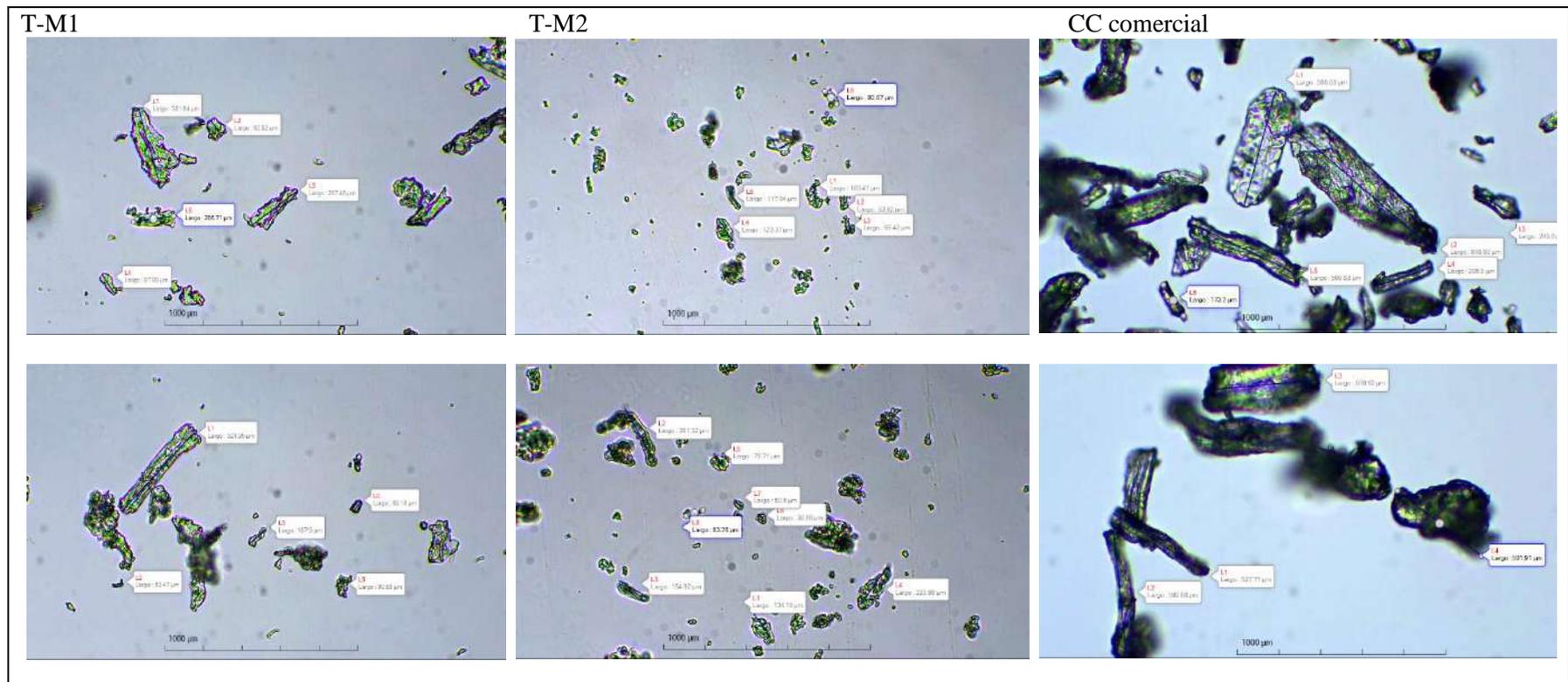
Obtención de celulosa blanqueada

**ANEXO F: IMÁGENES DE LA CELULOSA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO- LENTE 10X**



<p><b>Descripción</b></p>	<p align="center"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE                  CHIMBORAZO                  FACULTAD DE CIENCIAS                  ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA</b> </p> <p align="center"> <b>REALIZADO POR:                  Guayasamín Marlon</b> </p>	<p><b>Tema:</b></p>
<p>T-M1: celulosa del tallo muestra 1                  T-M2: celulosa del tallo muestra 2                  CC comercial: celulosa cristalina comercial</p>		<p>Observación y medición de las fibras de celulosa con el lente de 40X</p>

**ANEXO G: IMÁGENES DE LA CELULOSA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO- LENTE 40X**



<p><b>Descripción</b></p>	<p align="center"> <b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE                  CHIMBORAZO                  FACULTAD DE CIENCIAS                  ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA</b> </p> <p align="center"> <b>REALIZADO POR:                  Guayasamín Marlon</b> </p>	<p><b>Tema:</b></p>
<p>T-M1: celulosa del tallo muestra 1                  T-M2: celulosa del tallo muestra 2                  CC comercial: celulosa cristalina comercial</p>		<p>Observación y medición de las fibras de celulosa con el lente de 40X</p>

## ANEXO H: INSTRUCCIONES DE USO DEL ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO FT-IR

**ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO FT-IR**  
Laboratorio de Química Instrumental

**Instrucciones de Uso**

- 1.- Conectar el equipo y el ordenador a un tomacorriente de 110V.
- 2.- Proporcionar energía al equipo presionando el switch **POWER** ubicado en la parte posterior derecha.
- 3.- Encender el equipo presionando el switch **POWER** ubicado en la parte superior derecha del equipo y esperar cinco minutos hasta que los parámetros de análisis estén listos.
- 4.- Para iniciar el barrido encender el ordenador e ir a: Inicio/Todos los programas/ JASCO/ SpectraManager.
- 5.- Iniciar el programa **SpectraManager** y seleccionar **Quick-Start**.
- 6.- Limpiar con algodón y alcohol el área de muestra (Cristal de seleniuro de zinc, soporte y capuchón de tornillo) ubicada en la parte interior central del equipo.
- 7.- Realizar el **Background** al verificar la ausencia de sustancia en el área de muestra, cerrar la tapa del equipo y presionar el botón **START** ubicado en la parte frontal.
- 8.- Realizar el barrido espectral colocando la muestra líquida (2 gotas) o sólida (polvo) sobre el cristal del área de muestra, quitar el seguro ubicado en la parte posterior, jalar hacia adelante el tornillo de ajuste, ajustarlo hasta que muestre fricción, cerrar la tapa y pulsar **START**.
- 9.- Procesar el espectro utilizando el programa **Spectra Analysis**, corregir las escalas seleccionando el icono , corregir la línea base seleccionando  (ubicar la línea azul cercana a los puntos altos de los picos y seleccionar OK) y eliminar el CO2 seleccionando el icono  (intervalos automáticos, presionar OK).
- 10.- Identificar los picos más relevantes seleccionando el icono . Etiquetar los picos automáticamente asignando límites de lectura y presionar **Apply** o manualmente moviendo la línea vertical azul y dar click en **Add**. Eliminar los picos menos relevantes, seleccionando el número de onda de la parte izquierda y la opción **Delete** y seleccionar OK.
- 11.- Generar las líneas auxiliares seleccionando , habilitar todas y pulsar OK.
- 12.- Guardar el archivo seleccionando: **File / Save As**. Y guardar el espectro como una imagen, seleccionando **Edit/ Copy as/ Bitmap** y pegar en un procesador de texto.
- 13.- Desajustar el tornillo de ajuste y repetir el paso 6
- 14.- Repetir los pasos 8, 9, 10, 11, 12 y 13 con todas las muestras.