



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**OBTENCIÓN DE CELULOSA MICROCRISTALINA APLICANDO
HIDRÓLISIS ÁCIDA A PARTIR DEL BAGAZO DE LA CAÑA DE
AZÚCAR (*Saccharum officinarum*) PROVENIENTE DE LA
PARROQUIA BALSAPAMBA-BOLÍVAR**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar el grado académico de:

INGENIERO QUÍMICO

AUTOR: DIEGO JOEL MUÑOZ RODRÍGUEZ

DIRECTORA: Ing. LINDA MARIUXI FLORES FIALLOS, MsC.

Riobamba – Ecuador

2022

© 2022, **Diego Joel Muñoz Rodríguez**

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

Yo, DIEGO JOEL MUÑOZ RODRÍGUEZ, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular 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 Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 03 de marzo del 2022

**DIEGO JOEL
MUÑOZ
RODRIGUEZ** Firmado
digitalmente por
DIEGO JOEL MUÑOZ
RODRIGUEZ
Fecha: 2022.04.12
10:46:54 -05'00'

Diego Joel Muñoz Rodríguez

020191199-7

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; tipo: Proyecto de Investigación, **OBTENCIÓN DE CELULOSA MICROCRISTALINA APLICANDO HIDRÓLISIS ÁCIDA A PARTIR DEL BAGAZO DE LA CAÑA DE AZÚCAR (*Saccharum officinarum*) PROVENIENTE DE LA PARROQUIA BALSAPAMBA-BOLÍVAR**, realizado por el señor: **DIEGO JOEL MUÑOZ RODRÍGUEZ**, 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.

	FIRMA	FECHA
Ing. Marco Raul Chuiza Rojas, Mgs. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL	 MARCO RAUL CHUIZA	2022-03-03
Ing. Linda Mariuxi Flores Fiallos, MsC. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR	 LINDA MARIUXI FLORES FIALLOS	2022-03-03
Ing. Violeta Maricela Dalgo Flores, Mgs. MIEMBRO DEL TRIBUNAL	 VIOLETA MARICELA DALGO FLORES	2022-03-03

DEDICATORIA

El presente trabajo va dedicado a mis padres especialmente a mi madre Célida quien ha estado siempre a mi lado impartíendome siempre sus consejos y apoyo incondicional para llegar lejos y triunfar en la vida, a mi padre quien a pesar de su ausencia me ha apoyado económicamente, a prima Lisbeth quien fue una persona muy fuerte y llena de humildad que hoy en día es una ángel que nos cuida desde el cielo a toda nuestra familia, a mis abuelos Elina y Dimas quienes desde pequeño me han cuidado, me han visto crecer y han sido parte de mi hogar, a mi hermana, cuñado y sobrino quienes han sido parte de mi formación y siempre me han acogido de la mejor manera, y en general a toda mi familia quienes.

Diego

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer primeramente a Dios por darme el conocimiento y el valor para poder haber avanzado hasta este punto.

A mi familia quien siempre me ha apoyado en todo y quienes han estado para mí en las buenas y en las malas dándome su cariño y sus mejores aprendizajes.

A mi directora de tesis Ing. Linda Flores y colaboradora Ing. Violeta Dalgo por su apoyo, conocimientos, y pautas en el tiempo invertido durante el desarrollo de este trabajo de Integración Curricular y que se lo haya elaborado de la mejor manera.

A mis amigos que durante la carrera nos hemos dado el apoyo incondicional en todo momento para poder llegar a cumplir esta meta tan importante.

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias y escuela de Ingeniería Química conjuntamente con los docentes quienes nos han impartido su conocimiento de la mejor manera, técnicos de laboratorio por el apoyo y acogida en las instalaciones de los laboratorios para llevar a cabo este Trabajo de Integración Curricular.

Diego

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE GRÁFICAS.....	xiii
ÍNDICE DE ECUACIONES	xiv
ÍNDICE DE ANEXOS	xv
RESUMEN.....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	2
1.1. Antecedentes de la investigación.....	2
1.2. Marco teórico.....	3
1.2.1. Caña de azúcar	3
1.2.2. Taxonomía de la caña de azúcar	5
1.2.3. Residuos de la caña de azúcar	5
1.2.4. Bagazo de caña de azúcar.....	5
1.2.5. Fibras Lignocelulósicas.....	6
1.2.5.1. Composición química de las fibras lignocelulósicas	6
1.2.5.2. Celulosa	8
1.2.5.3. Lignina	9
1.2.5.4. Hemicelulosa.....	10
1.2.6. Celulosa microcristalina (MCC).....	11
1.2.6.1. Generalidades	11
1.2.6.2. Métodos de obtención	11
1.2.6.3. Aplicaciones a nivel industrial.....	12
1.2.7. Hidrólisis alcalina.....	13
1.2.8. Hidrólisis ácida de celulosa	13
1.2.9. Blanqueamiento de celulosa	14
1.2.10. Fundamentos de Microscopia electrónica de barrido (SEM)	14

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	16
2.1.	Objetivos de la investigación	16
2.1.1.	Objetivo general	16
2.1.2.	Objetivos específicos	16
2.2.	Hipótesis y especificación de variables	16
2.2.1.	Hipótesis general	16
2.2.2.	Hipótesis específicas	16
2.3.	Identificación de variables	17
2.4.	Operacionalización de variables	18
2.5.	Matriz de consistencia	20
2.6.	Tipo y diseño de investigación	23
2.6.1.	Tipo de investigación	23
2.6.2.	Diseño de la investigación	23
2.6.2.1.	<i>Descripción de los equipos, materiales, reactivos y materia prima</i>	26
2.7.	Unidad de análisis	28
2.8.	Población de estudio	28
2.9.	Tamaño de muestra	28
2.10.	Selección de muestra	28
2.11.	Técnicas de recolección de datos	29
2.11.1.	Caracterización del bagazo de caña de azúcar	29
2.11.1.1.	<i>Determinación del contenido de celulosa</i>	29
2.11.1.2.	<i>Determinación del contenido de lignina</i>	30
2.11.1.3.	<i>Determinación del contenido de hemicelulosa</i>	31
2.11.1.4.	<i>Determinación de cenizas</i>	32
2.11.1.5.	<i>Determinación de humedad</i>	33
2.11.2.	Obtención de celulosa	33
2.11.2.1.	<i>Extracción de celulosa</i>	33
2.11.3.	Obtención de celulosa microcristalina	35
2.11.3.1.	<i>Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)</i>	35
2.11.3.2.	<i>Determinación de pureza de celulosa microcristalina (MCC)</i>	36
2.11.3.3.	<i>Determinación de pérdida por secado</i>	37
2.11.3.4.	<i>Determinación de sustancias solubles en agua</i>	37
2.11.4.	Análisis SEM	38
2.11.4.1.	<i>Metalización de muestras</i>	38
2.11.4.2.	<i>Análisis SEM</i>	39

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	40
3.1.	Datos	40
3.1.1.	Caracterización de la materia prima	40
3.1.2.	Secado de la materia prima	40
3.1.3.	Obtención de celulosa a partir del bagazo de la caña de azúcar	42
3.1.3.1.	<i>Propiedades de la celulosa</i>	43
3.1.4.	Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)	43
3.1.4.1.	<i>Propiedades de la celulosa microcristalina</i>	44
3.2.	Cálculos	45
3.2.1.	Caracterización de la materia prima	45
3.2.1.1.	<i>Contenido de celulosa</i>	45
3.2.1.2.	<i>Contenido de lignina</i>	45
3.2.1.3.	<i>Contenido de hemicelulosa</i>	45
3.2.1.4.	<i>Contenido de humedad</i>	45
3.2.1.5.	<i>Contenido de cenizas</i>	46
3.2.2.	Obtención de celulosa	46
3.2.2.1.	<i>Rendimiento</i>	46
3.2.2.2.	<i>Pérdida por secado</i>	46
3.2.2.3.	<i>Cenizas</i>	46
3.2.2.4.	<i>Sustancias solubles en agua</i>	46
3.2.3.	Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)	47
3.2.3.1.	<i>Rendimiento</i>	47
3.2.3.2.	<i>Pureza</i>	47
3.2.3.3.	<i>Pérdida por secado</i>	47
3.2.3.4.	<i>Sustancias solubles en agua</i>	47
3.2.3.5.	<i>Cenizas</i>	48
3.3.	Discusión de resultados	49
3.3.1.	Caracterización de la materia prima	49
3.3.2.	Secado de la materia prima	49
3.3.3.	Obtención de celulosa	50
3.3.3.1.	<i>Análisis de varianza</i>	51
3.3.3.2.	<i>Propiedades de la celulosa</i>	53
3.3.4.	Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)	54
3.3.4.1.	<i>Rendimiento del proceso</i>	54
3.3.4.2.	<i>Pureza</i>	55
3.3.4.3.	<i>Análisis de varianza</i>	56

3.3.4.4.	<i>Propiedades de la celulosa microcristalina</i>	58
3.3.4.5.	<i>Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier</i>	60
3.3.4.6.	<i>Análisis de microscopia electrónica de barrido (SEM)</i>	61
3.4.	Prueba de hipótesis	65
3.4.1.	Hipótesis general	65
3.4.2.	Hipótesis específica 1	65
3.4.3.	Hipótesis específica 2	66
3.4.4.	Hipótesis específica 3	67
CONCLUSIONES		68
RECOMENDACIONES		69
BIBLIOGRAFÍA		
ANEXOS		

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1:	Composición química de la caña de azúcar.....	4
Tabla 2-1:	Taxonomía de la caña de azúcar.....	5
Tabla 3-1:	Propiedades físico-químicas del bagazo de la caña de azúcar.....	6
Tabla 4-1:	Composición química de algunas fibras lignocelulósicas de uso industrial.....	7
Tabla 5-2:	Diseño factorial 2^k para la obtención de celulosa microcristalina.....	24
Tabla 6-2:	Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa.....	29
Tabla 7-2:	Método de determinación de lignina Klason TAPPI T-222 os-74.....	30
Tabla 8-2:	Método de determinación de hemicelulosa TAPPI T-212.....	31
Tabla 9-2:	Determinación de cenizas TAPPI T-211.....	32
Tabla 10-2:	Método de determinación de humedad.....	33
Tabla 11-2:	Método de extracción de celulosa.....	33
Tabla 12-2:	Método de síntesis de celulosa microcristalina (MCC).....	35
Tabla 13-2:	Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa.....	36
Tabla 14-2:	Método pérdida por secado.....	37
Tabla 15-2:	Método de sustancias solubles en agua.....	37
Tabla 16-2:	Proceso de metalización de muestras.....	38
Tabla 17-2:	Proceso del análisis SEM.....	39
Tabla 18-3:	Caracterización del bagazo de la caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>).....	40
Tabla 19-3:	Datos del secado de la materia prima.....	41
Tabla 20-3:	Datos experimentales de los diferentes tratamientos para la obtención de celulosa.	42
Tabla 21-3:	Datos de peso inicial y final de algunas propiedades de la celulosa.....	43
Tabla 22-3:	Datos experimentales para determinar el rendimiento en la síntesis de MCC. ...	43
Tabla 23-3:	Datos experimentales para determinar la pureza en la síntesis de MCC.....	44
Tabla 24-3:	Datos para el cálculo de algunas propiedades de la celulosa microcristalina....	45
Tabla 25-3:	Resultados de la caracterización de la materia prima.....	49
Tabla 26-3:	Resultados de rendimiento en la obtención de celulosa.....	50
Tabla 27-3:	Análisis de varianza de resultados.....	51
Tabla 28-3:	Resumen del modelo.....	52
Tabla 29-3:	Propiedades de la celulosa.....	53
Tabla 30-3:	Resultados de rendimiento en la síntesis de MCC.....	54
Tabla 31-3:	Resultados de pureza en la síntesis de MCC.....	56
Tabla 32-3:	Análisis de varianza de resultados.....	57
Tabla 33-3:	Resumen del modelo.....	58

Tabla 34-3:	Propiedades de la celulosa microcristalina	59
Tabla 35-3:	Análisis de espectroscopia de infrarrojo (FTIR).	60
Tabla 36-3:	Medidas de microfibras de celulosa microcristalina.	64

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1:	Partes principales del tallo de la caña de azúcar.	4
Figura 2-1:	Estructura de la celulosa.	8
Figura 3-1:	Estructura de la lignina.	10
Figura 4-1:	Estructura de la hemicelulosa.	10
Figura 5-2:	Hidrólisis ácida de biomasa lignocelulósica.	14
Figura 6-3:	Espectro IR de celulosa microcristalina.	60
Figura 7-3:	a) Microfibras de MCC a 100 μm T-1. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-1.	62
Figura 8-3:	a) Microfibras de MCC a 100 μm T-2. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-2.	62
Figura 9-3:	a) Microfibras de MCC a 100 μm T-3. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-3.	63
Figura 10-3:	a) Microfibras de MCC a 100 μm T-4. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-4.	64

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1-1:	Esquema general de composición química de las fibras lignocelulósicas.....	8
Gráfica 2-1:	Proceso de obtención de celulosa microcristalina.	12
Gráfica 3-2:	Diagrama de flujo del proceso de extracción de celulosa del bagazo de caña de azúcar.	25
Gráfica 4-2:	Diagrama de flujo del proceso de extracción de celulosa microcristalina.....	26
Gráfica 5-3:	Curva de secado del bagazo de la caña de azúcar.	41
Gráfica 6-3:	Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.....	52
Gráfica 7-3:	Rendimientos de la obtención de MCC.....	55
Gráfica 8-3:	Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.....	58
Gráfica 9-3:	Porcentaje de rendimiento de cada tratamiento de obtención de celulosa.....	66
Gráfica 10-3:	Porcentajes de pureza de cada tratamiento en la síntesis de MCC.....	67

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1-2:	Porcentaje de celulosa.....	29
Ecuación 2-2:	Porcentaje de lignina.....	30
Ecuación 3-2:	Porcentaje de hemicelulosa.....	32
Ecuación 4-2:	Porcentaje de cenizas.....	32
Ecuación 5-2:	Porcentaje de humedad.....	33
Ecuación 6-2:	Porcentaje de rendimiento de celulosa.....	34
Ecuación 7-2:	Porcentaje de rendimiento de MCC.....	35
Ecuación 8-2:	Porcentaje de pureza de MCC.....	36
Ecuación 9-2:	Porcentaje de pérdida por secado.....	37
Ecuación 10-2:	Porcentaje de sustancias solubles en agua.....	38

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** PRETRATAMIENTO DE MATERIA PRIMA.
- ANEXO B:** CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA-1.
- ANEXO C:** CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA-2.
- ANEXO D:** OBTENCIÓN DE CELULOSA.
- ANEXO E:** PROPIEDADES DE CELULOSA.
- ANEXO F:** SÍNTESIS DE CELULOSA MICROCRISTALINA.
- ANEXO G:** PROPIEDADES DE CELULOSA MICROCRISTALINA.
- ANEXO H:** ANÁLISIS SEM DE CELULOSA MICROCRISTALINA.

RESUMEN

El objetivo del presente proyecto de investigación fue obtener celulosa microcristalina aplicando hidrólisis ácida a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba - Bolívar. La investigación se enfocó en la utilización de residuos de alto valor biológico que no son aprovechados en su totalidad para obtener celulosa microcristalina. Para la experimentación se llevó a cabo dos etapas de proceso, la primera consistió en la obtención de la celulosa por medio de una hidrólisis alcalina utilizando hidróxido de sodio variando las condiciones (10 y 15% de concentración durante 60 y 75 min) y un blanqueamiento con hipoclorito de sodio (3.5% durante 60 min), lo cual permitió la separación de componentes indeseables del bagazo como hemicelulosa y lignina; la segunda etapa del proceso fue una hidrólisis ácida de la celulosa obtenida utilizando ácido sulfúrico variando las condiciones (40 y 50% de concentración, durante 60 y 75 min) lo cual llevó a la síntesis de la celulosa microcristalina. Luego de la experimentación, se logró obtener satisfactoriamente celulosa microcristalina, la cual cumplió con la mayoría de las propiedades para este tipo de material según la norma FARMACOPEA. El porcentaje obtenido de rendimiento fue del 58,94% con una pureza del 70,81% los cuales fueron los valores más óptimos obtenidos dentro de los diferentes ensayos siendo el mejor con la utilización de hidróxido de sodio al 15% durante 75 minutos en la hidrólisis alcalina y ácido sulfúrico al 40% por 75 minutos en la hidrólisis ácida. Para lo cual se concluyó que a través de los diferentes tratamientos químicos es posible obtener celulosa microcristalina del bagazo de la caña de azúcar con buenas propiedades y un porcentaje de pureza considerable. Se recomienda realizar una prehidrólisis al bagazo para reducir el contenido de cenizas y obtener mayor pureza.

Palabras clave: <INGENIERIA QUIMICA>, <CELULOSA MICROCRISTALINA>, <CELULOSA>, < BAGAZO DE LA CAÑA DE AZÚCAR (*Saccharum officinarum*)>, <HIDRÓLISIS ÁCIDA>, <BOLÍVAR(PROVINCIA)>, <BALSAPAMBA(PARROQUIA)>.

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Firmado digitalmente
por LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE
Fecha: 2022.03.17
11:19:34 -05'00'



0489-DBRA-UTP-2022

ABSTRACT

The objective of this research project consisted of obtaining microcrystalline cellulose by applying acid hydrolysis from sugar cane bagasse (*Saccharum officinarum*) at the parish of Balsapamba - Bolivar. The research focused on the utilization of residues of high biological value that are not fully exploited to obtain microcrystalline cellulose. For the experimentation process two stages were carried out. The first stage consisted of obtaining cellulose by means of an alkaline hydrolysis using sodium hydroxide, varying the conditions (10 and 15% concentration for 60 and 75 min) and bleaching with sodium hypochlorite (3.5% for 60 min), which allowed the separation of undesirable bagasse components such as hemicellulose and lignin; the second stage of the process was an acid hydrolysis of the cellulose obtained using sulfuric acid varying the conditions (40 and 50% concentration, for 60 and 75 min) which led to the synthesis of microcrystalline cellulose. After the experimentation, microcrystalline cellulose was obtained satisfactorily, which complied with most of the properties for this type of material according to the FARMACOPEA standard. The obtained yield percentage was 58.94% with a purity of 70.81%, which were the most optimal values obtained in the different tests, being the best one with the use of 15% sodium hydroxide for 75 minutes in the alkaline hydrolysis and 40% sulfuric acid for 75 minutes in the acid hydrolysis. For which it was concluded that through the different chemical treatments it is possible to obtain microcrystalline cellulose from sugar cane bagasse with good properties and a considerable percentage of purity. It is recommended to perform a prehydrolysis to the bagasse to reduce the ash content and obtain a higher purity.

Keywords: <CHEMICAL ENGINEERING>, <MICROCRYSTALLINE CELLULOSE>, <CELULOSE>, <SUGARCANE BAGASSE (*Saccharum officinarum*)>, <ACID HYDROLYSIS>, <BOLÍVAR(PROVINCE)>, <BALSAPAMBA(PARISH)>.

ANA GABRIELA REINOSO ESPINOSA
Firmado digitalmente
por ANA GABRIELA
REINOSO ESPINOSA
Fecha: 2022.03.27
23:31:53 -05'00'

INTRODUCCIÓN

A nivel mundial el cultivo de caña de azúcar es una de las producciones de mayor importancia sobre la economía, debido a que esta planta tiene una gran versatilidad y se adapta a diferentes estados climáticos los cuales van desde climas tropicales a templados. La cantidad que se produce es de 1900 millones de toneladas cosechadas provenientes de 27 millones de hectáreas de caña de azúcar no obstante, de toda esta producción mundial la parte que se comercializa corresponde al valor neto de la materia seca que se acumula durante la vegetación correspondiente al 24%, el porcentaje restante corresponde a los residuos provenientes de la industria azucarera entre los cuales están la cachaza, el bagazo, hojas, pajas, de los cuales el bagazo corresponde aproximadamente el 49% del total procesado (Lagos-Burbano y Castro-Rincón 2019, p. 918).

En Ecuador se estima que el cultivo de la caña de azúcar ocupa cerca de 110.000 hectáreas, de las cuales el 75% es destinado a la producción de azúcar, el porcentaje restante va dirigido a la industria alcoholera y otros subproductos (Sánchez et al. 2020, p. 2). De estas industrias se estima que la producción anual es de 1,3000.000 toneladas de bagazo, el cual es utilizado en cogeneración como combustible. Además de las industrias mencionadas existen ciertas producciones artesanales que trabajan con esta planta para la producción de panela granulada, panela en bloques, extracto de caña y alcohol; estas producciones por lo general se ubican en climas tropicales y subtropicales del país. Es el caso de la parroquia Balsapamba ubicada en el cantón San Miguel provincia de Bolívar, según la encuesta del SINAGAP (2010) este sembrío ocupa aproximadamente el 53% de la producción en la zona, los agricultores y productores locales poseen estas plantas de producción artesanal en las cuales el residuo generado es el bagazo de la caña, el mismo que no es aprovechado de manera óptima ya que es desechado o utilizado como leña. El bagazo al ser un residuo lignocelulósico está compuesto principalmente por 3 macromoléculas que son: celulosa, hemicelulosa y lignina en proporciones de 46,6, 25,2 y 20,7% respectivamente (Diez y Garrido 2008, p. 2), de estas macromoléculas la de objeto de estudio es la celulosa la cual al ser una sustancia amigable con el ambiente pueden recibir un valor agregado comercialmente como la extracción de celulosa microcristalina.

En la actualidad existe un gran interés sobre el manejo de residuos o subproductos agroindustriales, el mismo que está relacionado con el aprovechamiento de materias primas renovables, por este motivo la presente investigación propone un aprovechamiento del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) de una producción artesanal de la parroquia Balsapamba, mediante el cual se va a obtener celulosa microcristalina, este material se trata de la celulosa despolimerizada por la acción un ácido mineral a través de una hidrólisis ácida, con lo cual queda la parte cristalina de la celulosa, la cual tiene excelentes propiedades y múltiples aplicaciones al tratarse de un nanomaterial celulósico. La necesidad de esta investigación nace de la amplia disponibilidad de la materia prima y su escaso aprovechamiento.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes de la investigación

El principal uso de la caña de azúcar a nivel mundial es la obtención del azúcar siendo su porcentaje de producción un intervalo que va del 70 al 85%, el porcentaje restante de fuente de azúcar es obtenido a partir de la remolacha azucarera. Al año en promedio una persona consume alrededor de 24 kg de azúcar, siendo este casi el 50% del total del consumo mundial, por lo que se define como una de las grandes industrias a nivel de todo el planeta, estimándose que se generan una gran cantidad de residuos (YARA 2019a).

Desde los inicios de la industrialización uno de los principales problemas es el manejo de los residuos ya que con sus producciones a diario estos ocupan grandes volúmenes siendo gran parte desechados al medio ambiente, aunque esto comenzó a cambiar al aparecer ciertas normativas que rigen la reutilización de materiales y el reciclado. El bagazo de la caña de azúcar es un residuo con aspecto fibroso teniendo este a nivel mundial una generación aproximada de 234 millones de toneladas anuales, ocupándose un 50% como combustible para calderas, no obstante, para mejorar su rendimiento se le añaden derivados del petróleo, lo cual genera contaminación por la expulsión de gases (López et al. 2016, p. 42).

Con énfasis en el artículo de Pemaleté et al. (2008a, p. 4) el bagazo de la caña de azúcar es un residuo lignocelulósico que dependiendo de la eficiencia del proceso de extracción de su jugo y el contenido de fibra constituye entre 25 a 40% de la caña de azúcar, este bagazo al ser un material muy fibroso comprende en su composición celulosa, hemicelulosa y lignina, de las cuales el componente de interés es la celulosa.

La celulosa es un polisacárido compuesto por varias unidades de glucosa que están unidas entre sí por medio de enlaces glucosídicos, es un biopolímero el cual es insoluble en agua y se encuentra presente en todas las plantas del mundo siendo el tipo de especie que definen su proporción, además es considerado el polisacárido como el más numeroso del planeta, siendo así que su producción anual es acerca de 100.000 millones de toneladas.

La celulosa microcristalina es un tipo de estructura de nanocelulosa que es sintetizada por medio de una hidrólisis de la celulosa con un ácido mineral diluido. Este material constituye una estructura de nanocristales multisizedegregados unidos entre sí (Kargazadeh et al. 2017a, p. 100).

Según el informe de Gutiérrez Wing (2006, p. 24) para El Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) uno de los campos para el desarrollo científico en nuevas tecnologías es el estudio de nanotecnología por medio de las múltiples aplicaciones que pueden tener la variedad de nanoestructuras y nanomateriales los mismos que por sus dimensiones que

van desde 1 a 100 nm tienen un amplio manejo para favorecer la estructura de los materiales gracias al mejoramiento de sus propiedades físicas y químicas.

Según el portal de la (Senescyt 2014) En Ecuador el PhD. Javier Carvajal el cual es un científico de la Pontificia Universidad Católica del Ecuador obtuvo el primer gel de nanocelulosa derivado de la biomasa de tagua, con el tiempo de 4 años de trabajar con esta materia prima logro producir el primer gel combustible el cual menciona que tiene características de estabilidad ante la combustión y no se evapora. Este es un paso hacia el futuro con mayor aporte a evitar la contaminación ambiental por medio de la reutilización de tecnologías renovables.

En la investigación de Romero et al. (2014a, p. 300) en el cual se propone un aprovechamiento de los residuos del cambur, el procedimiento seguido fue viable por medio de la utilización de CH_3COOH al 83% y HNO_3 al 65% a una temperatura de 110 y 120°C para la hidrólisis ácida, KOH al 20% y NaOH al 10% para la hidrólisis alcalina. Las características fisicoquímicas de la celulosa microcristalina obtenida fueron semejantes a una comercial. obteniendo un rendimiento de 0.27 g de producto final por gramo de materia prima inicial en base seca.

En el artículo de García et al. (2013a, p. 57) se realizó un procedimiento de una planta piloto para la obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar de alta pureza para usos farmacéuticos, en el cual se obtuvo celulosa microcristalina con 97% de pureza y con características fisicoquímicas dentro del rango de la norma Farmacopea, en el cual dentro del proceso se dio un desmedulado, prehidrolizado, pulpeado con NaOH y blanqueamiento previo con secuencias repetitivas de extracción lo cual facilitó y permitió el aislamiento de la fracción cristalina de la celulosa.

En el proyecto de investigación de Pineda y Navarrete (2018a, p. 56) en la Universidad de Guayaquil en el cual se obtuvo celulosa microcristalina a partir de fibra de estopa de coco, establecieron que el método más adecuado para la obtención de celulosa microcristalina fue trabajar con una concentración de H_2SO_4 al 4%, NaOH del 20% y un blanqueamiento con NaClO al 2% obteniendo un rendimiento del 25% y una pureza del 73,8% que fue el mejor de todos los tratamientos.

1.2. Marco teórico

1.2.1. Caña de azúcar

La caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) es una planta perteneciente a la familia de las gramíneas o poáceas, por lo general su crecimiento se da en zonas cálidas llegando a medir hasta 5 metros. Es un cultivo que tiene un largo proceso de crecimiento conformando por un conjunto de tallos que van desde los 4 a los 12, una característica muy llamativa de esta planta es que tiene una fotosíntesis superior en un 200% al de otras plantas. Esta planta es la principal fuente de azúcar en el mundo (YARA 2019b).

Dentro de su composición principal está conformada por una parte sólida (fibra) y una parte líquida (jugo) la cual está compuesta a su vez por agua y sacarosa (Cuarón y Shimada 1981a, p. 180).

Tabla 1-1: Composición química de la caña de azúcar.

Compuesto	Porcentaje (%)
Azúcares solubles	40
Materia seca	29
Hemicelulosa	20
Lignina	7
Celulosa	27
Proteína cruda (N*6.25)	2
Cenizas	5

Fuente: (Cuarón y Shimada 1981b, p. 180).

Elaborado por: (Muñoz, Diego 2021).

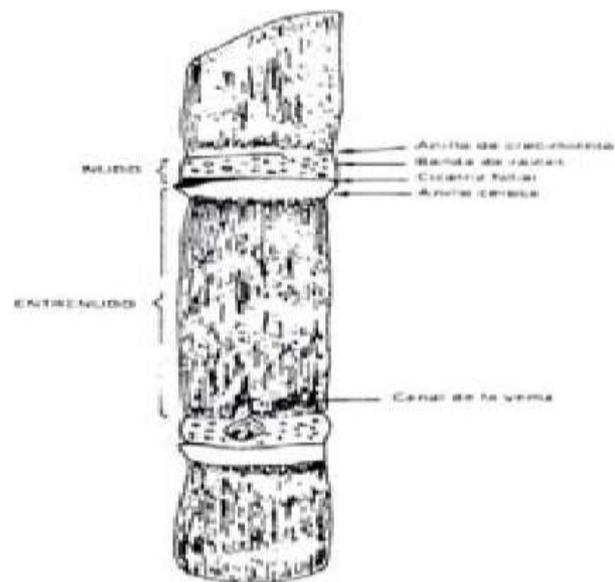


Figura 1-1. Partes principales del tallo de la caña de azúcar.

Fuente: (Osorio 2007, p. 36).

1.2.2. Taxonomía de la caña de azúcar

Tabla 2-1: Taxonomía de la caña de azúcar

Reino	Vegetal
Tipo	Fanerógamas
Subtipo	Angiospermas
Clase	Monocotiledóneas
Orden	Glumales
Familia	Poáceas
Tribu	Andropogoneas
Género	Saccharum
Especie	Officinarum

Fuente: (Lopez 2015, p. 16).

Elaborado por: (Muñoz, Diego 2021).

1.2.3. Residuos de la caña de azúcar en Ecuador

En Ecuador dentro de la industria azucarera y alcoholera se generan una cantidad considerable de residuos, en el año 2008 la cantidad de residuos generados fue aproximadamente de 1,300.000 toneladas de bagazo, 140.000 toneladas de cachaza, 35.000 toneladas de ceniza y 510.000 metros cúbicos de vinaza. De estos subproductos el bagazo es utilizado en procesos de cogeneración. La cachaza, la vinaza y la ceniza tienen se las puede reutilizar en los sembríos de la caña de azúcar aplicándolas directamente en forma fresca o como composta en sus cultivos (CINCAE 2013a).

La vinaza es un subproducto de la industria alcoholera, es un líquido que se obtiene de la fermentación y destilación del mosto de la caña de azúcar en la producción de etanol, la cachaza o torta de filtrado es el subproducto del blanqueamiento del jugo de caña, tiene un alto contenido de humedad, la ceniza es el resultado de la quema del bagazo, tiene un pH alcalino y presenta un alto porcentaje de carbón (CINCAE 2013b).

1.2.4. Bagazo de caña de azúcar

El bagazo de la caña de azúcar es una fibra agroindustrial resultado de la extracción de la parte líquida o jugo azucarado de esta planta, debido a sus propiedades físico-químicas tiene varios usos dentro de la industria entre las que destacan elaboración de papel, textiles, furfural, alimento de animales, combustibles, fármacos, etc. Dentro de su composición química está formada principalmente por 3 polímeros que se denominan celulosa, hemicelulosa y lignina con un porcentaje correspondiente al 50, 25 y 25% respectivamente (Licona, Lois y Osorio 2010b, p. 14).

Tabla 3-1: Propiedades físico-químicas del bagazo de la caña de azúcar.

Propiedad	Valor
Densidad (g/cm ³)	0,12
Humedad (%)	4
Material volátil (%)	68-70
Tamaño de partícula (mm)	0,5-1,0
Cenizas (%)	1,26
Carbón fijo (%)	28,7-30,7
Carbono (%)	48,58
Oxígeno (%)	38,94
Hidrógeno (%)	5,97
Nitrógeno (%)	0,20

Fuente: (Asadullah et al. 2007, p. 2515).

Elaborado por: (Muñoz, Diego 2021).

1.2.5. Fibras Lignocelulósicas

Las fibras lignocelulósicas también conocidas como biomasa lignocelulósica es una de las más numerosas dentro de la naturaleza la misma que se deriva de la vegetación, desechos agrícolas, agroindustriales, maderas suaves y duras. Al año la cantidad de residuos lignocelulósicos generados son superiores a los 220 billones de toneladas (Lopretti y Gandini 2013, p. 59).

Las fibras lignocelulósicas están compuestas por tres tipos diferentes de polímeros, celulosa, lignina y hemicelulosa. La celulosa está compuesta por piezas de estructura cristalina de glucosa, las capas de celulosa se juntan formando las conocidas como fibrillas o paquetes de celulosa, unidas débilmente por enlaces hidrógeno. La hemicelulosa es una estructura complicada formada por polímeros de diferentes azúcares como pentosas, hexosas y ácidos de azúcar, tiene un peso molecular más bajo que la celulosa, consta con cadenas laterales de diferentes azúcares que son fáciles de hidrolizar. La lignina, luego de la hemicelulosa y la celulosa, es uno de los polímeros más abundantes en la naturaleza proveniente del reino vegetal, este polímero es insoluble en agua, proporciona a la planta impermeabilidad, resistencia antimicrobiana, soporte estructural y evita el estrés oxidativo (Cortes 2011, p. 43).

1.2.5.1. Composición química de las fibras lignocelulósicas

La composición química de este material lignocelulósico dependerá de su fuente de origen, sin embargo, en la mayoría de casos de una manera regular las proporciones de celulosa van desde

un 40 a 50%, de los cuales suele variar siendo mayor o menor este valor, la lignina en una proporción del 10 al 30% y la hemicelulosa del 20 al 30% (Sánchez 2008, p. 186).

Existen productos derivados de las macromoléculas principales de estas fibras. A partir de la celulosa y hemicelulosa se puede obtener glucosa, xilosas, derivados de celulosa, combustibles, furfural, entre otros. De las ligninas es posible sintetizar vainillina, fenoles, fertilizantes, producción de polímeros, matrices de geles, etc. Estas fibras pueden usarse como aditivos en estructuras de polímeros sintéticos mejorando así sus propiedades físico-mecánicas (García y Velasquez 2018, p. 38).

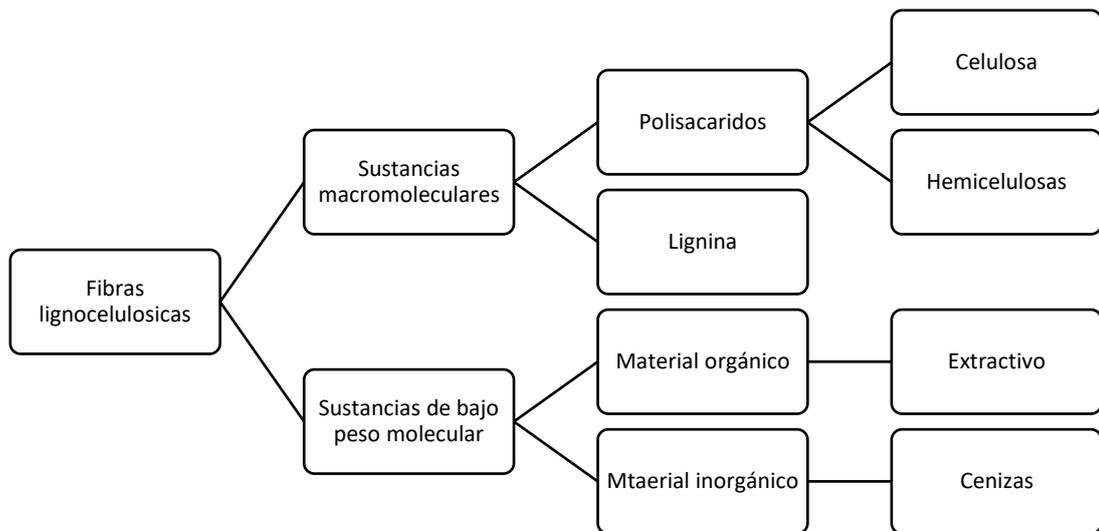
Tabla 4-1: Composición química de algunas fibras lignocelulósicas de uso industrial.

Especie	Celulosa	Lignina	Extraíbles	Cenizas	Xilano	Ácido urónico
Bagazo de caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>)	39,01	23,09	3,78	3,66	22,05	2,16
Paja de trigo	32,64	16,85	12,95	10,95	19,92	2,24
Rastrojo de maíz	37,69	18,59	5,61	10,06	21,61	2,99
Pinus radiata	41,7	25,9	2,7	0,3	5,9	2,5
Álamo híbrido	39,23	25,18	6,89	2,03	13,07	4,31
Sorgo dulce (<i>Sorghum bicolor</i>)	34,01	16,09	22,03	5,04	14,14	1,07
Eucalyptus	48,07	26,91	4,15	1,22	10,42	4,07
Switchgrass (alamo) (<i>Panicum virgatumis</i>)	30,97	17,56	16,99	5,76	20,42	1,17

Fuente: (Prinsen 2010a, p. 3).

Elaborado: (Muñoz, Diego 2021).

Además de los elementos principales de las fibras lignocelulósicas que son celulosa, hemicelulosa y lignina existen por otra parte otros constituyentes en menor proporción dentro de estas fibras como lo son algunos extraíbles con la ayuda de solventes orgánicos, almidón, proteínas entre otros elementos inorgánicos. A continuación, se puede apreciar un esquema general de lo mencionado anteriormente (Fengel y Shao 1984a, p. 105).



Gráfica 1-1. Esquema general de composición química de las fibras lignocelulósicas.

Fuente: (Fengel y Shao 1984b, p. 105).

Elaborado: (Muñoz, Diego 2021).

1.2.5.2. Celulosa

La celulosa es un polisacárido de origen natural, el cual es considerado como el material orgánico más numeroso del planeta, ya que es constituyente de la pared celular de todas las especies vegetales existentes, este material es un homopolisacárido lineal compuesto por moléculas cíclicas de glucosa que están unidas mediante enlaces glucosídicos β (1-4), por medio de este enlace las unidades de β -D-glucopiranososa forman cadenas rectas cruzadas con puentes de hidrogeno (Melo y Cuamatzi 2020a, p. 66).

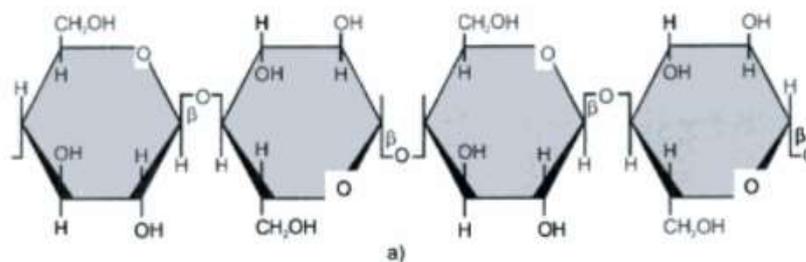


Figura 2-1. Estructura de la celulosa.

Fuente: (Melo y Cuamatzi 2020b, p. 67).

Este polisacárido se encuentra formado por dos regiones las cuales están formadas por microfibrillas ubicadas en la pared celular las cuales están distribuidas de forma desordenada y

cristalina, las cuales se diferencian por la cantidad y distribución de sus enlaces de hidrogeno. La parte amorfa está constituida por pocos enlaces de hidrógeno, por otro lado, cuando la disposición de estos enlaces es especial y ordenada forma una parte cristalina. Cuando ocurre el ataque químico la parte amorfa es más fácil de penetrar debido a la disposición y poca cantidad de enlaces de hidrogeno lo cual no ocurre en la parte cristalina debido a la disposición y cantidad de estos enlaces (García et al. 2013b, p. 58).

- **Usos de la celulosa en la industria**

La celulosa tiene un amplio uso a nivel industrial a parte de la industria de papel y textil que son las más comunes ya que se pueden abarcar otras aplicaciones en la obtención de derivados interesantes y de gran utilidad. En la industria de explosivos es posible obtener nitrocelulosa o también conocido como algodón pólvora esto por medio de la nitración de este polisacárido a través de ácidos nítrico y sulfúrico. El acetato de celulosa es el éster más utilizado de la celulosa, este tiene una producción muy alta ya que es utilizado como un plástico moldeable de fibra o rayón, este derivado de celulosa es sintetizado a través de una reacción en medio álcali de la misma y con cloruro de alquilo adecuado. Otro derivado de este polisacárido es el xantato de celulosa el cual se obtiene por la disolución de la celulosa en una solución amoniacal de hidróxido cúprico, este pasa a través de una hilera con una disolución de ácido sulfúrico, el producto tiende a precipitar en forma de un filamento, el xantato pasa por un proceso de extruido para formar fibras o como laminas para la formación de celofán (Geissman 1973, p. 566).

1.2.5.3. Lignina

La lignina es la segunda materia orgánica más abundante en el reino vegetal del planeta luego de la celulosa. Es una macromolécula compleja con estructura fenólica altamente ramificada por grupos fenilpropanoides. Esta sustancia se encuentra unida en forma covalente con la celulosa y otros polisacáridos, debido a esto tiene una gran dificultad de su extracción por ese motivo no se ha estudiado a profundidad su estructura completa (Taiz y Zeiger 2006, p. 549).

Esta sustancia constituye entre el 25 y 33% de la biomasa en madera de ciertas especies coníferas y el 18 al 34% en especies frondosas. Principalmente se la puede localizar en las capas de la pared celular y en láminas medias de esta pared, formando una matriz en conjunto con las hemicelulosas que rodean a las microfibrillas de celulosa (Prinsen 2010b, p. 8).

Esta biomolécula no es considerada totalmente un polisacárido, nucleótido, lípido o proteína por lo que tiene su particularidad, lo que quiere decir que al igual de la celulosa y hemicelulosa no es un polisacárido, y por la forma de estructura se le denomina como un polímero fenólico natural. Cabe recalcar que la lignina le otorga protección a la celulosa ya que esta se encuentra ubicada y

encaja entre las fibrillas de celulosa y hemicelulosa juntándolas, beneficiando también a la pared celular dándole a la pared celular soporte y un grado de fortaleza (Carchi 2014, p. 25).

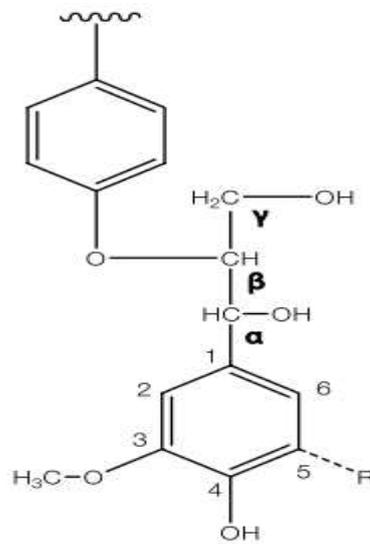


Figura 3-1. Estructura de la lignina.

Fuente: (Willaarts y Garrido 2016, p. 98).

1.2.5.4. Hemicelulosa

La hemicelulosa es un polisacárido presente en las células vegetales el cual comprende varios tipos de heteropolisacáridos no celulósicos, estos están comprendidos por pentosas, hexosas y en gran parte de ácidos urónicos, posee mayor solubilidad que la celulosa debido a que tiene un menor peso molecular que la antes mencionada. La hemicelulosa constituye hasta en un 25% de las maderas y un 40% de residuos de plantas. Una de las composiciones químicas más encontradas en este polisacárido es la de ácido glurónico y xilosa, seguida de la composición entre arabinosa con ácido galacturónico que es una combinación de igual importancia (Blasco Lamenca 1970, p. 94).

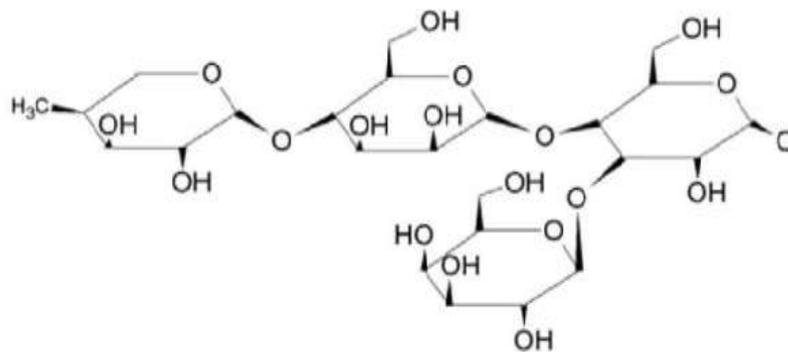


Figura 4-1. Estructura de la hemicelulosa.

Fuente: (Streitwieser 2015, p. 23).

Este polisacárido tiene una naturaleza ramificada desordenada o amorfa que la de la celulosa por lo que la hace más fácil de hidrolizar que esta, esto gracias a que está formada por diferentes azúcares dando como resultado cadenas ramificadas y más cortas, su cadena principal puede ser homopolímero es decir formada por una sola unidad como los xilanos o heteropolímero formada por dos más unidades como los glucomanos (Nogués 2010, p. 127).

1.2.6. Celulosa microcristalina (MCC)

1.2.6.1. Generalidades

La celulosa microcristalina ($C_6H_{10}O_5$) es un tipo de material que conforma la parte no fibrosa de la celulosa ya que esta ha sido despolimerizada con la ayuda de ácidos minerales, es decir ha sido descompuesta en fragmentos de diferentes tamaños que van desde decenas hasta centenas de micras, se diferencia de la celulosa por su forma física ya que pasa de estar en forma de fibra a estar como partículas (Sharapin 2000, p. 129).

La MCC se obtiene a partir de una hidrólisis ácida controlada, la cual da como productos dos fracciones una insoluble y otra soluble en ácido, la fracción insoluble está compuesta por más de un 97% en base seca de celulosa de alta cristalinidad, la cual se distingue por ser un polvo fino de color blanco, inerte, inodoro, insoluble en agua, en ácidos diluidos y solventes orgánicos, y en escasas ocasiones soluble en diluciones de alcálisis (Romero et al. 2014b, p. 287).

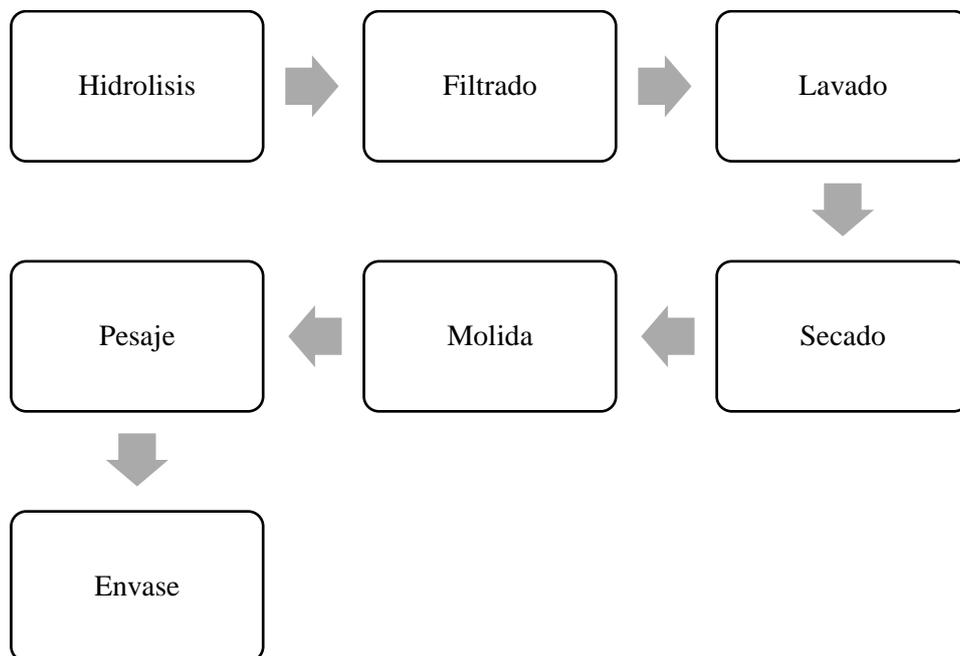
1.2.6.2. Métodos de obtención

En forma general la celulosa microcristalina se puede obtener por diferentes tratamientos químicos, entre los más comunes están la hidrólisis ácida en la cual se utiliza ácidos minerales diluidos (ácido clorhídrico acético, nítrico, sulfúrico), hidrólisis alcalina (hidróxido de sodio, potasio) extracción Soxhlet (ácido nítrico-ácido acético) (Pineda y Navarrete 2018b, p. 25).

Uno de los procedimientos más comunes utilizados para la síntesis de microcelulosa es la remoción por medio de tratamientos químicos de los componentes asociados a la celulosa, la hidrólisis a la que se le somete la celulosa purificada se lo realiza con un ácido fuerte en condiciones controladas, luego se detiene la reacción por medio de una dilución en agua y lavados usando centrifugación, en algunos casos se considera un proceso de ultrasonido para la liberación de sólidos agregados (Ferrer 2013, p. 67).

A nivel industrial la producción de MCC se da a través de la hidrólisis ácida controlada del algodón de celulosa y la madera, ciertas fuentes son potenciales de celulosa como: paja de trigo, arroz, fibras de lino, bagazo de caña, cascara de soja, coco, etc. Estos procesos químicos involucran alcálisis y bisulfitos con el fin de extraer y separar otros polímeros presentes en las

fibras naturales como la lignina y hemicelulosa. Las propiedades de la celulosa obtenida, pureza y cantidad dependerán del método utilizado (Romero et al. 2014c, p. 288).



Gráfica 2-1. Proceso de obtención de celulosa microcristalina.

Fuente: (García, López y Fernández 2006a, p. 116).

Elaborado: (Muñoz, Diego 2021).

1.2.6.3. Aplicaciones a nivel industrial

Según (García, López y Fernández 2006b, p. 116) la celulosa microcristalina tiene diferentes usos como:

- En la industria farmacéutica es utilizada como excipiente para elaborar tabletas.
- Elaboración de capsulas aportando color y sabor.
- En la industria cosmética para la elaboración de cremas y suspensiones sólidas.
- En la industria alimentaria como aditivo, sustituto de harinas, azúcar, y grasas en alimentos de bajo contenido calórico sobre todo como fibra dietética. La celulosa microcristalina con un con 10% de carboximetilcelulosa es utilizada en alimentos dietéticos, y productos en congelación como helados y yogurt, mejorando su consistencia y evitar la formación de cristales de hielo.
- También en la industria alimenticia es utilizada como emulsificante y dispersante, para espesar o estabilizar sustancias que lo requieran para mejorar su calidad, además de formar parte de ciertos empaques de alimentos creando una barrera antimicrobiana. (Börjesson y Westman 2015, p. 164).

1.2.7. Hidrólisis alcalina

Es un proceso en el que se da una reacción de sustitución nucleofílica, esta sustitución se da entre un ligando por un ion hidróxido (OH^-), como todo tipo de hidrólisis es muy utilizado para separar compuestos de material orgánico, la base más utilizada en esta reacción es la soda cáustica o hidróxido de sodio, la cual debe estar en disolución con una concentración determinada que dependerá de la necesidad del proceso (Domènech y Peral 2012a, p. 148).

Uno de los propósitos de la hidrólisis alcalina en los materiales lignocelulósicos tiene por objetivo deslignificar a las fibras es decir aislar la lignina, este último al ser de características hidrófobas (insoluble en agua) se ve en la necesidad de buscar un método químico que al ingresar grupos polares en su estructura sean capaces de adaptar la disolución de la lignina, entre los grupos funcionales capaces de realizar esta función son carbonilos, metoxi, hidroxilo, alcohol bencílico, éter bencílico. Por este motivo entre los métodos desarrollados se encuentra el uso de bases que degradan la lignina liberándola de las demás macromoléculas (Ysambert et al. 2009, p. 66).

1.2.8. Hidrólisis ácida de celulosa

La hidrólisis ácida es un proceso en el cual se da una reacción de adición nucleofílica que viene acelerada por iones H^+ , en el que se da un ataque electrofílico previo a un ataque nucleofílico de una molécula de agua, por lo general esta reacción se da para la obtención de azúcares reductores de macromoléculas como el almidón (Domènech y Peral 2012b, p. 149).

Los ácidos se adhieren de forma catalítica sobre la celulosa, en esta reacción primero se da una formación rápida de un complejo intermedio entre un átomo de oxígeno de la cadena glucosídica y un ion hidrógeno, posterior se da una ruptura lenta de esa cadena. Cada vez que se rompe un enlace da como resultado un grupo hemiacetal reductor y un no reductor (Martínez Rendo 2015, p. 412).

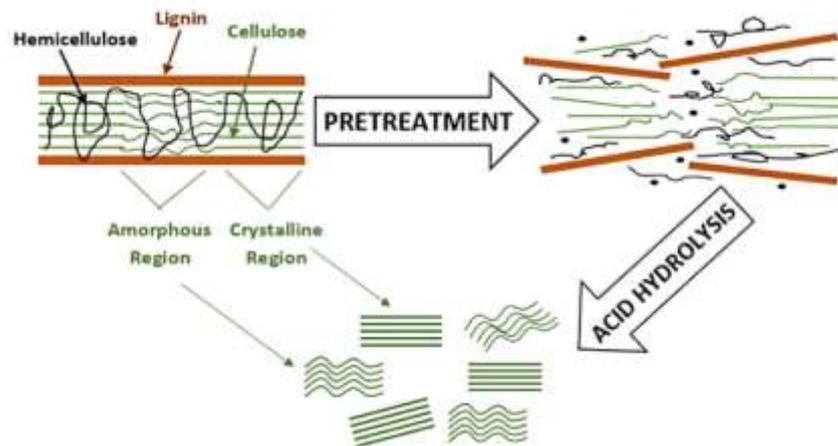


Figura 5-2. Hidrólisis ácida de biomasa lignocelulósica.

Fuente: (Palali 2019, p. 45).

1.2.9. Blanqueamiento de celulosa

La celulosa extraída tiende a tener un color marrón, esto es debido a que lleva consigo lignina la misma que tiene este color característico, para la remoción de la lignina existe el proceso de blanqueamiento de la celulosa el cual tiene por objetivo darle mayor claridad y brillantez a la pulpa eliminando grupos cromóforos. El blanqueo es considerado como un proceso de purificación, en el que se busca la solubilización de la lignina y otros residuos no deseados en la pulpa. Este proceso debe ser realizado bajo condiciones cuidadosamente controladas (pH, tiempo, temperatura, concentración) para obtener un mayor grado de pureza y así un contenido alto de α -celulosa. Los agentes químicos para el blanqueamiento más utilizados en la época actual son los de tipo oxidativo, los mismos que pueden estar hechos a base de oxígeno (ozono, peróxido de hidrogeno) o a base de cloro (hipoclorito de sodio, gas cloro, dióxido de cloro) (Medina Navarro y Vélez Kaiser 2012, pp. 3-4).

1.2.10. Fundamentos de Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido es un equipo el cual utiliza un haz de electrones a diferencia de microscopios ópticos que utilizan un haz de luz. El haz de electrones de alta energía (5-30 kV) interacciona con la materia por medio de la detección, procesamiento y visualización de señales emitidas por esta interacción. Las imágenes obtenidas pueden proporcionar información como estructura cristalográfica, composición y topografía. Este tipo de análisis permite un acercamiento al mundo atómico de los materiales ya sean de origen orgánico, metálicos, etc.

Las señales emitidas por el análisis (SEM) se originan por el desplazamiento de los electrones sobre un fragmento de superficie. El scanning o barrido se realiza en forma rectangular o raster

la misma que es visualizada y amplificada en forma analógica o digital y al final se procesa a conveniencia del análisis. La imagen obtenida se visualiza en un tubo de rayos catódicos en donde las bobinas de deflexión tienen sincronía con el haz de electrones para modular la intensidad del haz para tener el registro de la imagen la cual es emitida hacia una computadora. Para que los electrones puedan desplazarse generalmente a las muestras se les realiza una cubierta de carbón o de un metal como el otro para que pueda adquirir propiedades conductoras (Ipohorski y Bozzano 2013, pp. 45-46).

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Objetivos de la investigación

2.1.1. *Objetivo general*

- Obtener celulosa microcristalina aplicando hidrólisis ácida a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar.

2.1.2. *Objetivos específicos*

- Extraer celulosa del bagazo de la caña de azúcar por medio de hidrólisis alcalina.
- Sintetizar la celulosa microcristalina a partir de celulosa por medio de hidrólisis ácida.
- Evaluar el tratamiento más óptimo de obtención de celulosa microcristalina a escala de laboratorio.
- Caracterizar la celulosa microcristalina mediante el análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM).

2.2. Hipótesis y especificación de variables

2.2.1. *Hipótesis general*

H: Es posible extraer celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar aplicando hidrólisis ácida con un porcentaje de pureza considerable.

H₀: No es posible extraer celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar aplicando hidrólisis ácida con un porcentaje de pureza considerable.

2.2.2. *Hipótesis específicas*

H1: El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina tiene efecto en el aumento del rendimiento.

H₀: El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina no tiene efecto en el aumento del rendimiento.

H2: El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.

H₀: El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida no tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.

H3: La celulosa microcristalina presenta características morfológicas satisfactorias al aplicar diferentes tratamientos químicos para su extracción.

H₀: La celulosa microcristalina no presenta características morfológicas satisfactorias al aplicar diferentes tratamientos químicos para su extracción.

2.3. Identificación de variables

Tabla 1-2: Identificación de variables

Etapas del proceso	Variables independientes	Variables dependientes
Extracción de celulosa	<ul style="list-style-type: none">• Concentración de NaOH• Tiempo de reacción	<ul style="list-style-type: none">• Rendimiento del proceso
Síntesis de celulosa microcristalina	<ul style="list-style-type: none">• Concentración de H₂SO₄• Tiempo de reacción	<ul style="list-style-type: none">• Pureza

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.4. Operacionalización de variables

Tabla 2-2: Operacionalización de variables que intervienen en el proceso de extracción de celulosa microcristalina.

Variable	Tipo de variable	Definición operacional	Categorización	Indicadores	Instrumento de medición	Valor
Rendimiento de proceso celulosa	Dependiente	Relación de la masa obtenida de celulosa entre la masa inicial de materia prima.	-	Porcentaje	Balanza analítica	40-50 %
Pureza		Cantidad de celulosa pura presente en una muestra.	-	Porcentaje	Método Kurschner y Hoffer (Technical Association for the Pulp and Paper Industries)	50-90%
Concentración de H ₂ SO ₄	Independiente	Cantidad de soluto (H ₂ SO ₄) disuelta en una cantidad de solvente (agua)	-	Porcentaje		40-50%
Concentración de NaOH		Cantidad de soluto (NaOH) disuelta en	-	Porcentaje		10-15%

		una cantidad de solvente(agua)				
Tiempo		Tiempo en el que transcurre la reacción	-	Minutos	Cronómetro	60-75Min.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.5. Matriz de consistencia

Tabla 3-2: Matriz de consistencia

ASPECTOS GENERALES		
Problema general	Objetivo general	Hipótesis general
<p>La caña de azúcar es una de las plantas más utilizadas en la industria nivel mundial, la cual es materia prima principal de la industria del azúcar y el alcohol. Uno de los principales productos de residuo es el bagazo, el mismo que posee excelentes propiedades y en ciertos países en desarrollo no es aprovechado en su totalidad. Además de las grandes industrias existen pequeñas plantas artesanales en las cuales se procesa esta materia prima, como es el caso de estas instalaciones ubicadas en la parroquia Balsapamba-Bolívar en las que el bagazo es mínimamente aprovechado debido a que es desechado o utilizado como material para generar fuego. Debido a que el bagazo es un residuo de alto valor biológico comprendiendo cerca de un 50% de celulosa, se busca otorgarle un mejor aprovechamiento por</p>	<p>Obtener celulosa microcristalina aplicando hidrólisis ácida a partir del bagazo de la caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar.</p>	<p>Es posible extraer celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar aplicando hidrólisis ácida con un porcentaje de pureza considerable.</p>

medio de la extracción de celulosa microcristalina, la cual es un material de excelentes propiedades y múltiples usos.				
ASPECTOS ESPECIFICOS				
Problemas específicos	Objetivos específicos	Hipótesis específicas	Variables de las hipótesis específicas	Técnicas de recolección de datos
No se conoce el efecto que tendrá la variación de la concentración de NaOH y el tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina sobre el rendimiento de la celulosa extraída del bagazo de la caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>)	Extraer celulosa del bagazo de la caña de azúcar por medio de hidrólisis alcalina.	H1: El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina influyen en el aumento del rendimiento.	<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de reacción • Concentración de NaOH • Rendimiento del proceso 	<ul style="list-style-type: none"> • Hidrólisis alcalina. • Cálculo del rendimiento. • Diseño experimental factorial 2^k
Se desconoce el efecto que se dará sobre la pureza de la celulosa microcristalina al variar la concentración de H ₂ SO ₄ y el tiempo de reacción en la hidrólisis ácida.	Evaluar el tratamiento más óptimo de obtención de celulosa microcristalina a escala de laboratorio.	H2: El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.	<ul style="list-style-type: none"> • Concentración de H₂SO₄ • Tiempo de reacción • Pureza 	<ul style="list-style-type: none"> • Hidrólisis ácida. • Cálculo del rendimiento. • Cálculo de la pureza

				<ul style="list-style-type: none"> • Diseño experimental factorial 2^k
Se desconoce las características morfológicas que comprenderá la celulosa microcristalina del bagazo de caña de azúcar luego de los ensayos en los diferentes tratamientos químicos que se llevarán a cabo para su síntesis.	Caracterizar la celulosa microcristalina mediante el análisis de microscopia electrónica de barrido (SEM).	H3: La celulosa microcristalina presenta características morfológicas satisfactorias al aplicar diferentes tratamientos químicos para su extracción.		<ul style="list-style-type: none"> • Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.6. Tipo y diseño de investigación

2.6.1. Tipo de investigación

La presente investigación es de tipo experimental cuantitativa ya que busca estudiar las variables o factores que están directamente relacionadas con el fenómeno de estudio, en este caso obtener celulosa microcristalina de una materia prima con un porcentaje de celulosa considerable el cual no es aprovechado en su totalidad. Esto por medio de la investigación y experimentación de diferentes ensayos se podrá obtener datos como los parámetros más óptimos de proceso de síntesis. Lo cual servirá en futuras investigaciones si se quiere dar una aplicación a este material.

2.6.2. Diseño de la investigación

El tipo de diseño de esta investigación es experimental ya que para la obtención de la celulosa microcristalina se optará por 2 etapas del proceso. La primera etapa consiste en la obtención de celulosa la cual se realizará por medio hidrólisis alcalina del bagazo de la caña seco, en el cual se variarán las concentraciones de NaOH y el tiempo de reacción aplicando un diseño factorial 2^k . En la segunda etapa se procederá a la extracción de la celulosa microcristalina por medio de una hidrólisis ácida en la cual se someterá a una serie de ensayos en donde se modificará la concentración de H_2SO_4 y tiempo de hidrólisis para tener los datos de estas variables en donde se obtenga un rendimiento y pureza óptimos, por medio de la aplicación de un diseño factorial 2^k . Para postular los valores de los diferentes tratamientos se tomó como base ciertos datos de investigaciones en las que se usó estos reactivos y tiempos similares. Como en la investigación de (Jiménez-Muñoz et al. 2017, p. 255) para la obtención de pulpa de celulosa de residuos de agave en la cual para el pulpeo alcalino se utilizó NaOH al 14-18%. Dentro del trabajo de investigación de (Lema y Arroyo 2019, p. 48) en la obtención de nanocelulosa a partir de la cascarilla de arroz se realizaron 3 experimentaciones para la obtención de celulosa utilizando concentraciones de NaOH de 5,10,15 % durante una hora. Tomando en consideración estos datos se propuso estos valores que se presentan a continuación:

Tabla 4-2: Diseño factorial 2^k para la obtención de celulosa.

Tratamiento	Tiempo de reacción (min)	Concentración NaOH (%)
1	60	10
2	60	15
3	75	10
4	75	15

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

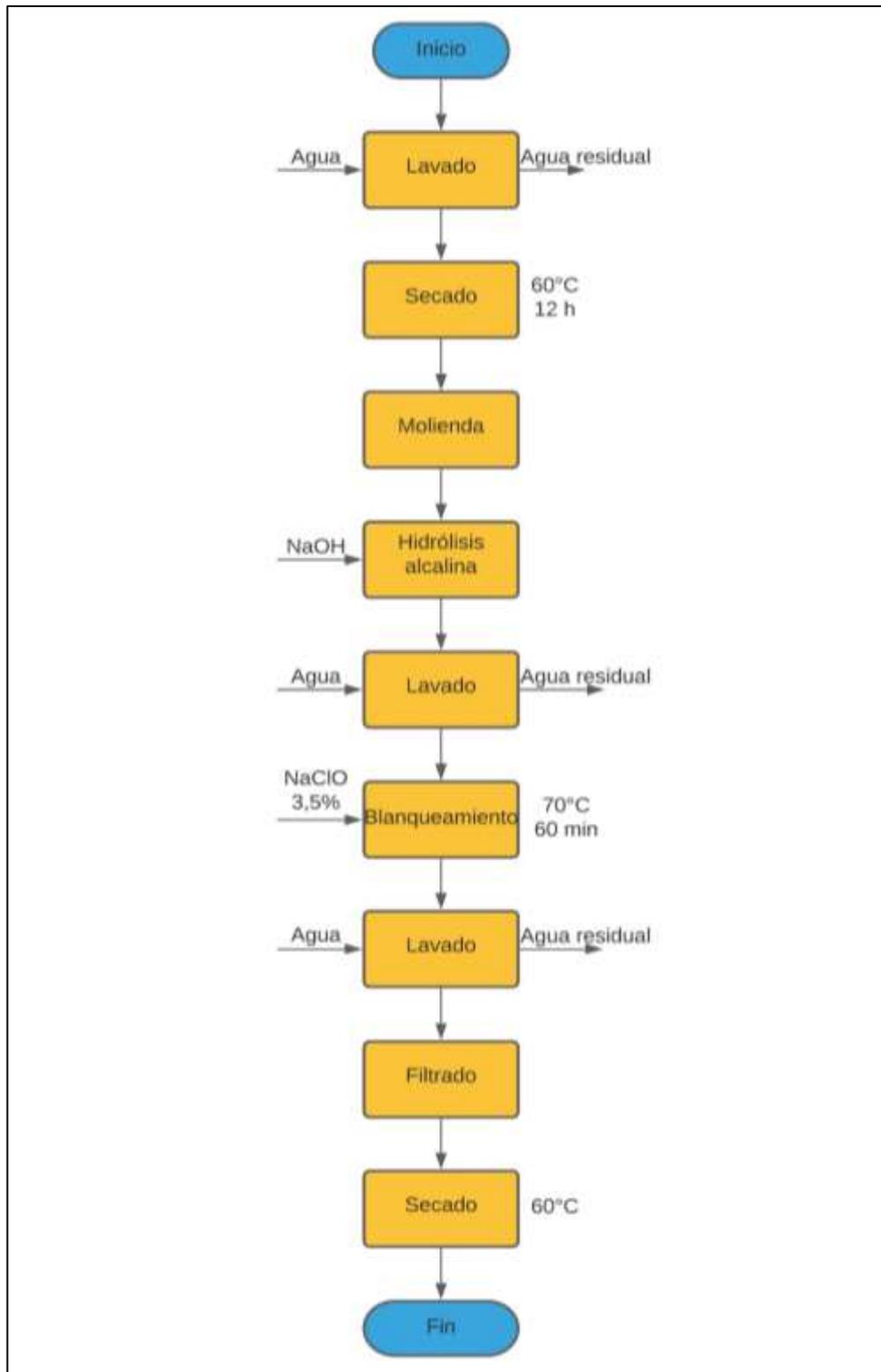
Al igual que en el caso anterior, para la hidrólisis ácida se propuso ciertos parámetros que se tomaron en base a datos de investigaciones como la de (Romero et al. 2014d, p. 286) para la obtención de celulosa microcristalina a partir de desechos de cambur, en la cual se da el uso de CH_3COOH al 80% y HNO_3 al 65%, en el presente trabajo el tratarse con H_2SO_4 siendo un ácido de carácter más fuerte se realizó a menores concentraciones. En la investigación en donde se obtiene celulosa microcristalina a partir del bagazo de caña de azúcar realizada por (García et al. 2013c, p. 59), la pulpa de celulosa se llevó a hidrólisis con ácido clorhídrico durante 60 min. Con estas consideraciones expresadas en estos estudios se propusieron los valores expresados en la siguiente tabla:

Tabla 5-2: Diseño factorial 2^k para la obtención de celulosa microcristalina.

Tratamiento	Tiempo de reacción (min)	Concentración H_2SO_4 (%)
1	60	40
2	75	50
3	60	40
4	75	50

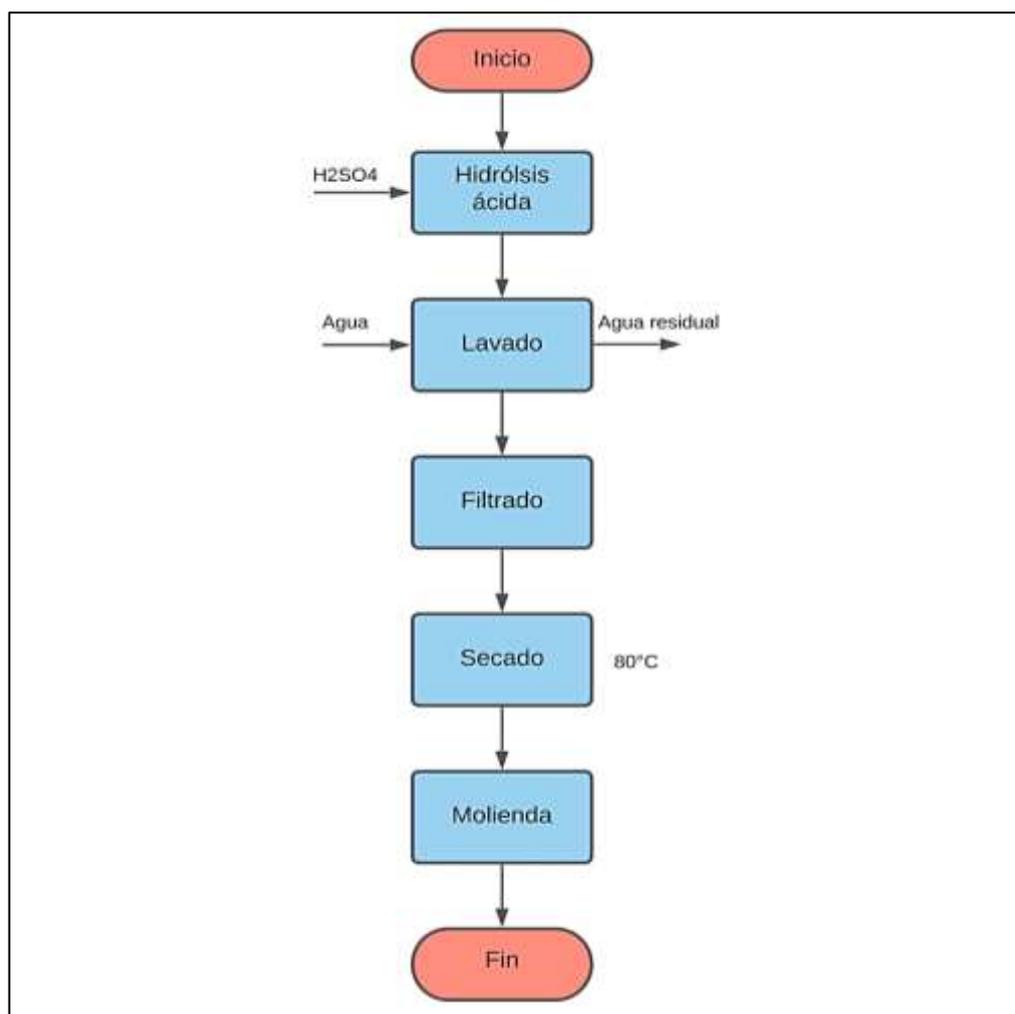
Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

A continuación, se detallará el proceso de extracción de celulosa y posterior de celulosa microcristalina por medio de las figuras 7-2 y 8-2.



Gráfica 3-2. Diagrama de flujo del proceso de extracción de celulosa del bagazo de caña de azúcar.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).



Gráfica 4-2. Diagrama de flujo del proceso de extracción de celulosa microcristalina.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.6.2.1. Descripción de los equipos, materiales, reactivos y materia prima

Los equipos, materiales y reactivos utilizados en el presente trabajo de investigación están disponibles en los laboratorios de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, la materia prima es proveniente de una planta artesanal de caña de azúcar de la parroquia Balsapamba-Bolivar. A continuación, se menciona cada uno de ellos:

Equipos:

- Estufa, marca BINDER, modelo FD-115-UC, Temperatura máxima 300°C/572°F, 1,30 kW/10,9 A.
- Mufla, marca THERMO SCIENTIFIC, modelo FB1415M, Temperatura máxima 1200°C/2192°F, AMPS: 12.0 Watts.

- Balanza analítica, marca OHAUS EXPLORER, modelo EX623. Capacidad max 220 g. min 0,0001 g.
- Agitador magnético con placa calefactora, marca BOECO, modelo MSH-420, Máxima velocidad 2000 rpm, capacidad 5000ml, Temperatura máxima 450°C, Fuente 110 V 60Hz.
- Termobalanza, marca RADWAG, modelo MAC 50.
- Máquina de metalización SPI – MODULE.
- Microscopio de barrido marca TESCAN modelo VEGA.

Materiales:

- Vasos de precipitación de vidrio de 250, 500 y 1000 ml.
- Matraz de 500 ml
- Varilla de agitación.
- Espátula
- Capsula de porcelana
- Mortero
- Pistilo
- Magnetos de agitación
- Pinzas
- Probetas de 100 y 250 ml.
- Vidrio reloj
- Refrigerante
- Balón de destilación de 1000ml
- Balón de aforo
- Filtro de porosidad media
- Desecador

Reactivos:

- Ácido sulfúrico
- Hidróxido de sodio
- Etanol
- Ácido nítrico
- Acetato de sodio
- Agua destilada
- Ácido nítrico

- Ácido clorhídrico
- Éter
- Tolueno
- Acetona

Sustancias:

- Bagazo de caña de azúcar

2.7. Unidad de análisis

La unidad de análisis del presente trabajo de investigación es la celulosa microcristalina derivada del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*), la misma que será analizada para conocer sus características y determinar su calidad.

2.8. Población de estudio

La población de estudio será el bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de una producción artesanal ubicada en la parroquia Balsapamba, cantón San Miguel, provincia de Bolívar. Este lugar será visitado para realizar una selección adecuada de la materia prima.

2.9. Tamaño de muestra

Para la presente investigación se tomará en cuenta 1 kg de muestra de bagazo seco y molido, del cual se espera obtener un valor cercano a 450 g de celulosa ya que como se vio en las fuentes bibliográficas esta consta de aproximadamente el 50% de su composición. Para la obtención de la celulosa microcristalina se tomará en cuenta la cantidad inicial de celulosa y el número de ensayos teniendo en consideración la posibilidad de errores aleatorios.

2.10. Selección de muestra

Para la selección de muestra, se lo realizará por medio de un muestreo selectivo, en el cual se realizarán visitas en días de trabajo de la planta artesanal para adquirir el bagazo recién molido. Se tomarán en cuenta ciertos parámetros de calidad desde su recolección hasta su transporte, entre los parámetros más importantes se seleccionará la materia prima que este en buen estado, que tenga un buen tamaño evitando fragmentos muy desintegrados por la molienda, sin principios de

descomposición y libre de cualquier agente extraño que altere su estado. Para su transporte se optará por almacenarlo en botes de plástico y será refrigerado para evitar su descomposición.

2.11. Técnicas de recolección de datos

2.11.1. Caracterización del bagazo de caña de azúcar

2.11.1.1. Determinación del contenido de celulosa

Tabla 6-2: Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa.

Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Refrigerante • Matraz de 500 ml • Filtro de porosidad media • Balanza analítica • Estufa 	<ul style="list-style-type: none"> • Acetato de sodio • Ácido nítrico concentrado • Etanol • Agua destilada • Agua destilada 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña seco y libre de extractos
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Colocar 1g. de muestra libre de extractos y humedad en un matraz de 100 ml. • Añadir 5 ml de ácido nítrico concentrado con 20 ml de etanol y llevar a ebullición en baño María con reflujo. • Pesar un filtro de porosidad media y filtrar la solución. • Someter el filtrado a digestión con 20 ml de etanol y 5 ml de ácido nítrico por 30 minutos a reflujo. • Decantar el sólido y someter a otra digestión con 100 ml de agua destilada por 60 min. • Filtrar la solución y realizar 3 lavados: el primero con agua destilada caliente, el segundo con 100ml de solución saturada de acetato de sodio y por último con 500 ml de agua destilada caliente. • Secar el residuo en una estufa a 105°C. • Dejar enfriar en un desecador y pesar. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Celulosa} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p style="text-align: center;">Ecuación 1-2: Porcentaje de celulosa.</p> <p>Donde:</p>		

m1= Peso final de la muestra seca (g)
 m2= Peso inicial de la muestra seca (g)

Fuente: (Loja 2017a, p. 49).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.1.2. *Determinación del contenido de lignina*

Tabla 7-2: Método de determinación de lignina Klason TAPPI T-222 os-74.

Método de determinación de lignina Klason TAPPI T-222 os-74		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Matraz de 1000 ml • Refrigerante • Vaso de precipitación • Filtro de porosidad media • Balanza analítica • Estufa 	<ul style="list-style-type: none"> • Agua destilada • Ácido sulfúrico • Agua destilada 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña seco y libre de extractos
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Pesar 1g de muestra seco y libre de extractos, luego colocar sobre un vaso de precipitación. • Preparar una solución de ácido sulfúrico al 72% y añadir 15 ml a la muestra, mantener en agitación constante durante 2 horas en baño María a 20°C. • Transferir el contenido al matraz de 1000 ml y añadir 560 ml de agua destilada para diluir el ácido sulfúrico al 4%. • Conectar al equipo refrigerante y llevar a ebullición con reflujo durante 4 horas. • Decantar la muestra y filtrar (filtro previamente tarado). • Lavar el residuo sólido con agua destilada caliente y secar en la estufa hasta peso constante (105+/-3 °C). 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Lignina} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p>Ecuación 2-2: Porcentaje de lignina.</p> <p>Donde:</p>		

m1= Peso final de la muestra seca (g)
 m2= Peso inicial de la muestra seca (g)

Fuente: (Toscano Palomar et al. 2015, p. 118).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.1.3. Determinación del contenido de hemicelulosa

Tabla 8-2: Método de determinación de hemicelulosa TAPPI T-212

Método de determinación de hemicelulosa TAPPI T-212		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Vaso de precipitación de 200 ml • Varilla de agitación • Vidrio reloj • Vaso de precipitación de 500 ml • Estufa • Filtro de porosidad media 	<ul style="list-style-type: none"> • Hidróxido de sodio • Agua destilada • Ácido acético 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña seco
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Pesar 1g de muestra libre de humedad y colocar sobre un vaso de precipitación de 200ml. • Preparar una solución de hidróxido de sodio al 1% y añadir 100 ml a la muestra, agitar con la varilla de vidrio y cubrir con un vidrio reloj. • Colocar la mezcla a inmersión de agua a ebullición (97-100 °C) por 1 hora. • Agitar la muestra cada 5 minutos. • Colocar la muestra en el filtro de media porosidad (previamente tarado y seco). • Lavar con agua destilada caliente, posterior lavar con 25 ml de ácido acético al 10%. • Finalmente lavar con agua destilada caliente hasta pH neutro. • Secar en la estufa a 105°C +/-3 hasta peso constante. 		
Cálculos:		

$$\% \text{ hemicelulosa} = \frac{m2 - m1}{m2} * 100$$

Ecuación 3-2: Porcentaje de hemicelulosa.

Donde:

m1= Peso final de la muestra seca (g)

m2= Peso inicial de la muestra seca (g)

Fuente: (Pineda y Navarrete 2018c, p. 35).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.1.4. Determinación de cenizas

Tabla 9-2: Determinación de cenizas TAPPI T-211

Método de determinación de cenizas		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Cápsula de porcelana • Pinzas • Mufla • Desecador • Balanza analítica 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña seco
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Secar la cápsula de porcelana colocándolo en la mufla a 525 °C +/- 25 durante 60 minutos. • Colocar la capsula de porcelana en el desecador. • Anotar el peso de la capsula de porcelana. • Colocar 1g de muestra seca y esperar a su carbonización para tomar el dato de su peso final. 		
Cálculos:		
$\% \text{ Cenizas} = \frac{m1 - m3}{m2} * 100$		
Ecuación 4-2: Porcentaje de cenizas.		
Donde:		
m1= Peso de la cápsula con la muestra final seca (g)		
m2= Peso inicial de la muestra seca (g)		
m3= Peso de la cápsula de porcelana sin muestra (g)		

Fuente: (Leal, Juárez y Terán 2011, p. 77).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.1.5. Determinación de humedad

Tabla 10-2: Método de determinación de humedad

Método de determinación de humedad		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Estufa • Espátula • Bandeja 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña fresco
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Tarar la bandeja y pesar 1g de muestra fresca. • Encender la estufa a 60°C y colocar la muestra. • Tomar peso cada cierto tiempo hasta tener un peso constante. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Humedad} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p>Ecuación 5-2: Porcentaje de humedad.</p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la bandeja con la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso inicial de la muestra fresca (g)</p>		

Fuente: (MICROLAB 2011).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.2. Obtención de celulosa

2.11.2.1. Extracción de celulosa

Tabla 11-2: Método de extracción de celulosa

Método de extracción de celulosa		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Agitador magnético con placa calentadora • Magneto • Vidrio reloj 	<ul style="list-style-type: none"> • Hidróxido de sodio • Agua destilada • Hipoclorito de sodio 	<ul style="list-style-type: none"> • Bagazo de caña seco

<ul style="list-style-type: none"> • Vaso de precipitación de 1000 ml • Papel filtro • Bomba de vacío • Embudo • Balanza analítica 		
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Pesar 50g de bagazo de caña seco en la balanza analítica. • Colocar sobre el vaso de precipitación de 1000 ml. • Preparar una solución al 15% de hidróxido de sodio y colocar sobre la muestra 500 ml de esta solución en relación 1:10 masa de la materia prima volumen de la solución. • Colocar el magneto dentro de la mezcla y llevar a la placa del agitador. • Mantener en agitación constante a 80°C durante 60 min. • Lavar la pulpa de celulosa hasta pH neutro y filtrar al vacío. • Trasvasar la pulpa de celulosa a un vaso de precipitación de 1000 ml. • Preparar una solución al 3,5% de hipoclorito de sodio y colocar 500 ml sobre la pulpa. • Colocar el magneto dentro de la mezcla y llevar a la placa del agitador. • Mantener en agitación constante a 70°C durante 60 min. • Lavar la pulpa de celulosa blanqueada hasta pH neutro y filtrar al vacío. • Colocar la pulpa de celulosa en la estufa a 60°C y secar hasta peso constante. • Moler hasta tener partículas de menor tamaño. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Rendimiento} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p style="text-align: center;">Ecuación 6-2: Porcentaje de rendimiento de celulosa.</p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso inicial de la muestra seca (g)</p>		

Fuente: (Bastidas 2016a, p. 55).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.3. Obtención de celulosa microcristalina

2.11.3.1. Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)

Tabla 12-2: Método de síntesis de celulosa microcristalina (MCC)

Método de síntesis de celulosa microcristalina MCC		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Agitador magnético con placa calentadora • Magneto • Vidrio reloj • Vaso de precipitación de 250 ml • Papel filtro • Bomba de vacío • Embudo • Balanza analítica • Molino. 	<ul style="list-style-type: none"> • Ácido sulfúrico • Agua destilada 	<ul style="list-style-type: none"> • Celulosa seca
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Pesar 5g de celulosa seca y colocar en un vaso de precipitación. • Preparar una solución al 50% de ácido sulfúrico y colocar 60 ml de esta solución sobre la muestra en relación de 11 ml de ácido por cada gramo de celulosa. • Colocar el magneto en la mezcla y llevar a la placa del agitador. • Mantener en agitación constante por 60 min a 45°C. • Detener la reacción añadiendo 150 ml agua destilada durante 2 horas. • Remover el exceso de agua y ácido por medio de lavados consecutivos hasta pH neutro. • Filtrar y llevar a la estufa a 80°C hasta peso constante. • Moler hasta tener partículas de menor tamaño. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Rendimiento} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p>Ecuación 7-2: Porcentaje de rendimiento de MCC.</p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso inicial de la muestra seca (g)</p>		

Fuente: (Pulido Barragan et al. 2016, p. 33).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.3.2. Determinación de pureza de celulosa microcristalina (MCC)

Tabla 13-2: Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa

Método de Kurschner y Hoffer para la determinación de celulosa		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Refrigerante • Matraz de 500 ml • Filtro de porosidad media • Balanza analítica • Estufa 	<ul style="list-style-type: none"> • Acetato de sodio • Ácido nítrico concentrado • Etanol • Agua destilada • Agua destilada 	<ul style="list-style-type: none"> • Celulosa microcristalina seca
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Colocar 1g de MCC seca en un matraz de 500 ml. • Añadir 5 ml de ácido nítrico concentrado con 20 ml de etanol y llevar a ebullición en baño María con reflujo. • Pesar un filtro de porosidad media y filtrar la solución. • Someter el filtrado a digestión con 20 ml de etanol y 5 ml de ácido nítrico por 30 minutos a reflujo. • Decantar el sólido y someter a otra digestión con 100 ml de agua destilada por 60 min. • Filtrar la solución y realizar 3 lavados: el primero con agua destilada caliente, el segundo con 100ml de solución saturada de acetato de sodio y por último con 500 ml de agua destilada caliente. • Secar el residuo en una estufa a 105°C. • Dejar enfriar en un desecador y pesar. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Pureza} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p style="text-align: center;">Ecuación 8-2: Porcentaje de pureza de MCC</p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso inicial de la muestra seca (g)</p>		

Fuente: (Loja 2017b, p. 49).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.3.3. Determinación de pérdida por secado

Tabla 14-2: Método pérdida por secado.

Pérdida por secado		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Estufa • Cápsula de porcelana • Espátula • Desecador 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Celulosa microcristalina
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Pesar de 1 a 2 g de celulosa microcristalina en la capsula. • Colocar en la estufa a 105°C +/- 2°C. • Tomar datos hasta peso constante. • Dejar enfriar en un desecador. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Pérdida por secado} = \frac{m1 - m2}{m3} * 100$ <p><i>Ecuación 9-2: Porcentaje de pérdida por secado.</i></p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso de la muestra antes del secado (g)</p> <p>m3= Peso de la muestra después del secado (g)</p>		

Fuente: (ANMAT 2005a, p. 227).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.3.4. Determinación de sustancias solubles en agua

Tabla 15-2: Método de sustancias solubles en agua.

Sustancias solubles en agua		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Vaso de precipitación de 100 ml • Bomba de vacío • Cápsula de porcelana • Papel filtro 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Celulosa microcristalina • Agua

<ul style="list-style-type: none"> • Desecador • Estufa 		
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Colocar 1 g de MCC con 20 ml de agua y agitar durante 10 minutos. • Filtrar al vacío con el papel filtro previamente tarado y pasar el contenido a la cápsula de porcelana. • Evaporar a sequedad en un baño y secar a 105°C • Enfriar en un desecador y pesar. 		
<p>Cálculos:</p> $\% \text{ Solubles en agua} = \frac{m1}{m2} * 100$ <p style="text-align: center;"><i>Ecuación 10-2: Porcentaje de sustancias solubles en agua.</i></p> <p>Donde:</p> <p>m1= Peso final de la muestra seca (g)</p> <p>m2= Peso de la muestra antes del secado (g)</p>		

Fuente: (ANMAT 2005b, p. 227).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.4. Análisis SEM

2.11.4.1. Metalización de muestras

Tabla 16-2: Proceso de metalización de muestras

Proceso de metalización de muestras		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Probetas • Máquina de metalización SPI - MODULE 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Celulosa microcristalina seca
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Montar las muestras en las probetas (Utilizar guantes y accesorios según el material a montar). • Colocar las probetas en un estuche plástico para evitar que se contaminen. • Con la maquina apagada montar las probetas con las pinzas en el cilindro para metalizar. • Colocar la tapa y ajustar la válvula de vacío. 		

<ul style="list-style-type: none"> • Encender la bomba para generar vacío dentro del cilindro con una presión de 2-4 torr. • Realizar un test y verificar que la luz violeta este encendida. • Colocar la perilla del tiempo a 60 segundos. • Iniciar la metalización. • Luego de los 60 segundos se debe abrir la válvula de vacío para liberar el vacío y retirar las probetas.
Cálculos: no existen cálculos en este proceso.

Fuente: (UNIVERSIDAD TECNICA DE AMBATO 2021a).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

2.11.4.2. Análisis SEM

Tabla 17-2: Proceso del análisis SEM

Proceso de metalización de muestras		
Materiales/Equipos	Reactivos	Sustancias
<ul style="list-style-type: none"> • Microscopio de barrido 	<ul style="list-style-type: none"> • N/A 	<ul style="list-style-type: none"> • Muestras de celulosa microcristalina metalizada
Procedimiento		
<ul style="list-style-type: none"> • Encender el microscopio de barrido. • Abrir la válvula de nitrógeno y el nivel que se mantenga entre 50 y 75 PSI. • Abrir el módulo del microscopio. • Montar las probetas en la cámara de vacío y cerrar la compuerta • Encender la bomba de vacío. • Ajustar parámetros del programa para mejorar nitidez y visualización. • Capturar las imágenes. 		
Cálculos: no existen cálculos en este proceso.		

Fuente: (UNIVERSIDAD TECNICA DE AMBATO 2021b).

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1. Datos

3.1.1. Caracterización de la materia prima

En la tabla 18-3 se evidencian los datos obtenidos para la caracterización de la materia prima que es el bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*), en los datos consta el peso inicial de la materia prima y el peso final luego de los diferentes procesos propuestos para cada componente. Los componentes de análisis fueron tomados en cuenta de acuerdo a la composición principal de residuos lignocelulósicos por lo que se tomó en consideración el análisis de: celulosa, hemicelulosa, lignina, cenizas y humedad (el análisis de cada componente se lo realizó por duplicado).

Tabla 18-3: Caracterización del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*)

	1		2	
	P. inicial (g)	P. final (g)	P. inicial (g)	P. final (g)
Celulosa	1,041	0,436	1,041	0,412
Hemicelulosa	1,040	0,792	1,040	0,824
Lignina	1,045	0,290	1,045	0,274
Humedad	1,025	0,812	1,025	0,792
Cenizas	1,019	0,026	1,019	0,023

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

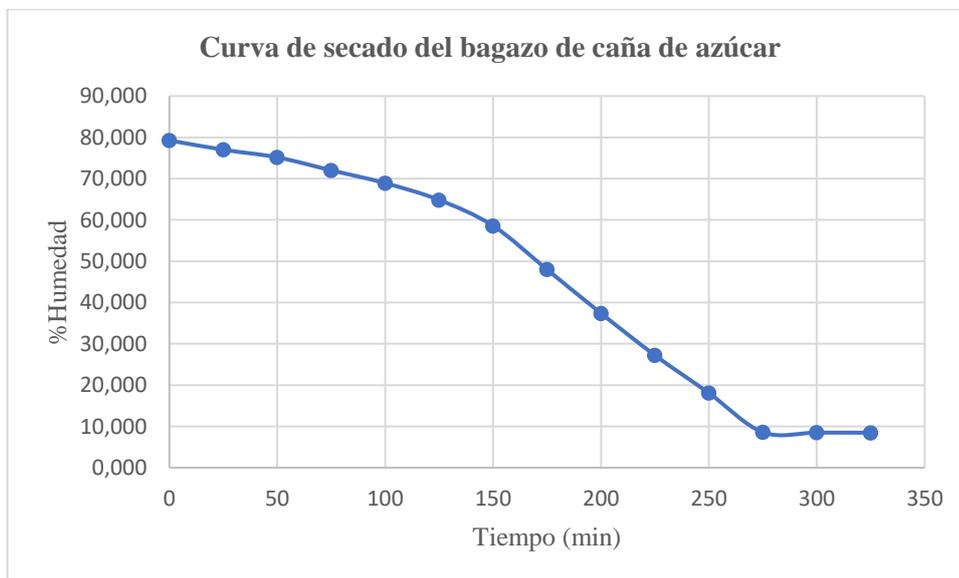
3.1.2. Secado de la materia prima

En la tabla 19-3 se presentan los datos del tiempo de secado y el porcentaje de humedad en base húmeda de la materia prima a una temperatura de 60°C.

Tabla 19-3: Datos del secado de la materia prima.

Tiempo(min)	Peso (g)	% Humedad (wb)
0	28,373	79,272
25	25,676	77,015
50	23,773	75,175
75	21,105	72,037
100	18,993	68,928
125	16,789	64,849
150	14,255	58,600
175	11,352	48,013
200	9,427	37,397
225	8,111	27,240
250	7,205	18,090
275	6,456	8,588
300	6,450	8,503
325	6,449	8,488

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).



Gráfica 5-3. Curva de secado del bagazo de la caña de azúcar.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En la gráfica 1-3: se puede observar el comportamiento de la humedad en el transcurso del tiempo, previamente se había tomado el dato de la humedad en una termobalanza y posterior a esto se tomó el peso inicial de una muestra para luego someterla a secado y seguir tomando su peso

considerando un intervalo de 25 minutos para la toma de cada dato hasta que la muestra comenzó a presentar peso constante a partir de los 275 minutos.

3.1.3. Obtención de celulosa a partir del bagazo de la caña de azúcar

Para el proceso de obtención de celulosa a partir del bagazo de la caña de azúcar se llevó a cabo una serie de combinaciones, las mismas que se determinaron por medio de un diseño factorial 2^k para $k=2$ factores los cuales son la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción, los cuales fueron planteados en el diseño de la investigación. Posteriormente se realizaron dos réplicas en donde se expresan el peso inicial de la materia prima y el peso final de la pulpa de celulosa extraída luego de los tratamientos alcalino y de blanqueamiento. Los datos obtenidos se expresan en la tabla 20-3.

Tabla 20-3: Datos experimentales de los diferentes tratamientos para la obtención de celulosa.

Tiempo de reacción 60 minutos – NaOH 10%		
	Réplicas	
	1	2
Peso inicial (g)	50,074	50,075
Peso final (g)	23,871	24,124
Tiempo de reacción 60 minutos – NaOH 15%		
	Réplicas	
	1	2
Peso inicial (g)	50,079	50,072
Peso final (g)	22,824	22,685
Tiempo de reacción 75 minutos – NaOH 10%		
	Réplicas	
	1	2
Peso inicial (g)	50,076	50,076
Peso final (g)	23,149	22,986
Tiempo de reacción 75 minutos – NaOH 15%		
	Réplicas	
	1	2
Peso inicial (g)	50,072	50,076
Peso final (g)	21,942	21,524

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.1.3.1. Propiedades de la celulosa

En la tabla 21-3 se ilustran los datos para el cálculo de algunas propiedades de la celulosa obtenida a partir del bagazo de la caña de azúcar.

Tabla 21-3: Datos de peso inicial y final de algunas propiedades de la celulosa.

Propiedad	Peso inicial (g)	Peso final (g)
Perdida por secado (%)	1,00	0,073
Cenizas (%)	1,001	0,032
Sustancias solubles en agua (%)	1,02	0,013
Apariencia física	Polvo casi blanco de aspecto granuloso	

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.1.4. Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)

Para la síntesis de celulosa microcristalina se llevó a cabo una serie de combinaciones, las mismas que se determinaron por medio de un diseño factorial 2^k para $k=2$ factores los cuales son la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción, los cuales fueron planteados en el diseño de la investigación. En este proceso se tomó en cuenta como variable respuesta la pureza. También se optó por determinar el rendimiento del proceso para conocer el mejor método en el cual se obtendría mayor cantidad de este material para lo cual en la tabla 22-3 se expresan los datos de peso inicial de celulosa y peso final de celulosa microcristalina. Por otro lado, en la tabla 23-3 se expresan los datos del peso inicial de celulosa microcristalina y peso final de residuo obtenidos a través del método Kurschner y Hoffer. En cada ensayo de pureza y rendimiento se realizaron 3 réplicas.

Tabla 22-3: Datos experimentales para determinar el rendimiento en la síntesis de MCC.

Tiempo de reacción 60 minutos – H ₂ SO ₄ 40%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	5,033	5,03	5,031
Peso final (g)	3,286	3,375	3,201
Tiempo de reacción 60 minutos – H ₂ SO ₄ 50%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	5,035	5,034	5,032

Peso final (g)	2,959	2,896	2,901
Tiempo de reacción 75 minutos – H₂SO₄ 40%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	5,033	5,036	5,035
Peso final (g)	3,023	2,916	2,964
Tiempo de reacción 75 minutos – H₂SO₄ 50%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	5,034	5,035	5,032
Peso final (g)	2,761	2,625	2,689

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Tabla 23-3: Datos experimentales para determinar la pureza en la síntesis de MCC.

Tiempo de reacción 60 minutos – H₂SO₄ 40%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	1,014	1,011	1,013
Peso final (g)	0,618	0,622	0,62
Tiempo de reacción 60 minutos – H₂SO₄ 50%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	1,011	1,012	1,014
Peso final (g)	0,659	0,655	0,662
Tiempo de reacción 75 minutos – H₂SO₄ 40%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	1,012	1,014	1,013
Peso final (g)	0,718	0,714	0,72
Tiempo de reacción 75 minutos – H₂SO₄ 50%			
	Réplicas		
	1	2	3
Peso inicial (g)	1,012	1,012	1,011
Peso final (g)	0,702	0,699	0,704

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.1.4.1. Propiedades de la celulosa microcristalina

En la tabla 24-3 se expresan los datos de peso inicial y final para el cálculo de algunas propiedades de la celulosa microcristalina.

Tabla 24-3: Datos para el cálculo de algunas propiedades de la celulosa microcristalina.

Propiedad	P. inicial	P. final
Pérdida por secado (%)	1,012	0,05
Cenizas (%)	1,021	0,028
Sustancias solubles en agua (%)	1,00	0,002
Apariencia física	Polvo blanco muy fino	

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.2. Cálculos

3.2.1. Caracterización de la materia prima

3.2.1.1. Contenido de celulosa

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{0,436 \text{ g}}{1,041 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 1-2}$$

$$\% \text{ Celulosa} = 41,88 \%$$

3.2.1.2. Contenido de lignina

$$\begin{aligned} \% \text{ Hemicelulosa} & \quad \text{Ec. 2-2} \\ = \frac{1,040 \text{ g} - 0,792 \text{ g}}{1,040 \text{ g}} * 100 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Hemicelulosa} = 23,85 \%$$

3.2.1.3. Contenido de hemicelulosa

$$\% \text{ Lignina} = \frac{0,29 \text{ g}}{1,045 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 3-2}$$

$$\% \text{ Lignina} = 27,75\%$$

3.2.1.4. Contenido de humedad

$$\% \text{ Humedad} = \frac{0,812 \text{ g}}{1,025 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 5-2}$$

$$\% \text{ Humedad} = 79,22\%$$

3.2.1.5. Contenido de cenizas

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{0,026 \text{ g}}{1,019 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 4-2}$$

$$\% \text{ Cenizas} = 2,55\%$$

3.2.2. Obtención de celulosa

3.2.2.1. Rendimiento

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{23,871 \text{ g}}{50,074 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 6-2}$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 47,67\%$$

3.2.2.2. Pérdida por secado

$$\begin{aligned} & \% \text{ Pérdida por secado} \quad \text{Ec. 9-2} \\ & = \frac{41,258 \text{ g} - 41,185 \text{ g}}{1,00 \text{ g}} \\ & * 100 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Pérdida por secado} = 7,3\%$$

3.2.2.3. Cenizas

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{0,032 \text{ g}}{1,001} * 100 \quad \text{Ec. 4-2}$$

$$\% \text{ Cenizas} = 3,19\%$$

3.2.2.4. Sustancias solubles en agua

$$\% \text{ Solubles en agua} = \frac{0,013 \text{ g}}{1,02 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 10-2}$$

$$\% \text{ Solubles en agua} = 1,27\%$$

3.2.3. Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)

3.2.3.1. Rendimiento

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{3,286 \text{ g}}{5,035 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 6-2}$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 65,28\%$$

3.2.3.2. Pureza

$$\% \text{ Pureza} = \frac{0,618 \text{ g}}{1,014 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 8-2}$$

$$\% \text{ Pureza} = 60,95\%$$

3.2.3.3. Pérdida por secado

$$\begin{aligned} & \% \text{ Pérdida por secado} \quad \text{Ec. 9-2} \\ & = \frac{74,75 \text{ g} - 74,70}{1,012 \text{ g}} * 100 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Pérdida por secado} = 4,94\%$$

3.2.3.4. Sustancias solubles en agua

$$\% \text{ Solubles en agua} = \frac{0,002 \text{ g}}{1,00 \text{ g}} * 100 \quad \text{Ec. 10-2}$$

$$\% \text{ Solubles en agua} = 0,2\%$$

3.2.3.5. *Cenizas*

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{23,029 \text{ g} - 23,001 \text{ g}}{1,021 \text{ g}} * 100$$

Ec. 4-2

$$\% \text{ Cenizas} = 2,74\%$$

3.3. Discusión de resultados

3.3.1. Caracterización de la materia prima

En el desarrollo de la parte experimental se inició por la caracterización del bagazo de la caña de azúcar. Los datos obtenidos se reflejan en la tabla 25-3, en la cual se puede apreciar que la humedad corresponde a un 77,76 % y según (Días 2008a, p. 14) la humedad del bagazo varía dependiendo de la velocidad y la eficiencia de la molienda y en su análisis de diferentes muestras proporcionan valores de humedad en un rango de 40-54%. Por lo tanto, el valor de humedad obtenido en la presente investigación varía significativamente debido a que la materia prima proviene de una producción artesanal en donde su proceso de extracción no es muy óptimo.

Para el contenido de cenizas se obtuvo un valor de 2,40% lo que tiene concordancia y una mínima variación con los valores de (Días 2008b, p. 14) al poseer un contenido de cenizas de 2,14-2,20%.

La cantidad de celulosa y lignina reportada según fuentes bibliográficas en la tabla 4-1 expresa valores de 39,01% y 23,09% respectivamente para bagazo de caña de azúcar, experimentalmente se obtuvo valores de 40,73% de celulosa y 26,99% de lignina. Para el contenido de hemicelulosa según (Pernalet et al. 2008b, p. 6) el bagazo de la caña de azúcar no tratado posee un 24,42% de contenido de hemicelulosa el cual tiene una gran concordancia al obtenido experimentalmente correspondiendo al 24,31%. En efecto, los valores obtenidos comparten similitud con los proporcionados bibliográficamente.

Tabla 25-3: Resultados de la caracterización de la materia prima.

Muestra	% Celulosa	% Hemicelulosa	% Lignina	% Humedad	% Cenizas
1	41,88	23,85	27,75	79,22	2,55
2	39,58	24,77	26,22	76,27	2,26
Promedio	40,73	24,31	26,99	77,76	2,40

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.2. Secado de la materia prima

El secado de la materia prima se completó dentro de 325 minutos a una temperatura de 60°C, el cual finalizó al llegar a un valor de humedad de 8,48% en donde se mantuvo constante. En la investigación de (Villalba y Arzola 2019, p. 30) sobre secado de bagazo de caña de azúcar de un trapiche de su localidad, realizó diferentes ensayos de secado, en donde varió la temperatura y longitud de las fibras, llegando a concluir que una de las mejores condiciones para el secado de

esta materia prima es a 60°C con una longitud de la fibra de 54 mm, obteniendo una humedad final promedio del 2% en 120 minutos. En la presente investigación la temperatura es la misma que la del autor, sin embargo, el tiempo de secado llevó más tiempo debido a la irregularidad en la medida de longitud de las fibras.

3.3.3. Obtención de celulosa

Para la obtención de celulosa se llevó a cabo 4 tratamientos a diferentes tiempos de reacción y concentraciones de NaOH. En este proceso se determinó el rendimiento de cada tratamiento el cual se calculó por la relación entre el peso inicial de materia prima seca sobre el peso final de la pasta de celulosa seca luego del proceso de blanqueamiento. Los valores obtenidos se expresan en la tabla 26-3.

Según estos datos se puede observar que los tratamientos 1 y 3 son los que poseen un porcentaje de rendimiento mayor comparado a los tratamientos 2 y 4, con esto se puede deducir que a una concentración al 10% de NaOH se da una menor separación de las fibras de celulosa en relación a una concentración al 15%, ya que al utilizar una menor concentración no se da una ruptura completa de los otros componentes como lo son la lignina y hemicelulosa ya que parte de estas se quedan en la pasta de celulosa. Expresado esto, la concentración al 15% facilitó la separación de lignina y hemicelulosa obteniendo así un menor rendimiento pero mayor contenido de pureza en celulosa lo cual va de acuerdo a la investigación de Pineda y Navarrete (2018d, p. 49).

Tabla 26-3: Resultados de rendimiento en la obtención de celulosa

Tratamiento	Factores		Replicas		
	Concentración NaOH (%)	Tiempo de reacción (min)	1	2	Promedio
			% Rendimiento	% Rendimiento	
1	10	60	47,67	48,18	47,92
2	15	60	45,58	45,30	45,44
3	10	75	46,23	45,90	46,06
4	15	75	43,82	42,98	43,40

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.3.1. Análisis de varianza

Con los resultados obtenidos se llevó a cabo el análisis estadístico por medio de la herramienta MINITAB, se tomó en consideración un nivel de significancia de 0,05. En la tabla 27-3 se puede ver los resultados del análisis de varianza, en donde se aprecia que tanto las variables de concentración de NaOH y tiempo de reacción son estadísticamente significativas por separado, ya que su valor de F es mayor a su valor crítico respectivamente.

Tabla 27-3: Análisis de varianza de resultados

Fuente	Grados de libertad	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p	Valor crítico F
Modelo	3	20,8825	6,9608	48,3	0,001	-
Lineal	2	20,8662	10,4331	72,39	0,001	-
Concentración de NaOH	1	13,2612	13,2612	92,01	0,001	7,71
Tiempo de reacción	1	7,605	7,605	52,77	0,002	7,71
Interacciones de 2 términos	1	0,0162	0,0162	0,11	0,754	
Concentración de NaOH*Tiempo de reacción	1	0,0162	0,0162	0,11	0,754	7,71
Error	4	0,5765	0,1441			
Total	7	21,459				

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En el análisis de las hipótesis se postuló las siguientes:

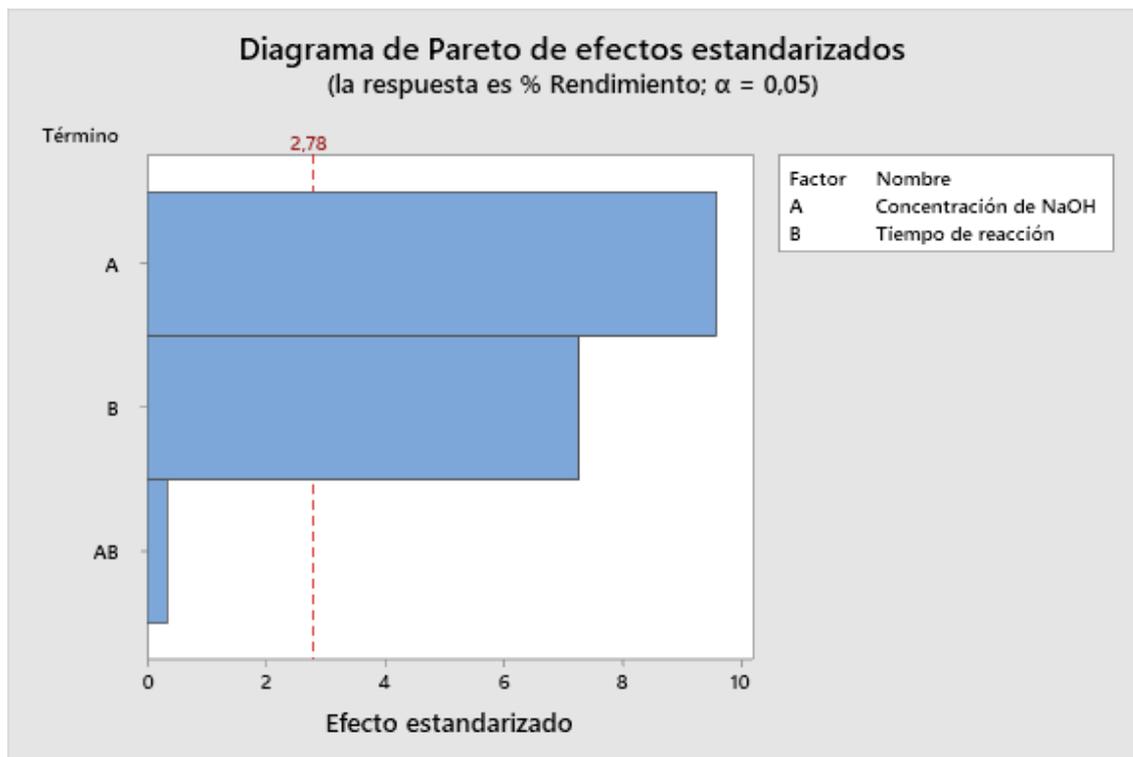
H₁: El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina tiene efecto en el aumento del rendimiento.

H₀: El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina no tiene efecto en el aumento del rendimiento.

Como se aprecia en la tabla 27-3 la interacción de estas dos variables no es significativamente estadística ya que su valor de F es mucho menor a su valor crítico. Por otro lado, su valor de p es igual a 0,754 el cual es mayor al valor de significancia lo que indica que la hipótesis nula es aceptada, lo que se puede comprobar ya que al incrementar estas dos variables no se dio un efecto sobre el crecimiento del rendimiento.

Con respecto a cada variable por separado tanto los valores de p de la concentración de NaOH y tiempo de reacción son menores al nivel de significancia por lo tanto cada una por separado tiene un efecto significativo sobre el rendimiento.

Lo expresado anteriormente se puede respaldar por medio del diagrama de Pareto en donde se puede observar los efectos más significativos dentro de la experimentación, y el nivel de relevancia que posee cada uno, como se aprecia en el diagrama ambas variables por separado sobrepasan la línea roja teniendo efecto sobre la variable respuesta, siendo la más relevante la concentración de hidróxido de sodio. Por otro lado, la interacción de las dos variables no sobrepasa esta línea, lo cual indica que tienen un efecto sobre el rendimiento.



Gráfica 6-3. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En la tabla 28-3 se expresa el resumen del modelo en donde se puede apreciar un r^2 aceptable al acercarse a 1 por lo cual el modelo se acepta, así mismo la desviación estándar tiene un valor bajo lo cual expresa que la dispersión de datos se acerca a la media.

Tabla 28-3: Resumen del modelo.

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,379638	99,31%	98,30%	98,25%

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.3.2. Propiedades de la celulosa

La celulosa obtenida fue sometida a ciertas pruebas para determinar algunas de sus propiedades, se utilizó la muestra del tratamiento 4 por ser la de mejores cualidades. Las propiedades fueron comparadas con la norma Farmacopea para verificar que se encuentren dentro del rango establecido.

Tabla 29-3: Propiedades de la celulosa.

Propiedad	Celulosa obtenida en la experimentación	Norma FARMACOPEA
pH	7,35	5,0 – 7,5
Pérdida por secado (%)	7,30	< 6,5
Cenizas (%)	3,19	-
Sustancias solubles en agua (%)	1,24	< 1,5
Apariencia física	Polvo casi blanco de aspecto granuloso	Polvo blanco o casi blanco, fino o granuloso.
Solubilidad en agua	No	Insoluble en la mayoría de solventes orgánicos, agua, alcohol, tolueno, acetona, ácidos diluidos y poco soluble en hidróxido de sodio (%5)
Solubilidad en hidróxido de sodio (5%)	Poco soluble	
Solubilidad en ácido sulfúrico (20%)	No	
Solubilidad en ácido clorhídrico (30%)	No	
Solubilidad en ácido nítrico (25%)	No	
Solubilidad en tolueno	No	
Solubilidad en etanol (96%)	No	
Solubilidad en éter	No	
Solubilidad en acetona	No	

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Como se puede observar en la tabla 29-3 la celulosa extraída en la experimentación cumple satisfactoriamente con la mayoría de las propiedades de la celulosa comercial según la Norma Farmacopea. Se realizaron los ensayos de solubilidad en diferentes solventes orgánicos en los cuales no se observó solubilidad en ninguno de los mencionados a excepción del hidróxido de

sodio en donde presentó una ligera solubilidad lo cual está dentro de la norma. El valor de la pérdida por secado fue superior al esperado ya que luego de los procesos de secado puede existir material volátil y humedad absorbida o retenida entre la estructura celulosa/lignina (FAO 1983, p. 17). El porcentaje de cenizas en la experimentación es de 3,19% y según (García et al. 2013d, p. 60) el porcentaje debe ser cercano al 0,5%, ya que para obtener este valor se debe realizar una prehidrólisis al bagazo con el fin de disminuir el contenido de cenizas y de pentosanos.

3.3.4. Síntesis de celulosa microcristalina (MCC)

Para la síntesis de celulosa microcristalina se optó por utilizar la muestra de celulosa del tratamiento 4 por ser la de mejores cualidades. Se realizaron 4 tratamientos variando el tiempo de reacción y la concentración de H₂SO₄, en este proceso de extracción se determinó el rendimiento y la pureza de la celulosa microcristalina.

3.3.4.1. Rendimiento del proceso

El rendimiento del proceso de síntesis de celulosa microcristalina se calculó por la relación entre el peso inicial de celulosa seca sobre el peso final de la celulosa sintetizada seca, los resultados se reflejan a continuación:

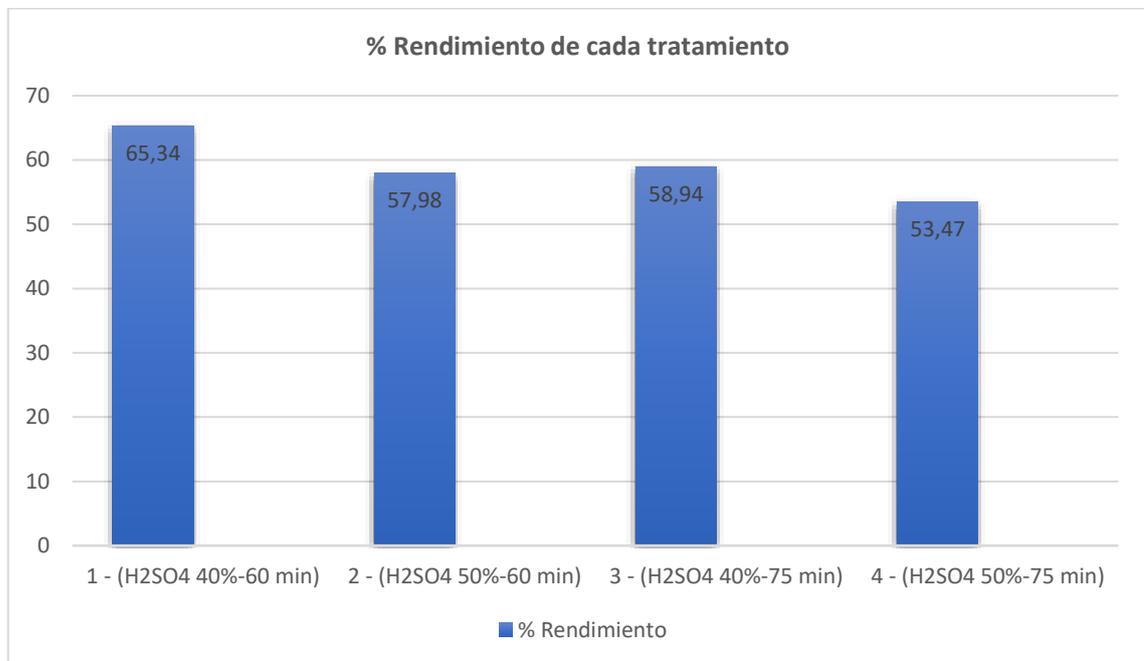
Tabla 30-3: Resultados de rendimiento en la síntesis de MCC.

Tratamiento	Factores		Replicas			
	Concentración H ₂ SO ₄ (%)	Tiempo de reacción (min)	1	2	3	Promedio
			% Rendimiento	% Rendimiento	% Rendimiento	
1	40	60	65,29	67,10	63,63	65,34
2	50	60	58,77	57,53	57,65	57,98
3	40	75	60,06	57,90	58,87	58,94
4	50	75	54,85	52,14	53,44	53,47

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Como se puede apreciar en la gráfica 30-3 los tratamientos 1 y 3 son los que reflejan un mayor porcentaje de rendimiento a diferencia de los tratamientos 2 y 4, lo cual tiene gran relevancia por la concentración de H₂SO₄ utilizado y el tiempo de reacción, esto se fundamenta ya que según

(Aguilar et al. 2002, p. 309) los enlaces de la hemicelulosa son más débiles comparados a los de la celulosa por lo cual la hidrólisis a condiciones controladas no muy estrictas como las realizadas en la experimentación logra solubilizar la hemicelulosa liberando así la celulosa, a su vez que durante la hidrólisis se va separando la parte amorfa quedando una parte cristalina de celulosa. Por este motivo un rendimiento menor significa que se dio una mejor solubilización de hemicelulosa y separación de partes amorfas de la celulosa lo cual corresponde a los tratamientos donde se utilizó una concentración al 50%. Sin embargo, a tiempos muy prolongados de reacción las cadenas de celulosa se hidrolizan más rápido y en mayor cantidad, fragmentando aún más la fibra obteniéndose cristales de menor medida que se categorizarían en otro tipo de nanocelulosa de menor tamaño, estos cristales necesitan de métodos de lavado y filtrado más estrictos para su recuperación. Esto se fundamenta en la investigación de (Beck, Roman y Gray 2005, p. 1050).



Gráfica 7-3. Rendimientos de la obtención de MCC.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.4.2. Pureza

Para la determinación de la pureza se llevó a cabo utilizando la MCC obtenida después de cada uno de los 4 tratamientos, mediante el cálculo del peso inicial de celulosa seca sobre el peso final de la muestra seca luego de aplicado el método Kurschner y Hoffer. La tabla 31-3 proporciona los datos de pureza de las muestras obtenidas de celulosa microcristalina,

Se puede apreciar que los tratamientos donde se obtuvo mayor porcentaje de pureza son el 3 y 4, siendo el tratamiento 3 predominante con un 70,81% de pureza, estos datos evidencian en el proceso de síntesis las mejores condiciones son tiempos de reacción más prolongados y

concentraciones altas puesto que a medida que se aumentan estas condiciones el grado de pureza aumenta, sin embargo, par

a la síntesis de MCC estas condiciones deben ser controladas ya que como se puede observar en el tratamiento 4 la pureza comienza a decrecer. La razón de este decrecimiento se redactó anteriormente en el análisis de rendimiento puesto que a concentraciones altas y tiempos de reacción más prolongados la fibra comienza a fragmentarse más debido a que las cadenas de celulosa se hidrolizan más rápido y en mayor cantidad dando como resultado cristales de menor tamaño que necesitan métodos de recuperación más estrictos, en la experimentación estos cristales de menor tamaño se pierden durante el lavado y filtrado, dando como consecuencia pérdida de celulosa y por ende pérdida de pureza.

Según García et al. (2013e, p. 61) el contenido de pureza de celulosa microcristalina para utilizar en grado farmacéutico y alimenticio debe ser del 97%, en la presente investigación la pureza obtenida fue del 70,81% por lo cual se podría ampliar el estudio en otras aplicaciones en la industria de este material.

Tabla 31-3: Resultados de pureza en la síntesis de MCC.

Tratamiento	Factores		Replicas			
	Concentración H ₂ SO ₄ (%)	Tiempo de reacción (min)	1	2	3	Promedio
			% Pureza	% Pureza	% Pureza	
1	40	60	60,95	61,52	61,20	61,22
2	50	60	65,18	64,72	65,29	65,06
3	40	75	70,95	70,41	71,08	70,81
4	50	75	69,37	69,07	69,63	69,36

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.4.3. Análisis de varianza

Por medio de la misma herramienta mencionado anteriormente se vio la interacción de las variables de proceso en la síntesis de celulosa microcristalina en función de la pureza, con un nivel de significancia del 0,05. En donde se puede apreciar que el valor estadístico F es mayor tanto para la concentración de H₂SO₄ y tiempo de reacción en relación a su valor crítico por lo tanto estas variables tienen efecto sobre la variable respuesta y son significativos estadísticamente. H₂SO₄.

Tabla 32-3: Análisis de varianza de resultados

Fuente	Grados de libertad	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p	Valor crítico F
Modelo	3	169,861	56,620	599,42	0,000	-
Lineal	2	148,820	74,410	787,76	0,000	-
Concentración de H ₂ SO ₄	1	4,260	4,260	45,10	0,000	5.32
Tiempo de reacción	1	144,560	144,560	1530,41	0,000	5.32
Interacciones de 2 términos	1	21,041	21,041	222,75	0,000	
Concentración de H ₂ SO ₄ *Tiempo de reacción	1	21,041	21,041	222,75	0,000	5,32
Error	8	0,756	0,094			
Total	11	170,617				

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En el análisis de las hipótesis se postuló las siguientes:

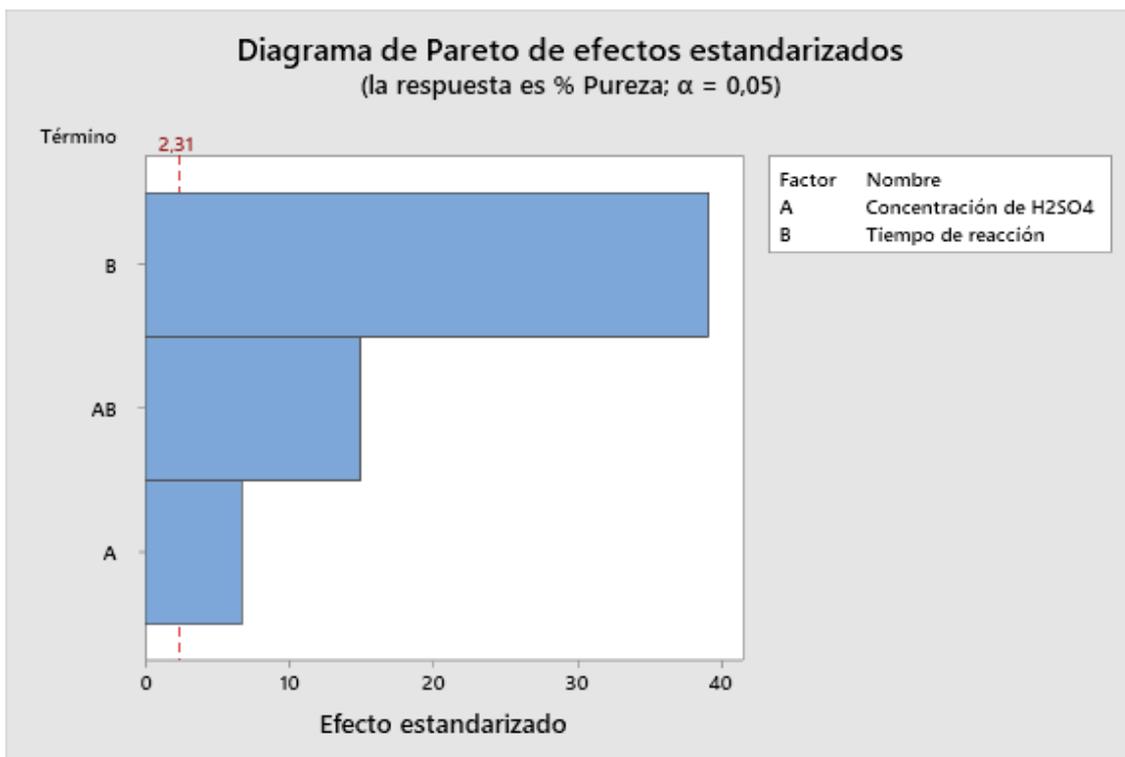
H₂: El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.

H₀: El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida no tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.

Como se aprecia en la tabla 32-3 en la interacción de estas dos variables el valor de F es mayor a su valor crítico lo cual expresa que en conjunto son significativamente estadísticas. Por otro lado, su valor de p es menor al valor de significancia lo que indica que la hipótesis nula es rechazada, lo que se puede comprobar ya que al incrementar estas dos variables si existen un efecto sobre la pureza promedio.

Con respecto a cada variable por separado tanto los valores de p de la concentración de H₂SO₄ y tiempo de reacción son menores al nivel de significancia por lo tanto cada una por separado tiene un efecto significativo sobre el rendimiento.

Lo expresado anteriormente se puede respaldar por medio del diagrama de Pareto en donde se puede observar los efectos más significativos dentro de la experimentación, y el nivel de relevancia que posee cada uno, como se aprecia en el diagrama ambas variables por separado, así como su interacción entre las dos sobrepasan la línea roja teniendo efecto sobre la variable respuesta, siendo la más relevante el tiempo de reacción.



Gráfica 8-3. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En la tabla 33-3 se expresa el resumen del modelo en donde se puede apreciar un r^2 aceptable al acercarse a 1 por lo cual el modelo se acepta, así mismo la desviación estándar tiene un valor bajo lo cual expresa que la dispersión de datos se acerca a la media.

Tabla 33-3: Resumen del modelo.

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,307341	99,56%	99,39%	99,00%

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.3.4.4. *Propiedades de la celulosa microcristalina*

La celulosa microcristalina se sometió a ciertas pruebas para determinar algunas propiedades, la muestra analizada fue la del tratamiento 3 por ser la de mejores cualidades y pureza. Las propiedades se compararon con los datos de la norma Farmacopea para verificar que se encuentren dentro del rango establecido.

Tabla 34-3: Propiedades de la celulosa microcristalina

Propiedad	Celulosa obtenida en la experimentación	Norma FARMACOPEA
pH	6,10	5,0 – 7,5
Perdida por secado (%)	4,94	< 7,0
Cenizas (%)	2,74	-
Sustancias solubles en agua (%)	0,19	< 0,25
Apariencia física	Polvo fino de color blanco	Polvo blanco o casi blanco, fino o granuloso.
Solubilidad en agua	No	Insoluble en la mayoría de solventes orgánicos, agua, alcohol, tolueno, acetona, ácidos diluidos y poco soluble en hidróxido de sodio (%5)
Solubilidad en hidróxido de sodio (5%)	Poco soluble	
Solubilidad en ácido sulfúrico (20%)	No	
Solubilidad en ácido clorhídrico (30%)	No	
Solubilidad en ácido nítrico (25%)	No	
Solubilidad en tolueno	No	
Solubilidad en etanol (96%)	No	
Solubilidad en éter	No	
Solubilidad en acetona	No	

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Como se puede apreciar en la tabla 34-3 la celulosa microcristalina sintetizada cumple satisfactoriamente con la mayoría de las propiedades de la celulosa comercial según la Norma Farmacopea. El porcentaje de cenizas es menor comparado al de la celulosa, es decir que durante la hidrólisis ácida se eliminó una parte del material inorgánico, no obstante, el porcentaje de cenizas para celulosa microcristalina debe ser menor al 0,05%, como se lo vio anteriormente para llegar a este valor es recomendable realizar una prehidrólisis al bagazo.

3.3.4.5. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier

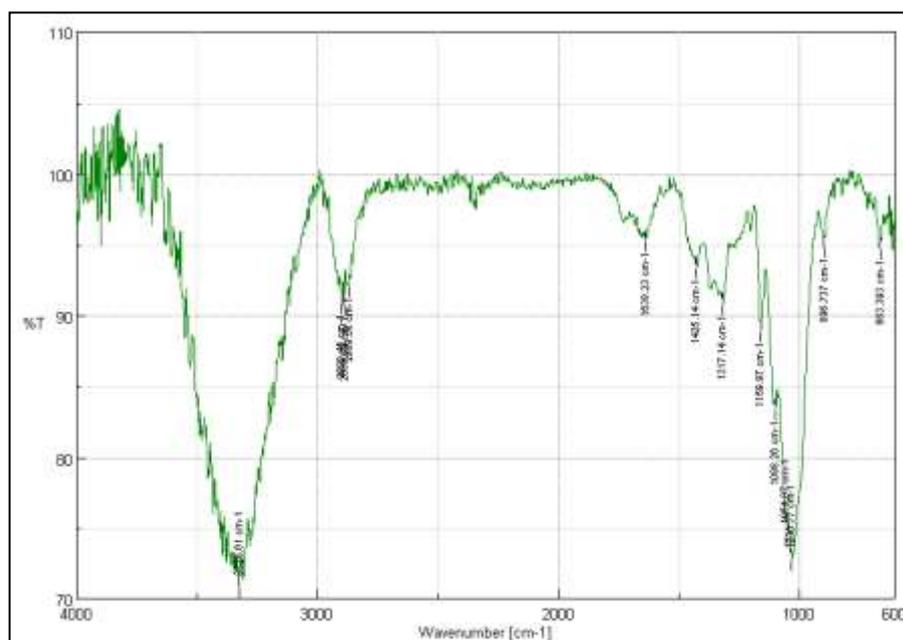


Figura 6-3. Espectro IR de celulosa microcristalina.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Tabla 35-3: Análisis de espectroscopia de infrarrojo (FTIR).

Longitud de onda cm^{-1}	Intensidad	Estiramiento
3349	Fuerte	O-H
2899	Media	C-H
1795	Muy débil	C=O
1638	Débil	H ₂ O
1054	Fuerte	C-O-C
896	Débil	β -glucosídicos

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

En la figura 10-3 se puede observar el espectro IR de la celulosa microcristalina obtenida. Se puede apreciar picos pronunciados en el rango de $3650\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ provocados por la tensión del grupo O-H, de igual manera a una longitud de onda de 2899 cm^{-1} se presenta un pico perteneciente a los grupos C-H constituyentes en la celulosa. A 1795 cm^{-1} se tiene un pico de intensidad muy débil perteneciente al grupo funcional C=O presentes en la hemicelulosa (Romero et al. 2014e, p. 295), por lo cual se puede identificar que se dio una gran remoción de esta macromolécula. A 1638 cm^{-1} se da una flexión del grupo OH perteneciente al agua absorbida lo cual es justificable debido a que existe una fuerte interacción entre la celulosa y el agua (Lozada 2020, p. 78). A 1054 cm^{-1} se presentan picos de intensidad fuerte característicos del grupo C-O-C pertenecientes a las

vibraciones del anillo de β -glucopiranososa que conforman la glucosa. A 896 cm^{-1} se da un estiramiento de los enlaces β -glucosídicos. Finalmente, en el espectro IR se puede apreciar que en el rango de $1475\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ no se aprecian picos significativos ya que en este intervalo es característico encontrar vibraciones de grupos $\text{C}=\text{C}$ de anillos aromáticos pertenecientes a la lignina (McMurry 2008, p. 1224), lo cual significa que se dio una separación favorable de este componente.

3.3.4.6. *Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)*

Para el análisis SEM al tratarse de muestras orgánicas tuvieron que estar libre de humedad y luego pasar por un proceso de metalizado ya que no poseen propiedades conductivas aptas para realizar este análisis, las muestras de cada tratamiento fueron metalizadas con carbono para posterior llevarlas al análisis, la columna del SEM. Se trabajó a una tensión de 10.6 Kv , en el cual en cada muestra se tomó diferentes fotografías a una alta magnificación de $100\text{ }\mu\text{m}$ y baja de $10\text{ }\mu\text{m}$ (micrómetros), para poder observar las características morfológicas de los cristales tomando en cuenta la forma y tomar datos de las respectivas medidas los cuales se reflejan en la tabla 36-6.

- **Tratamiento 1- H_2SO_4 40% y 60 minutos**

En el tratamiento 1 se puede apreciar dos micrografías en la cual se puede observar en la imagen a) una fibra de forma alargada y de apariencia lisa, pero al aumentar la magnificación se puede observar en la imagen b) que posee una estructura cilíndrica, pero de manera irregular y con desperfectos. Las fibras poseen una longitud y diámetro promedio de aproximadamente $166,6\text{ }\mu\text{m}$ y $12,8\text{ }\mu\text{m}$ respectivamente.



Figura 7-3. a) Microfibras de MCC a 100 μm T-1. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-1.

Fuente: (laboratorio materiales UTA, 2021).

- **Tratamiento 2- H₂SO₄ 50% y 60 minutos**

En el tratamiento 2 se puede observar la presencia de fibras más alargadas y más delgadas. Al igual que en el anterior tratamiento presenta una forma larga y lisa en la imagen a) y al aumentar la magnificación en la imagen b) se observa una forma cilíndrica con irregularidades. El diámetro y longitud promedio de estas fibras son aproximadamente de 9.14 μm y 229 μm respectivamente.

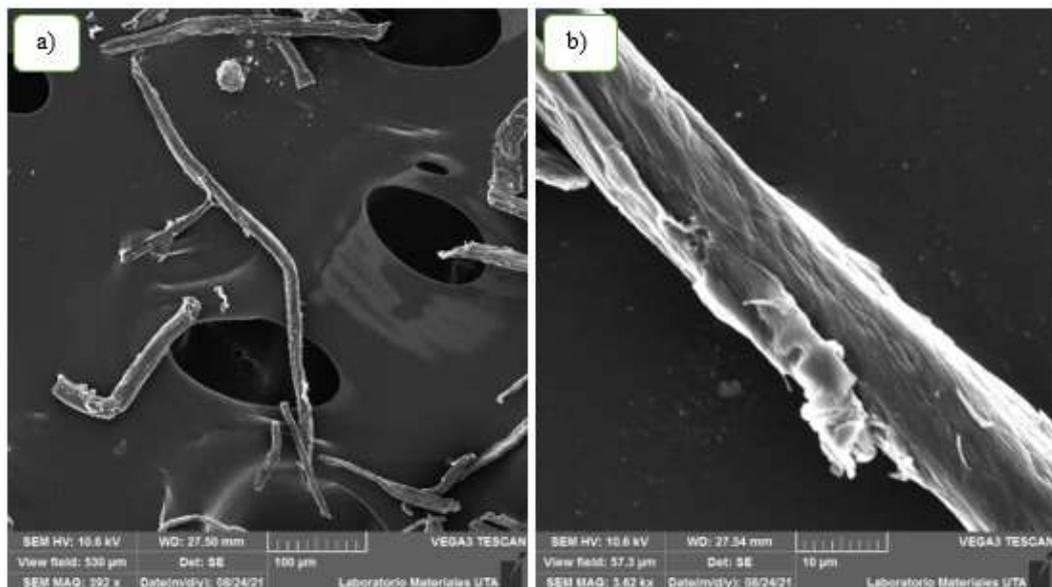


Figura 8-3. a) Microfibras de MCC a 100 μm T-2. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-2.

Fuente: (laboratorio materiales UTA, 2021).

- **Tratamiento 3- H₂SO₄ 40% y 75 minutos**

En el tratamiento 3 las fibras presentaron un mayor grosor que en el tratamiento 2, en la imagen a) se puede observar la presencia de fibras más alargadas, las cuales presentan una estructura irregular con desperfectos como se puede apreciar a mayor magnificación en la imagen b), las dimensiones de estas fibras tanto de diámetro y longitud promedio son aproximadamente de 15.8 μm y 236.3 μm respectivamente.

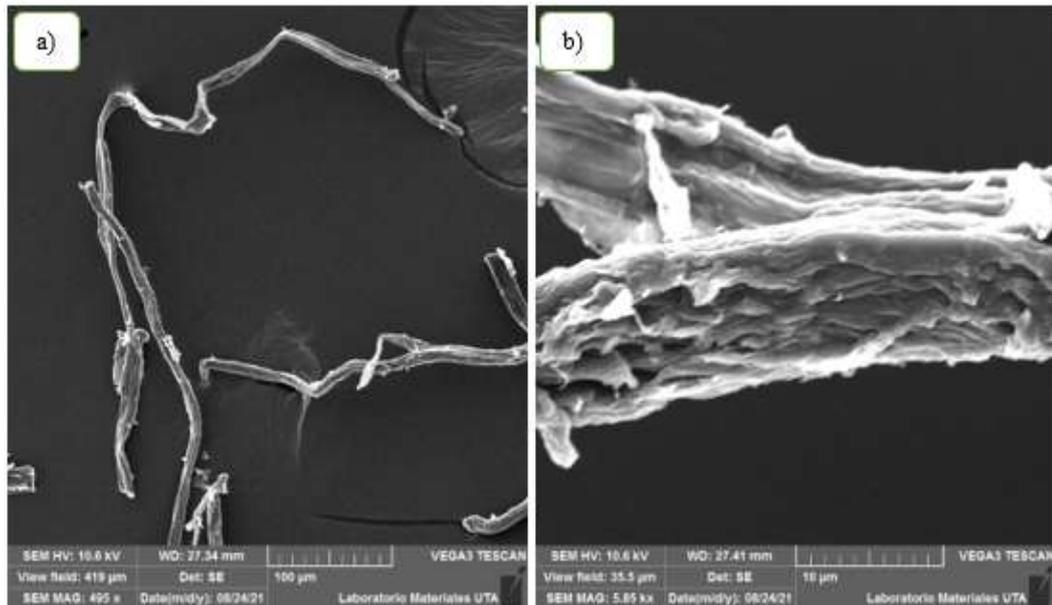


Figura 9-3. a) Microfibras de MCC a 100 μm T-3. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-3.

Fuente: (laboratorio materiales UTA, 2021).

- **Tratamiento 4- H₂SO₄ 50% y 75 minutos**

En el tratamiento 4 se puede apreciar fibras de menor tamaño que en el tratamiento 2 y 3. En la imagen a) se pudo observar un conjunto de fibras que no se terminaron de despolimerizar, sin embargo, existen muchas con las características de tener forma de varilla y forma cilíndrica. A mayor magnificación en la imagen b) se aprecia ciertas grietas en la fibra, sus dimensiones de diámetro y longitud promedio son aproximadamente de 15.5 μm y 214.2 μm respectivamente.

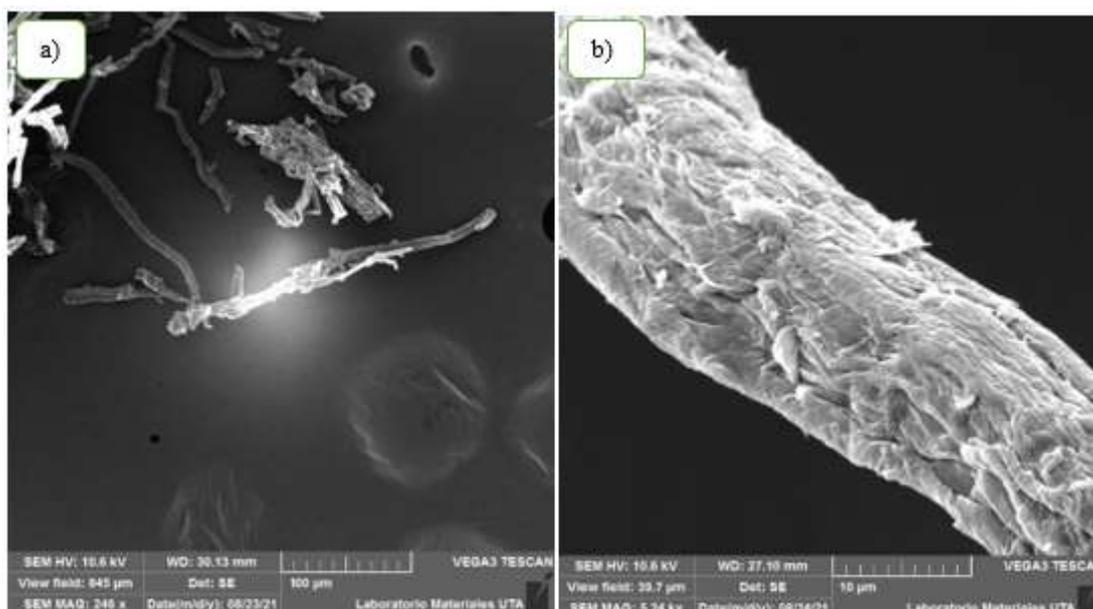


Figura 10-3. a) Microfibras de MCC a 100 μm T-4. b) Microfibras de MCC a 10 μm T-4.

Fuente: (laboratorio materiales UTA, 2021).

Tabla 36-3: Medidas de microfibras de celulosa microcristalina.

Tratamientos	Largo (μm)	Ancho (μm)
1	360,63	12,20
	123,53	14,25
	147,06	13,42
2	340,80	11,05
	162,3	14,59
	150,45	12,47
3	482,77	15,47
	134,78	14,49
	145,62	11,54
4	293,64	10,41
	188,36	13,21
	163,87	7,76

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

Según (Kargazadeh et al. 2017b, p. 100) en el manual de nanocompuestos de nanocelulosa y celulosa, la celulosa microcristalina comprende partículas esféricas o en forma de varillas con tamaños de 10 a 200 μm y medidas de ancho de 10-15 μm . En la experimentación se puede observar en las figuras presentadas anteriormente que las microfibras de MCC presentan una forma de varillas alargadas con cierta deformidad, además se observan ciertas partículas de mayor tamaño que

corresponden a fibras que no fueron despolimerizadas totalmente. Lo que comprende a sus dimensiones se tomaron medidas de partículas al azar de cada muestra las cuales se reflejan en la tabla 36-3, en donde se puede apreciar que las microfibras cumplen con el rango de ancho, tomando en cuenta que en ciertas medidas sobrepasan el valor medido bibliográficamente. Con respecto al largo existen fibras que están dentro del rango y otras que lo sobrepasan, sin embargo, existe la presencia de fibras que cumplen con este parámetro y están dentro de las medidas establecidas. Cabe recalcar que en todos los tratamientos las estructuras son muy similares con la presencia de irregularidades y ciertas porosidades en ciertos tramos a lo largo de su longitud.

3.4. Prueba de hipótesis

3.4.1. Hipótesis general

- Es posible extraer celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar aplicando hidrólisis ácida con un porcentaje de pureza considerable. S

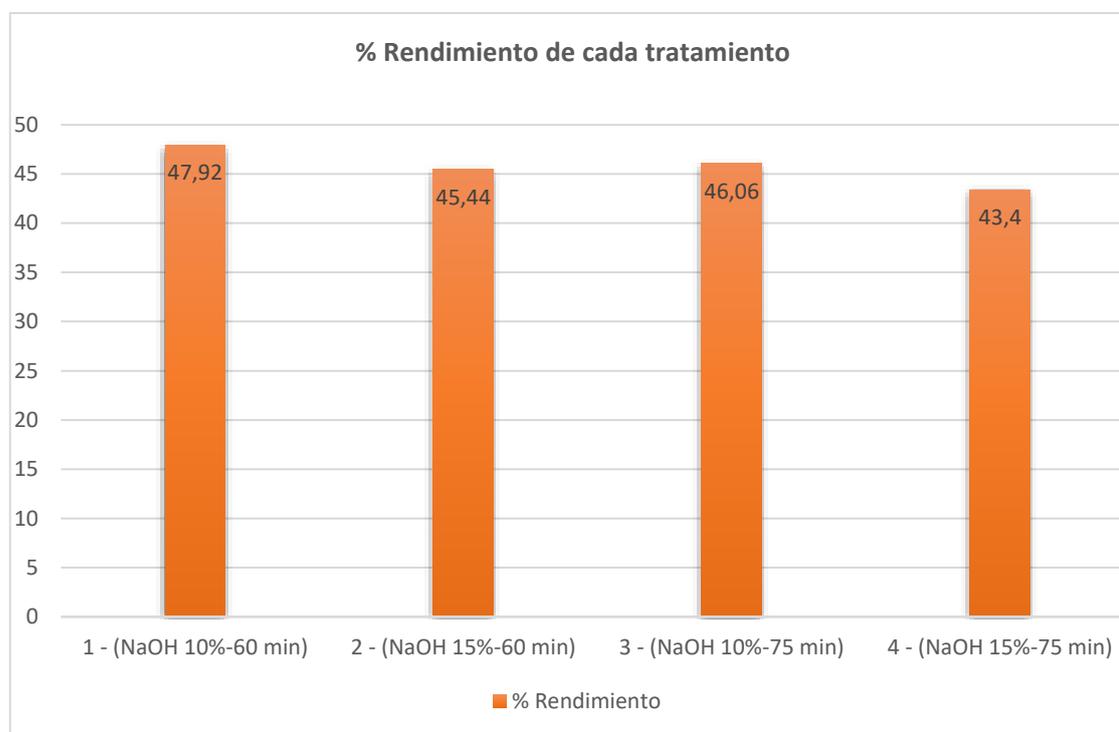
Es posible obtener celulosa microcristalina con un porcentaje de pureza considerable del 70,81% aplicando hidrólisis ácida a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar, como se demostró en la experimentación al variar condiciones en base a fuentes bibliográficas, se obtuvo en todos los ensayos un porcentaje de pureza mayor al 60%, siendo el mejor método utilizar H_2SO_4 al 40% durante un tiempo de 75 minutos. Por lo tanto, la hipótesis es aceptada.

3.4.2. Hipótesis específica 1

- El incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina tiene efecto en el aumento del rendimiento.

Se llevaron a cabo 4 tratamientos para la obtención de celulosa, los mismos que fueron determinados mediante un diseño factorial 2^k . Como se expresa en la gráfica 5-3 el mayor rendimiento obtenido fue a los niveles más bajos de los factores del diseño (NaOH 10% y 60 minutos) y el menor rendimiento se obtuvo en los niveles más altos (NaOH 15% y 75 minutos) por lo que se puede aseverar que al aumentar la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina no se da un incremento del rendimiento por el contrario se da un decrecimiento, por medio del análisis de varianza se conoció que tanto las dos variables por separado tiene un efecto considerable sobre el rendimiento del proceso, por otra parte la interacción de estas dos no tiene un efecto sobre el rendimiento, por lo tanto la hipótesis es

rechazada y se acepta la hipótesis nula que el incremento de la concentración de hidróxido de sodio y tiempo de reacción en la hidrólisis alcalina no tiene efecto en el aumento del rendimiento.



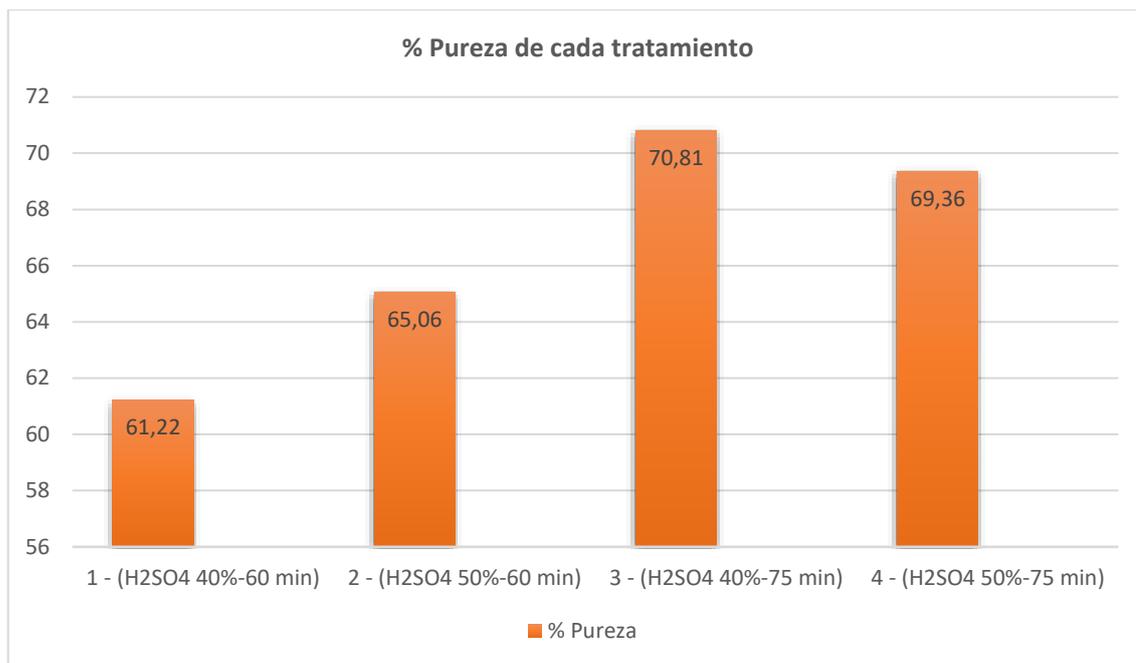
Gráfica 9-3. Porcentaje de rendimiento de cada tratamiento de obtención de celulosa.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.4.3. Hipótesis específica 2

- El incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.

En la síntesis de celulosa microcristalina se llevaron a cabo 4 tratamientos que fueron determinados mediante un diseño factorial 2^k . El máximo valor obtenido en la experimentación de pureza fue en el tratamiento de nivel bajo de H_2SO_4 y nivel alto de tiempo de reacción (H_2SO_4 40% y 75 minutos), y el menor valor de pureza se dio en el tratamiento de los niveles bajos del diseño (H_2SO_4 40% y 60 minutos), como se puede apreciar en la gráfica 6-3 se puede asegurar que al aumentar la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida se da un incremento en la pureza la cual se da hasta llegar a un cierto punto, puesto a que a concentraciones y tiempos de reacción muy elevados la pureza va decreciendo ligeramente. Por medio del análisis de varianza se dio a conocer que la interacción de estas dos variables tiene un efecto significativo sobre la pureza de la MCC, por lo que la hipótesis es aceptada y el incremento de la concentración de ácido sulfúrico y tiempo de reacción en la hidrólisis ácida tiene efecto sobre la pureza promedio de la MCC.



Gráfica 10-3. Porcentajes de pureza de cada tratamiento en la síntesis de MCC.

Realizado por: (Muñoz, Diego 2021).

3.4.4. Hipótesis específica 3

- La celulosa microcristalina presenta características morfológicas satisfactorias luego de los diferentes tratamientos químicos realizados para su extracción.

Luego de los diferentes tratamientos químicos realizados para la extracción de celulosa microcristalina se obtuvieron buenas características morfológicas de las microfibras de MCC, ya que por medio del SEM se pudo observar que existen fibras que tiene la forma alargada de varilla y cilíndricas con tamaños de longitud de 10 a 200 μm y diámetro de 10 a 15 μm , para lo cual están dentro de las dimensiones establecidas según las fuentes bibliográficas. Por lo tanto, la hipótesis es aceptada y la celulosa microcristalina presenta características morfológicas satisfactorias luego de los diferentes tratamientos químicos realizados para su extracción.

CONCLUSIONES

- Con la aplicación de los diferentes tratamientos químicos se logró obtener celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba-Bolívar, la misma que al variar distintos parámetros en el manejo de variables se llegó al resultado de una muestra con excelentes características y propiedades.
- Por medio de la aplicación de hidrólisis alcalina y blanqueamiento a condiciones determinadas sobre el bagazo de caña de azúcar se logró extraer celulosa de una manera óptima, presentando una media en el rendimiento aproximadamente del 45,71%, además de cumplir con la mayoría de las propiedades establecidas según la norma Farmacopea para celulosa en polvo estando así dentro del rango establecido dentro de los parámetros de las propiedades de la norma mencionada.
- Mediante la aplicación de hidrólisis ácida a partir de la celulosa extraída se sintetizó satisfactoriamente celulosa microcristalina, la cual presentó excelentes propiedades cumpliendo con la mayoría de los parámetros propuestos para celulosa microcristalina según la norma Farmacopea, las muestras obtenidas reflejaron valores considerables de rendimiento y pureza siendo la media de estos aproximadamente del 58,93% y 66,61% respectivamente. Además de que se identificó satisfactoriamente los grupos funcionales característicos de la celulosa a sus longitudes de onda correspondientes mediante el análisis FTIR.
- A través del diseño factorial 2^k se propuso una serie de tratamientos con los cuales se evaluó el más óptimo para la obtención de celulosa microcristalina a escala de laboratorio, siendo el método ideal el de NaOH al 15% a un tiempo de reacción de 75 minutos en la hidrólisis alcalina, y en la hidrólisis ácida el de H_2SO_4 al 40% a un tiempo de reacción de 75 minutos. En los cuales se obtuvo un rendimiento de celulosa del 47,92% y una pureza en la celulosa microcristalina del 70,81% siendo estos los mejores de la experimentación.
- Mediante el análisis SEM se caracterizó la morfología de la celulosa microcristalina en el cual se observó que las microfibras analizadas presentaron características satisfactorias, mostrando así que la mayoría poseían una forma de varilla alargada y confirmando la presencia de microfibras con dimensiones dentro del rango de 10 a 15 μm de ancho y 200 μm de largo.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda para el secado de la materia prima cortar las fibras de bagazo de un tamaño uniforme aproximadamente de 56 mm para optimizar los tiempos de secado.
- Para el pulpeo de la celulosa a partir del bagazo se recomienda el uso y la comparación de otras bases fuertes en el proceso de deslignificación como hidróxido de potasio y el uso de peróxido de hidrógeno para el blanqueamiento a diferentes concentraciones.
- Se recomienda realizar una prehidrólisis al bagazo con la ayuda de un ácido mineral a concentraciones bajas para eliminar la mayor cantidad de materia orgánica.
- En la presente investigación para la extracción de celulosa microcristalina se utilizó ácido sulfúrico a concentraciones de 40 y 50%, se recomienda para futuras investigaciones una evaluación de métodos de extracción de MCC utilizando otros ácidos minerales diluidos a diferentes concentraciones y tiempos de reacción con el fin de verificar el mejor método y ácido mineral para la síntesis de este material.
- Es recomendable abrir un campo de investigación en posibles aplicaciones de la celulosa microcristalina derivada del bagazo de caña de azúcar ya que al tratarse de un nanomaterial de celulosa posee excelentes propiedades, y se puede abrir posibilidades del uso como aditivo en el refuerzo de materiales o adsorción de metales.

BIBLIOGRAFÍA

AGUILAR, R., RAMÍREZ, J.A., GARROTE, G. y VÁZQUEZ, M. "Kinetic study of the acid hydrolysis of sugar cane bagasse". *Journal of Food Engineering* 55 [en línea], 2002, vol. 55, pp. 309-318. [Consulta: 25 julio 2021]. DOI 10.1016/S0260-8774(02)00106-1. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0260877402001061>.

ANMAT, FARMACOPEA. [en línea], 2005, [Consulta: 8 febrero 2022]. Disponible en: <https://www.argentina.gob.ar/anmat>.

ASADULLAH, M., RAHMAN, M.A., ALI, M.M., RAHMAN, M.S., MOTIN, M.A., SULTAN, M.B. y ALAM, M.R. "Production of bio-oil from fixed bed pyrolysis of bagasse". *Fuel*, vol. 86, no. 16, 2007, pp. 2514-2520. ISSN 00162361. DOI 10.1016/j.fuel.2007.02.007.

BASTIDAS, V. del C. *Envoltura comestible a base de celulosa microcristalina de bagazo de caña de azúcar* [en línea], 2016, S.l.: Universidad Tecnica del Norte. Disponible en: <http://repositorio.utn.edu.ec/bitstream/123456789/5313/1/03 EIA 408 TESIS DE GRADO.pdf>.

BECK, S., ROMAN, M. y GRAY, D. "Effect of Reaction Conditions on the Properties and Behavior of Wood Cellulose Nanocrystal Suspensions". *Biomacromolecules*, vol. 6, 2005, pp. 1048-1054. DOI 10.1021/bm049300p.

BLASCO LAMENCA, M. *Curso de Microbiología de Suelos* [en línea], 1970, . Turrialba: Instituto Interamericano de Ciencias Agrícolas. [Consulta: 25 mayo 2021]. Disponible en: <https://books.google.com.ec/books?id=ghkPAQAAlAAJ&pg=PA93&dq=hemicelulosa&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwjBh7y6zuXwAhUoTTABHbFVDA0Q6AEwAXoECAsQAg#v=onepage&q=hemicelulosa&f=false>.

BÖRJESSON, M. y WESTMAN, G. "Crystalline Nanocellulose — Preparation, Modification, and Properties". *Cellulose - Fundamental Aspects and Current Trends* [en línea], 2015, S.l.: InTech, pp. 160-191. [Consulta: 25 mayo 2021]. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.5772/61899>.

CARCHI, D. *Aprovechamiento de los Residuos Agrícolas provenientes del cultivo de Banano para obtener Nanocelulosa*. 2014, S.l.: Universidad de Cuenca.

CINCAEN. Utilización de subproductos de la caña de azúcar y de la industria alcoholera ecuatoriana para uso en la fertilización en los cultivos de caña . [en línea], 2014, Disponible en:

<http://cincae.org/utilizacion-de-subproductos-de-la-cana-de-azucar-y-de-la-industria-alcoholera-ecuatoriana-para-uso-en-la-fertilizacion-en-los-cultivos-de-cana/>.

CORTES, W.G. "Materiales lignocelulósicos como fuente de biocombustibles y productos químicos". *TecnoESUFA: revista de tecnología aeronáutica* [en línea], 2011, vol. 16, pp. 41-46. ISSN 1900-4303. [Consulta: 24 mayo 2021] Disponible en: <https://publicacionesfac.com/index.php/TecnoESUFA/article/view/366>.

CUARÓN, M.L. y SHIMADA, A.S. "Manipulación de la fermentación en ensilajes de caña de azúcar y su valor alimenticio para corderos". *Revista Cubana de Ciencia Agrícola* [en línea], 1981, vol. 15, pp. 177-182. [Consulta: 24 mayo 2021]. ISSN 0034-7485. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?pid=S0798-72692010000400005&script=sci_arttext&tlng=en.

DÍAS, R. Caracterización Energética del Bagazo de Caña de Azúcar del Ingenio Valdez. Ecuador. *Curso Internacional: "PRODUCCIÓN Y APROVECHAMIENTO ENERGÉTICO DE BIOMASA"*, 2008, pp. 12-15.

DIEZ, F. y GARRIDO, N. Bagazo de caña de azúcar : ¿ energía o etanol carburante ? Dos casos de estudio. *Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar*, 2008, pp. 1-19.

DOMÈNECH, X. y PERAL, J. *Química ambiental de sistemas terrestres*. Barcelona: Reverté. 2012, ISBN 8429193189.

FAO, R. Italia. Métodos simples para fabricar carbón vegetal. *Estudio FAO: Montes*, vol. 41, 1983, pp. 1-85.

FENGEL, D. y SHAO, X. "A chemical and ultrastructural study of the bamboo species *Phyllostachys makinoi* Hay". *Wood Science and Technology*, vol. 18, no. 2, 1984, pp. 103-112.

FERRER, A. *APROVECHAMIENTO INTEGRAL DEL RESIDUO DE LA INDUSTRIA DEL ACEITE DE PALMA (EFB). OBTENCIÓN DE DERIVADOS DE LAS HEMICELULOSAS, PASTAS CELULÓSICAS Y CELULOSA NANOFIBRILAR INTEGRAL*. 2013, S.l.: Universidad de CÓRDOBA.

GARCÍA, G., LÓPEZ, B. y FERNÁNDEZ, C. "Celulosa Microcristalina". *Revista Cubana de Química*, vol. XVIII, no. 1, 2006, pp. 115-117. ISSN 0258-5995.

GARCÍA, L., BORDALLO-LÓPEZ, E., DOPICO-RAMÍREZ, D. y CORDERO-FERNÁNDEZ, D. "Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar". *ICIDCA : Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, vol. 47, no. 1, 2013, pp. 57-63. ISSN 1025-3076.

GARCIA, W. y VELASQUEZ, L. *EVALUACIÓN DEL USO DE FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS PARA EL REFORZAMIENTO DE ESPUMAS DE POLIURETANO A NIVEL LABORATORIO*. 2018, S.l.: Universidad de America.

GEISSMAN, T. *Principios de química orgánica* [en línea]. Segunda. San Francisco: REVERTÉ S.A. 1973, [Consulta: 24 enero 2022]. Disponible en: [https://books.google.com.ec/books?id=msYg6IgmFU8C&pg=PA566&dq=usos+de+la+celulosa+en+la+industria&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwj2vt6p98r1AhWict8KHWhpBqgQ6AF6BAgJEAI#v=onepage&q=usos de la celulosa en la industria&f=false](https://books.google.com.ec/books?id=msYg6IgmFU8C&pg=PA566&dq=usos+de+la+celulosa+en+la+industria&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwj2vt6p98r1AhWict8KHWhpBqgQ6AF6BAgJEAI#v=onepage&q=usos+de+la+celulosa+en+la+industria&f=false).

GUTIÉRREZ WING, C. *Las NANOPARTICULAS: pequeñas estructuras con gran potencial*. 2006, México :

IPOHORSKI, M. y BOZZANO, P.B. "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales". *Ciencia e Investigación*, vol. 63, no. 3, 2013, pp. 43-53.

JIMÉNEZ-MUÑOZ, E., PRIETO-GARCÍA, F., PRIETO-MÉNDEZ, J., ACEVEDO-SANDOVAL, O.A. y RODRÍGUEZ-LAGUNA, R. "Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de Agave salmiana B. Otto ex Salm". Optimización. *DYNA (Colombia)*, vol. 84, no. 200, 2017, pp. 253-260. ISSN 00127353. DOI 10.15446/dyna.v84n200.58906.

KARGAZADEH, H., AHMAD, I., THOMAS, S. y DUFRESNE, A. *Manual de nanocompuestos de nanocelulosa y celulosa*. 2017, Malasia: s.n. ISBN 9783527338665.

LAGOS-BURBANO, E. y CASTRO-RINCÓN, E. "Sugar cane and by-products of the sugar agro-industry in ruminant feeding: A review". *Agronomy Mesoamerican*, vol. 30, no. 3, 2019, pp. 917-934. ISSN 22153608. DOI 10.15517/am.v30i3.34668.

LEAL, L., JUÁREZ, V. y TERÁN, M. "Composición química de la madera de Eucalyptus grandis Hill ex Maiden procedente de Finca Las Maravillas, Departamento de Orán, Salta".

Quebracho - Revista de Ciencias Forestales, vol. 19, no. 2, 2011, pp. 75-83. ISSN 1851-3026.

LEMA, J. y ARROYO, C. *OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DE LA CASCARILLA DE ARROZ MEDIANTE HIDRÓLISIS ÁCIDA*. 2019, S.l.: Universidad de Guayaquil.

LICONA, Á., LOIS, J. y OSORIO, A. *Obtención de fibra dietética nutricional de valor agregado a partir de bagazo de caña* [en línea]. 2010, S.l.: Instituto Politecnico Nacional. [Consulta: 16 agosto 2021]. Disponible en: <http://www.repositoriodigital.ipn.mx/handle/123456789/16410>.

LOJA, C. *OPTIMIZACIÓN DE LOS RESIDUOS DE CASCARILLA DE ARROZ MEDIANTE PRETRATAMIENTO POR HIDRÓLISIS ÁCIDA PARA LA OBTENCIÓN DE AZÚCARES REDUCTORES*. 2017, S.l.: Universidad de Cuenca.

LÓPEZ, A., BOLIO, G., SOLÓRZANO, M., ACOSTA, G., HERNÁNDEZ, M., SALGADO, S. y CÓRDOVA, S. "Obtención de Celulosa a Partir de Bagazo de Caña de Azúcar (*Saccharum spp.*)". *Agroproductividad*, vol. 9, no. 7, 2016, pp. 43. ISSN 2594-0252.

LOPEZ, J. *LA CAÑA DE AZUCAR (Saccharum officinarum) PARA LA PRODUCCIÓN DE PANELA. CASO: NORDESTE DEL DEPARTAMENTO DE ANTIOQUIA*. 2015, S.l.: Universidad Nacional Abierta y a Distancia.

LOPRETTI, M. y GANDINI, A. "Nuevos materiales poliméricos derivados de Fuentes renovables". *Revista del laboratorio tecnológico del Uruguay*, vol. 7, 2013, pp. 59-63. DOI 10.26461/07.10.

LOZADA, A. *Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de la cáscara de café para la elaboración de un biosorbente utilizado en la remoción de cadmio como metal pesado*. 2020, S.l.: ESPE.

MARTÍNEZ RENDO, C., 2015. "Hidrólisis ácida de la celulosa: magnitud del problema, solución y extensión de la vida útil del papel". *IV Congreso Iberoamericano y XII Jornada de Técnicas de Reparación y Conservación del Patrimonio* [en línea], 2015, no. Figura 1, pp. 411-420. [Consulta: 18 junio 2021] Disponible en: <https://digital.cic.gba.gob.ar/handle/11746/1367>.

MCMURRY, J. *Química Orgánica*. 7th. Mexico: s.n. 2008, ISBN 9786074813494.

MEDINA NAVARRO, S. y VÉLEZ KAISER, L. "Blanqueo, proceso no recomendable en la restauración de papel". *Revista digital de gestión cultural*, no. 8, 2012, pp. 1-18.

MELO, V. y CUAMATZI, O. *Bioquímica de los procesos metabólicos*. S.l.: Reverte. 2020, ISBN 8429195513.

MICROLAB. Microlab Industrial - Método de la Termobalanza. [en línea]. 2011, [Consulta: 26 julio 2021]. Disponible en: <https://www.microlabindustrial.com/blog/metodo-de-la-termobalanza>.

NOGUÉS, F.S. *Energía de la Biomasa* [en línea]. Primera. Zaragoza: Universidad de Zaragoza. 2010, [Consulta: 24 enero 2022]. Disponible en: https://books.google.com.ec/books?id=P58rcPu5O90C&pg=PA127&dq=hemicelulosa&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwiKva_jt8v1AhXyUd8KHfmkC-IQ6AF6BAgCEAI#v=onepage&q=hemicelulosa&f=false.

OSORIO, G. *Buenas prácticas agrícolas -BPA- y buenas prácticas de manufactura -BPM- en la producción de caña y panela*. 2007, S.l.: s.n. ISBN 9789253059102.

PALALI, S. *Cellulose Nanocrystals: Potential Replacement for Food Packaging*. 2019, S.l.: s.n.

PERNALETE, Z., PIÑA, F., SUÁREZ, M., FERRER, A. y AIELLO, C. "Fraccionamiento del bagazo de caña de azúcar mediante tratamiento amoniacal: efecto de la humedad del bagazo y la carga de amoníaco". *Scielo* [en línea], 2008, vol. 20, no. 1, pp. 3-10. [Consulta: 19 mayo 2021]. Disponible en: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1316-33612008000100001.

PINEDA, A. y NAVARRETE, J. *OBTENCIÓN DE CELULOSA MICRO CRISTALINA A PARTIR DE LA FIBRA DE ESTOPA DE COCO*. 2018, S.l.: Universidad de Guayaquil.

PRINSEN, P. «Bone Wax» implantation into dental sockets. *Clinical and histological evaluation in patients*. 2010, S.l.: Universidad de Sevilla.

PULIDO BARRAGAN, E., MORALES CEPEDA, B., ZAMUDIO AGUILAR, M. y LUGO DEL ANGEL, F. "Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de tule (*Typha domingensis*)". *Revista de Energía, Química y Física*, vol. 3, 2016, pp. 31-38.

ROMERO, P., MARFISI, S., OLIVEROS, P., ROJAS, B. y PEÑA, G. "OBTENCIÓN DE CELULOSA MICROCRISTALINA A PARTIR DE DESECHOS AGRÍCOLAS DEL CAMBUR (*Musa sapientum*). SÍNTESIS DE CELULOSA MICROCRISTALINA". *Revista Iberoamericana de Polímeros*, vol. 15, no. 6, 2014, pp. 286-300. ISSN 1025-3076.

SÁNCHEZ, C. "Lignocellulosic residues: Biodegradation and bioconversion by fungi". *Biotechnology advances*, vol. 27, 2008, pp. 185-194. DOI 10.1016/j.biotechadv.2008.11.001.

SÁNCHEZ, M., VAYAS, T., MAYORGA, F. y FREIRE CAROLINA. SECTOR AZUCARERO DEL ECUADOR PANORAMA GENERAL. 2020, Ambato:

SENESCYT. Ecuador produce el primer gel de nanocelulosa a partir de la tagua . [en línea]. 2014, [Consulta: 19 mayo 2021]. Disponible en: <https://www.educacionsuperior.gob.ec/ecuador-produce-el-primer-gel-de-nanocelulosa-a-partir-de-la-tagua/>.

SHARAPIN, N. *Fundamentos de tecnología de productos fitoterapéuticos*. 2000, S.l.: CAB. ISBN 9586980014.

SINAGAP. Sistema de Información Nacional de Agricultura, Ganadería, Acuicultura y Pesca. Obtenido de Sistema de Información Nacional de Agricultura, Ganadería, Acuicultura y Pesca. [en línea]. 2010, [Consulta: 16 agosto 2021] Disponible en: <https://www.agricultura.gob.ec/sipa/>.

STREITWIESEER, D.A. "Estudio comparativo de la compostabilidad de fundas plásticas de PEBD, oxo- biodegradables y de papel distribuidas en el Distrito Metropolitano de Quito". *AVANCES En Ciencias e Ingenierías*, vol. 7, no. April, 2015, pp. 20-30. DOI 10.18272/aci.v7i1.233.

TAIZ, L. y ZEIGER, E. *Fisiología vegetal - Lincoln Taiz, Eduardo Zeiger - Google Libros* [en línea]. 2006, S.l.: Universitat Jaume I. [Consulta: 25 mayo 2021]. Disponible en: <https://books.google.com.ec/books?id=7QIbYg-OC5AC&pg=PA549&dq=lignina&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwjIqrq4xuXwAhVqRDABHZjeBQwQ6AEwAXoECACQAg#v=onepage&q=lignina&f=false>.

TOSCANO PALOMAR, L., AYALA BAUTISTA, A.G., MONTERO ALPIREZ, G., CERVANTES DÍAZ, L., TORRES RAMOS, R., ROMERO USCANGA, E., AMADO

MORENO, M.G. y GARCÍA VELÁZQUEZ, Á. "Determinación simplificada del contenido de Lignina en paja de trigo por método volumetrico y su caracterización química". *Ciencia y Tecnología*, vol. 1, no. 15, 2015, pp. 113-124. ISSN 1850-0870. DOI 10.18682/cyt.v1i15.286.

UNIVERSIDAD TECNICA DE AMBATO. *Informe Técnico.* 2021, Ambato: Universidad Tecnica de Ambato.

VILLALBA, J. y ARZOLA, N. "Estudio experimental sobre el secado de bagazo de caña de azúcar panelera". *Scientia Et Technica* [en línea], 2019, vol. 24, no. 1, pp. 25-34. [Consulta: 8 febrero 2022]. Disponible en: <https://www.redalyc.org/journal/849/84959429003/html/>.

WILLAARTS, B. y GARRIDO, A. *Retos medioambientales de la industria alimentaria.* Madrid: s.n. 2016, ISBN 9788478670802.

YARA. Mercados para el azúcar. [en línea]. 2019, [Consulta: 19 mayo 2021]. Disponible en: <https://www.yara.com.ec/nutricion-vegetal/cana-de-azucar/mercados-para-el-azucar/>.

YARA. Principios agronómicos en caña de azúcar . [en línea]. 2019, [Consulta: 24 mayo 2021]. Disponible en: <https://www.yara.com.ec/nutricion-vegetal/cana-de-azucar/pricipios-agronomicos-en-cana-de-azucar/>.

YSAMBERTT, F., GONZALES, T., DELGADO, N., BRAVO, B., CHAVEZ, G., CÁCERES, A., MÁRQUEZ, N. y BULLÓN, J. "Propiedades Tensoactivas De La Lignina Extraída Del “Licor Negro” Modificada Por Reacciones Asistidas Por Microondas". *Revista Cubana de Química*, vol. XXI, no. 3, 2009, pp. 65-75. ISSN 0258-5995. DOI 443543718008.

ANEXOS

ANEXO A. PRETRATAMIENTO DE MATERIA PRIMA.



a.



b.



c.

- a. Recolección de materia prima.
- b. Secado de materia prima luego del lavado.
- c. Molienda y almacenado.

ANEXO B. CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA-1.



a.



b.



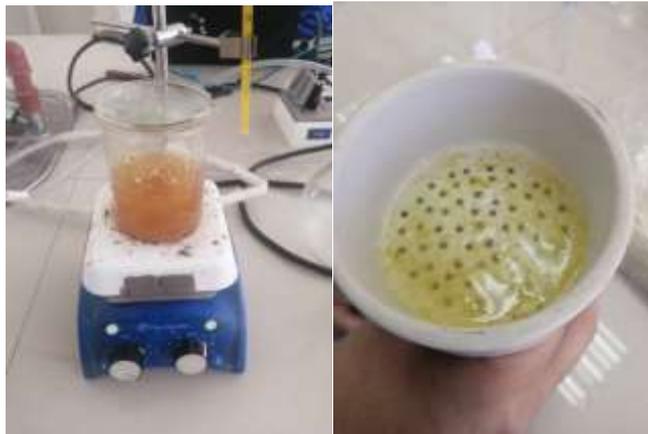
c.

- a. Determinación de cenizas.
- b. Determinación de humedad.
- c. Determinación de celulosa.

ANEXO C. CARACTERIZACIÓN DE MATERIA PRIMA-2.



c.



d.

d. Determinación de lignina Klason.

e. Determinación de hemicelulosa.

ANEXO D. OBTENCIÓN DE CELULOSA.



a.



b.



c.

- a.** Hidrólisis alcalina del bagazo de caña.
- b.** Proceso de blanqueamiento de la pulpa 15,30,45 y 60 minutos.
- c.** Pulpa de celulosa.

ANEXO E. PROPIEDADES DE CELULOSA.



a.



b.



c.

- a. Determinación de solubilidad en diferentes solventes orgánicos.
- b. Determinación de pH.
- c. Determinación de pérdida por secado.

ANEXO F. SÍNTESIS DE CELULOSA MICROCRISTALINA.



a.



b.



c.

- a. Hidrólisis ácida de celulosa.
- b. Filtrado y secado de celulosa microcristalina.
- c. Celulosa microcristalina.

ANEXO G. PROPIEDADES DE CELULOSA MICROCRISTALINA.



a.



b.



c.

- a.** Determinación de pérdida de peso por secado.
- b.** Determinación de pH.
- c.** Análisis SEM de celulosa microcristalina.

ANEXO H. ANÁLISIS SEM DE CELULOSA MICROCRISTALINA.



CENTRO DE TRANSFORMACIÓN Y VALORIZACIÓN DE LOS RECURSOS DE LA ZONA DE LA SIERRA



**UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL Y MECÁNICA
INGENIERÍA MECÁNICA**

ANÁLISIS MICROSCÓPICO (SEM)

Agosto - 2021

AMBATO-ECUADOR



INFORME TÉCNICO CTT-2021-170

Objetivo

Observar y caracterizar la superficie ampliada de sólidos inorgánicos y orgánicos.

Alcance

Análisis de la morfología de materiales sólidos de todo tipo (metales, cerámicos, polímeros, biológicos, etc.), con excepción de muestras líquidas.

Antecedentes:

Con fecha 25 de agosto de 2021, el Señor Diego Joel Muñoz Rodríguez domiciliado en la ciudad de Ambato, solicita al Centro de Transferencia y Tecnología de la Facultad de Ingeniería Civil y Mecánica de la Universidad Técnica de Ambato, realizar ensayos de laboratorio para visualizar mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM) la estructura de celulosa microcristalina del bagazo de la caña de azúcar.

Se reciben 4 muestras o probetas bajo las siguientes designaciones:

- M1: 60 min H₂SO₄ 40%
- M2: 60 min H₂SO₄ 50%
- M3: 75 min H₂SO₄ 40%
- M4: 75 min H₂SO₄ 50%

Todas las muestras se presentan en forma de polvo blanco que, aparentemente, no demuestran diferencias morfológicas significativas entre ellas.

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL Y MECÁNICA			
FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS			
DATOS INFORMATIVOS:			
Fecha:	25/08/2021	Ciudad:	Ambato
Lugar:	Laboratorios de Materiales		Campus Huachi
Equipo:	Microscopio de Barrido SEM		
Realizado por:	Christian Sánchez	Revisado por:	Ing. Sebastián Villegas
Tipo de material:	Celulosa microcristalina de bagazo de la caña de azúcar		Orden: 2021-170
PARÁMETROS DE ENSAYO			
Equipo	Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)		
Marca	TESCAN	Modelo	VEGA 3
Voltaje	10.6 kV	No de Probetas	4

MUESTRAS RECIBIDAS



METALIZACIÓN DE LAS MUESTRAS



PROBETAS ANALIZADAS



Resultados

Las probetas analizadas muestran las diferencias que hay entre las cuatro muestras de celulosa a diferente magnificación. La muestra M1: 60 min H₂SO₄ 40% contiene fibras largas y cilíndricas con un diámetro y una longitud promedio de aproximadamente 12.8 μ m y 166.6 μ m respectivamente (Figura 1). La muestra M2: 60 min H₂SO₄ 50% contiene fibras más largas y delgadas en comparación con la muestra 1 con un diámetro y una longitud promedio de aproximadamente 9.14 μ m y 229 μ m respectivamente (Figura 2). La muestra M3: 75 min H₂SO₄ 40% contiene fibras más gruesas que las anteriores con un diámetro y una longitud promedio de aproximadamente 15.8 μ m y 236.3 μ m respectivamente (Figura 3). Por último, la muestra M4: 75 min H₂SO₄ 50% tiene fibras con un diámetro y una longitud promedio de aproximadamente 15.5 μ m y 214.2 μ m respectivamente (Figura 4).

En las micrografías SEM con baja magnificación se ve que la superficie de las muestras parece bastante lisa, sin embargo, cuando se observan con una mayor magnificación, (derecha de cada figura) se puede observar que todas las fibras, a más de tener estructuras muy similares, tienen una superficie irregular con la presencia de ciertas porosidades en ciertos tramos a lo largo de su longitud.

Muestra 1

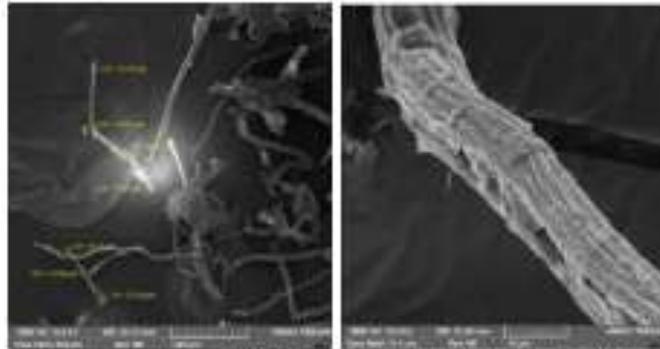


Figura 1. - Micrografía SEM, muestra 1 a 246X (izq) y 4030X (der).

Muestra 2

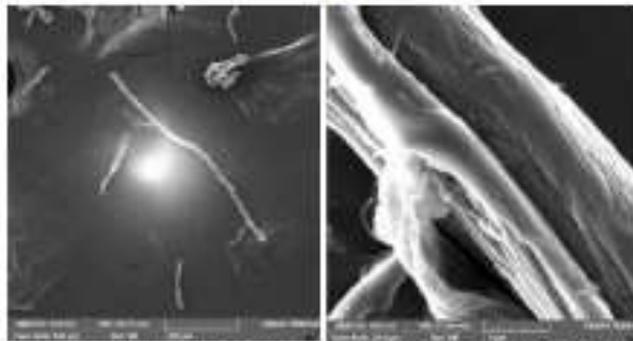


Figura 2. - Micrografía SEM, muestra 2 a 246X (izq) y 8510X (der).

Probeta 3

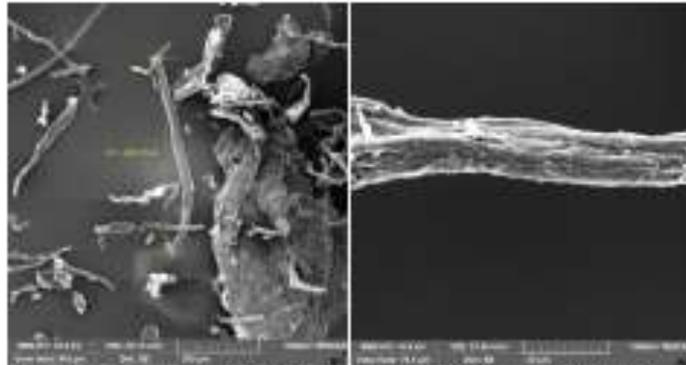


Figura 3. - Micrografía SEM, muestra 3 a 246X (izq) y 2610X (der).

Probeta 4

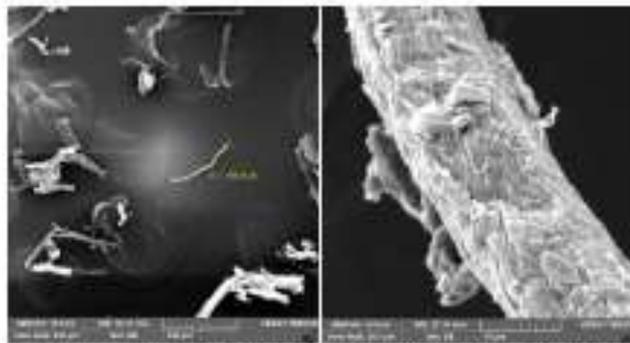


Figura 4. - Interfaz de la probeta 4 a 246X (izq) y 5220X (der).



CHRISTIAN
VICENTE SÁNCHEZ
LÓPEZ

REALIZADO POR:
Egdo. Christian Sánchez L.
LABORATORIO DE MATERIALES



SEBASTIÁN
VILLEGAS SUAREZ

SUPERVISADO POR:
Ing. Sebastián Villegas S.
TÉCNICO DE LABORATORIO



epoch

Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje

*UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL*

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 06 / 04 / 2022

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: <i>Diego Joel Muñoz Rodríguez</i>
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: <i>Ciencias</i>
Carrera: <i>Ingeniería Química</i>
Título a optar: <i>Ingeniero Químico</i>
f. Analista de Biblioteca responsable: <i>Ing. Leonardo Medina Nuste MSc.</i>

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Documento digitalizado por LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE
Servicio de Procesamiento (DBRA) – UTP
– BANCO CENTRAL DEL ECUADOR
– INSTITUTO DE CALIFICACIÓN DE
SERVICIOS (CIC) – UTP
Calle Fátima 000027 001 – QUITO
FAX: 0011 2246 4127
Fecha: 2022-04-06 11:23:46 -0500



0489-DBRA-UTP-2022