



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**SÍNTESIS DE FIBRAS DE CARBONO A PARTIR DE BAGAZO DE
CAÑA DE AZÚCAR (*Saccharum officinarum*)**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

QUÍMICO/A

AUTORES: JOSÉ LUIS SAILEMA MASAPUNCHO

MAYRA ESTEFANÍA VENEGAS RUIZ

DIRECTORA: Ing. GABRIELA VIVIANA TUBÓN USCA, PhD.

Riobamba – Ecuador

2024

© 2024, José Luis Sailema Masapuncho & Mayra Estefanía Venegas Ruiz

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

Nosotros, José Luis Sailema Masapuncho y Mayra Estefanía Venegas Ruiz, declaramos que el presente Trabajo de Integración Curricular es de nuestra autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores asumimos 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, 29 de mayo de 2024




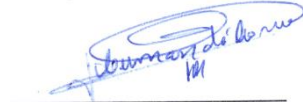
José Luis Sailema Masapuncho
C.I. 180436629-0



Mayra Estefanía Venegas Ruiz
C.I. 100480770-5

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **SÍNTESIS DE FIBRAS DE CARBONO A PARTIR DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR (*Saccharum officinarum*)**, realizado por los señores: **JOSÉ LUIS SAILEMA MASAPUNCHO** y **MAYRA ESTEFANÍA VENEGAS RUIZ**, 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. Carlos Alcibar Medina Serrano PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2024-05-29
Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca, PhD. DIRECTORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-05-29
Dra. Lourdes Cumandá Carrera Beltrán, Mgs. ASESORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2024-05-29

DEDICATORIA

A mis padres, por todo el esfuerzo y apoyo que me han dado durante mis años de estudio. A mi pareja a quién le debo mucho y estoy infinitamente agradecida por todas las cosas que ha hecho por mí. A mi hermana que ha sido la persona más importante en todo este trayecto, que, si no fuera por su voz de experiencia y sus consejos, este trabajo no se habría hecho realidad. Y a todas las personas que han logrado aportar un granito de arena para hacer este sueño realidad.

Mayra

Dedico esta tesis a mis padres, pues sin ellos esto no sería posible. Sus enseñanzas me convirtieron en la persona que soy y por ustedes me encuentro terminado mi carrera universitaria. Su apoyo incondicional, el esfuerzo y sacrificio fueron el motor para esforzarme cada día. A mis hermanos y familiares que me enseñaron que los sueños se cumplen con esfuerzo y dedicación. Este trabajo es dedicado a toda mi familia y a mi pareja que me apoyo incondicionalmente en este largo camino, ellos son los protagonistas de este sueño alcanzado.

José

AGRADECIMIENTO

A Dios por bendecir nuestra etapa universitaria, a nuestros padres por el apoyo incondicional, familiares y amigos que nos brindaron su ayuda. A nuestra directora de tesis, la Ing. Gabriela Tubón por mostrar un genuino interés en el desarrollo de nuestra tesis, por compartir sus conocimientos y asesorarnos de la mejor manera. De igual forma a la profesora Estefanía Almache por su colaboración, por su tiempo y la dedicación que supo expresarnos. Agradecemos a la ESPOCH, a la facultad de Ciencias y a todo el personal docente y técnico que conforma la carrera de Química, que nos formaron académica y profesionalmente. Y a todas las personas que formaron parte de mi etapa universitaria, les extiendo mi más sincera gratitud y les deseo éxitos en su vida.

José & Mayra

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	xi
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xii
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xiii
RESUMEN.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	3
1.1. Identificación del problema.....	3
1.2. Enunciado del problema.....	4
1.3. Justificación.....	4
1.4. Objetivos.....	5
1.4.1. <i>General</i>	5
1.4.2. <i>Específicos</i>	5

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	6
2.1. Antecedentes de la investigación.....	6
2.2. Bases teóricas.....	7
2.2.1. <i>Caña de azúcar</i>	7
2.2.2. <i>Biomasa lignocelulósica</i>	9
2.2.2.1. <i>Celulosa</i>	9
2.2.2.2. <i>Hemicelulosa</i>	10
2.2.2.3. <i>Lignina</i>	11
2.2.3. <i>Fibras de carbono</i>	12
2.2.4. <i>Precursores de las FC</i>	13
2.2.4.1. <i>Poliacrilonitrilo</i>	13
2.2.4.2. <i>Brea</i>	14
2.2.4.3. <i>Biomasa lignocelulósica</i>	14
2.2.5. <i>Electrospinning</i>	15

2.2.5.1.	<i>Fundamento del electrospinning</i>	16
2.2.5.2.	<i>Parámetros del electrohilado</i>	17
2.2.5.3.	<i>Funcionamiento del electrohilado</i>	18
2.2.6.	<i>Alcohol de polivinilo</i>	18
2.2.7.	<i>Tratamiento térmico</i>	19
2.2.7.1.	<i>Estabilización</i>	19
2.2.7.2.	<i>Carbonización</i>	20
2.3.	Bases conceptuales	20
2.3.1.	<i>Residuos lignocelulósicos</i>	20
2.3.2.	<i>Bagazo de caña de azúcar (BCA)</i>	21
2.3.3.	<i>Proceso del pulpeo</i>	23
2.3.4.	<i>Residuos del proceso de pulpeo</i>	23
2.3.5.	<i>Deslignificación de la celulosa a partir del BCA</i>	24
2.3.6.	<i>Obtención de lignina a partir de licor negro</i>	24
2.3.7.	<i>Proceso de electrospinning</i>	25
2.3.8.	<i>Etapa de estabilización y carbonización</i>	26

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	27
3.1.	Tipo de investigación	27
3.1.1.	<i>Según el método de investigación</i>	27
3.1.2.	<i>Según el objetivo</i>	27
3.2.	Diseño de investigación	27
3.2.1.	<i>Identificación de variables</i>	28
3.3.	Planteamiento de hipótesis	28
3.3.1.	<i>Hipótesis general</i>	28
3.3.2.	<i>Hipótesis específicas</i>	28
3.4.	Matriz de consistencia	29
3.5.	Operacionalización de variables	31
3.6.	Localización del estudio	33
3.7.	Población de estudio	33
3.8.	Tamaño de la muestra	33
3.9.	Técnica de recolección de datos	33
3.9.1.	<i>Métodos de extracción, síntesis y tratamientos térmicos</i>	34
3.9.1.1.	<i>Bagazo de caña de azúcar (BCA)</i>	34

3.9.1.2.	<i>Extracción de celulosa</i>	34
3.9.1.3.	<i>Nanocelulosa</i>	35
3.9.1.4.	<i>Lignina</i>	36
3.9.1.5.	<i>Síntesis de fibras de carbono</i>	37
3.9.2.	<i>Métodos de caracterización</i>	41
3.9.2.1.	<i>Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)</i>	41
3.9.2.2.	<i>SEM y EDS</i>	42
3.9.2.3.	<i>Conductividad eléctrica</i>	42
3.10.	Análisis estadístico	43

CAPÍTULO IV

4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
4.1.	Extracción de celulosa	44
4.2.	Extracción de lignina	45
4.3.	Análisis estadístico	47
4.3.1.	<i>Rendimiento de la extracción de celulosa</i>	48
4.3.2.	<i>Análisis estadístico de la extracción de lignina</i>	50
4.4.	Caracterización de las muestras	51
4.4.1.	<i>Caracterización por espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR)</i>	51
4.4.1.1.	<i>Bagazo de caña</i>	51
4.4.1.2.	<i>Celulosa</i>	53
4.4.1.3.	<i>Nanocelulosa</i>	55
4.4.1.4.	<i>Lignina</i>	56
4.4.1.5.	<i>Fibras de lignina/PVA</i>	57
4.4.1.6.	<i>Fibras de nanocelulosa/PVA</i>	59
4.4.2.	<i>Caracterización morfológica por microscopia electrónica de barrido (SEM)</i>	60
4.4.2.1.	<i>Propiedades morfológicas del BCA y sus polímeros extraídos</i>	60
4.4.2.2.	<i>Fibras de lignina/PVA</i>	62
4.4.3.	<i>Caracterización elemental por espectroscopía de dispersión de energía (EDS)</i>	65
4.5.	Determinación de propiedades físicas	66
4.5.1.	<i>Resistencia mecánica</i>	66
4.5.2.	<i>Conductividad</i>	67

CAPÍTULO V

5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	70
5.1.	Conclusiones.....	70
5.2.	Recomendaciones.....	72

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1:	Botánica de la caña de azúcar	8
Tabla 2-2:	Clasificación de las fibras de carbono en función del módulo y la temperatura final	13
Tabla 2-3:	Valores de la composición básica del bagazo de caña recopilada de varios autores	21
Tabla 2-4:	Composición física del bagazo de caña	22
Tabla 3-1:	Diseño experimental de la investigación	28
Tabla 3-2:	Identificación de variables para la celulosa y lignina	28
Tabla 3-3:	Matriz de consistencia.....	29
Tabla 3-4:	Operacionalización de las variables.....	31
Tabla 3-5:	Ecuaciones	43
Tabla 3-6:	Datos generales para realizar la tabla ANOVA	43
Tabla 4-1:	Variables utilizadas para la extracción de celulosa.....	44
Tabla 4-2:	Resultados del rendimiento de celulosa extraída. Primera repetición (R1)	44
Tabla 4-3:	Resultados del rendimiento de celulosa extraída. Segunda repetición (R2)	45
Tabla 4-4:	Variables usadas para la precipitación de lignina	45
Tabla 4-5:	Resultados experimentales de la precipitación de lignina. Primera repetición (R1)	46
Tabla 4-6:	Resultados experimentales de la precipitación de lignina. Segunda repetición (R2)	46
Tabla 4-7:	Porcentaje de rendimiento de celulosa de R ₁ y R ₂	48
Tabla 4-8:	Análisis de varianza del rendimiento de extracción de celulosa del bagazo de caña	48
Tabla 4-9:	Porcentaje de rendimiento de lignina de R ₁ y R ₂	50
Tabla 4-10:	Análisis de varianza del rendimiento de extracción de lignina a partir del licor negro	50
Tabla 4-11:	Análisis elemental de las muestras obtenidas	65
Tabla 4-12:	Led	67
Tabla: 4-13:	Datos	67
Tabla: 4-14:	Resistividad y Conductividad	68

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 2-1:	Estructura de la pared celular de la biomasa lignocelulósica.....	9
Ilustración 2-2:	Estructura de la celulosa.....	9
Ilustración 2-3:	Celobiosa, unidad representativa de la celulosa.....	10
Ilustración 2-4:	Estructura de la hemicelulosa.....	11
Ilustración 2-5:	Unidad Fenilpropánica.....	11
Ilustración 2-6:	Unidades monoméricas (izquierda) y modelo de estructura de la lignina (derecha).....	12
Ilustración 2-7:	Componentes básicos del electrospinning.....	16
Ilustración 2-8:	Representación esquemática de la influencia de los parámetros del proceso en la electrohilatura; (a) nanofibras uniformes, (b) nanofibras no uniformes, (c) nanofibras con perlas.....	17
Ilustración 2-9:	Estructura del (a) alcohol vinílico y (b) alcohol polivinílico (PVA).....	19
Ilustración 2-10:	Estructura de la biomasa lignocelulósica.....	21
Ilustración 2-11:	Bagazo de caña de azúcar: industrial (izquierda) y artesanal (derecha).....	23
Ilustración 3-1:	Diagrama de flujo para la extracción de celulosa a partir de BCA.....	35
Ilustración 3-2:	Diagrama de flujo para la obtención de nanocelulosa por ultrasonicación.....	36
Ilustración 3-3:	Diagrama de flujo para la precipitación de lignina a partir de licor negro.....	37
Ilustración 3-4:	Equipo de electrospinning de la Universidad Yachay Tech.....	39
Ilustración 3-5:	Horno mufla.....	40
Ilustración 3-6:	Horno tubular de la Universidad Yachay Tech.....	40
Ilustración 3-7:	Diagrama de flujo para la síntesis de fibras de carbono.....	41
Ilustración 4-1:	Espectro IR del bagazo de caña molido.....	53
Ilustración 4-2:	Espectros IR de las 6 muestras obtenidas de celulosa.....	54
Ilustración 4-3:	Espectro IR de la nanocelulosa.....	55
Ilustración 4-4:	Espectros IR de las 6 muestras obtenidas de lignina.....	57
Ilustración 4-5:	Espectros FTIR de las fibras de lignina/PVA: fibra electrohilada, fibra estabilizada y fibra de carbono.....	59
Ilustración 4-6:	Micrografía SEM de: (a) polvo de BCA sin tratar, (b) nanofibra de celulosa, (c,d) lignina extraída.....	61
Ilustración 4-7:	Micrografías SEM de cada etapa para la síntesis de fibra de carbono; (a) fibra electrohilada, (b) fibra termoestabilizada, (c, d) fibra carbonizada.....	62

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: EXTRACCIÓN DE CELULOSA DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR

ANEXO B: PRECIPITACIÓN DE LA LIGNINA A PARTIR DEL LICOR NEGRO

ANEXO C: OBTENCIÓN DE LAS FIBRAS ELECTROHILADAS

ANEXO D: SÍNTESIS DE LAS FIBRAS DE CARBONO

ANEXO E: SEÑALES ESPECTRALES FTIR DE LOS MATERIALES OBTENIDOS

ANEXO F: CARACTERIZACIÓN EDS DEL BCA Y MATERIALES OBTENIDOS A PARTIR DEL MISMO

RESUMEN

Los materiales o biomásas lignocelulósicas, como los residuos agrícolas, han sido identificados como posibles fuentes sostenibles que pueden reemplazar polímeros a base de petróleo, un ejemplo de estos es el bagazo de caña de azúcar, ya que, al ser producido en gran volumen y su biodegradación viene siendo un proceso lento, no tiene un uso destinado para su reutilización lo que causa problemas ambientales, sociales y económicos. Este estudio se centró en la utilización de este desecho para la extracción de celulosa y lignina para su posterior síntesis en fibras de carbono (FC) y finalmente la determinación de sus propiedades físicas, como la conductividad y resistencia mecánica. La extracción más alta de rendimiento de celulosa fue a 40 °C usando NaOH al 1% mientras que para la lignina se logró usando H₂SO₄ al 65% y ebullición durante 2 horas (h). Las fibras se obtuvieron mediante electrohilado de lignina de bagazo mezclada con alcohol polivinílico (PVA) (10% p/v), seguido de una termoestabilización (225 °C) en atmósfera oxidante y posterior carbonización en atmósfera inerte (850 °C). Las fibras electrohiladas, termoestabilizadas y carbonizadas se caracterizaron mediante FTIR, SEM y EDS. Los resultados de la caracterización revelaron que las FC no presentan grupos funcionales tales como O-H, C-H, C-O, con una morfología de filamentos en red de diámetro reducido debido a la carbonización a la que fueron sometidas y con una alta cantidad de carbono presente en su estructura. La conductividad de las FC fue de (0,00088 S/cm) y la resistencia mecánica fue planteada de forma teórica, debido a la fragilidad que estas presentaron. Finalmente, el presente trabajo demuestra que se puede emplear la lignina obtenida del bagazo de caña para la fabricación de FC, siendo este el precursor más prometedor debido a su alto contenido de carbono.

Palabras clave: <BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR>, <CELULOSA>, <LIGNINA>, <ELECTROHILADO>, <FIBRA DE CARBONO>.

0706-DBRA-UPT-2024



ABSTRACT

Lignocellulosic materials or biomasses, such as agricultural waste, have been identified as possible sustainable sources that can replace petroleum-based polymers. An example of this is sugarcane bagasse since it is produced in large volume and its biodegradation is a slow process, it does not have an intended reuse, which causes environmental problems, as well as social and economic ones. This study focused on using this waste to extract cellulose and lignin synthesis in carbon fibers (FC) and finally the physical properties determination, such as conductivity and mechanical resistance. The highest extraction of cellulose yield was at 40 °C using 1% NaOH while for lignin it was achieved using 65% H₂SO₄ and boiling for 2 hours (h). The fibers were obtained by electrospinning bagasse lignin mixed with polyvinyl alcohol (PVA) (10% w/v), followed by thermostabilizing (225 °C) in an oxidizing atmosphere and later carbonization in an inert atmosphere (850 °C). Electrospinning, thermostabilized, FTIR, SEM, and EDS characterized carbonized fibers. The results of the characterization revealed that the FCs did not present functional groups such as O-H, C-H, C-O. With a morphology of networked filaments of reduced diameter due to the carbonization to which they were subjected and with a high amount of carbon present in their structure. The conductivity of the CFs was (0,00088 S/cm) and the mechanical resistance was theoretically proposed, due to their fragility. Finally, the present work proves that lignin obtained from sugarcane bagasse can be used as a manufactured FC the most promising precursor due to its high carbon content.

Keywords: <SUGARCANE BAGASSE>, <CELLULOSE>, <LIGNIN>, <ELECTROSPINNING>, <CARBON FIBER>.



Lcdo. Edison Renato Ruiz López, Mgs.

CI: 0603957044

INTRODUCCIÓN

La fibra de carbono (FC), conocida también como fibra de grafito, posee una estructura cristalina, otorgándole al material una alta resistencia, ligereza y flexibilidad (Attia et al., 2019, pág. 1; Milbrandt y Booth, 2016, pág. 11), el cual cuenta con una variedad de aplicaciones y estas dependen del tipo de precursor utilizado (Park y Heo, 2015, pág. 31).

En la actualidad, el precursor que más se usa para la fabricación de FC es el poliacrilonitrilo (PAN) debido al alto rendimiento de carbono representando el 90% de la producción de FC, mientras que el resto de FC son a base de brea (derivada del petróleo o del alquitrán de hulla) y el rayón. Estos precursores, específicamente el PAN y el hilado de la fibra corresponden alrededor del 51% del coste de producción de FC; además las múltiples etapas y el complejo método que implica el proceso de fabricación es uno de los impedimentos para su uso generalizado (Attia et al., 2019, pág. 1; Milbrandt y Booth, 2016, pág. 11).

La creciente preocupación por la contaminación ambiental y la escasez de recursos petroleros ha impulsado la búsqueda de precursores alternativos y renovables, es por ello que se ha propuesto la valorización de los polímeros de base biológica, debido a que son respetuosos con el medio ambiente, de bajo coste, disponibles y sostenibles (Attia et al., 2019, pág. 1; Wang et al., 2022, pág. 578).

La biomasa lignocelulósica, que se compone de madera, desechos agrícolas y desechos forestales (Vinod et al., 2023, pág. 2), se ha convertido en un recurso prometedor para fabricar FC menos costosas y sin tantas repercusiones medioambientales. Esta biomasa tiene ventajas de ser altamente renovable y de bajo coste; siendo la celulosa y lignina precursores atractivos para la preparación de FC (Islam et al., 2023, pág. 17). Para la purificación de materiales lignocelulósica, como los residuos agrícolas, el tratamiento con álcali es uno de los métodos más eficaces para la separación de celulosa, hemicelulosa y lignina (Attia et al., 2019, pág. 2). Siendo uno de los subproductos agroindustriales que contienen mayor cantidad de estos biopolímeros el bagazo de caña de azúcar. Especialmente, la lignina presenta aspectos positivos como un costo razonable para su obtención, sostenibilidad y mayor contenido de carbono, lo que lo convierte en el precursor dominante para la producción de FC (Vinod et al., 2023, pág. 1).

La técnica de *electrospinning* permite la producción de nano y microfibras poliméricas aplicando un campo de alto voltaje entre una solución que contiene el polímero y un sustrato conductor (García et al., 2020, pág. 2). La carbonización de las fibras se da por un proceso térmico, generalmente de dos etapas. La primera etapa comienza con la termoestabilización de la fibra

mediante un calentamiento lento en presencia de aire. En la segunda etapa la fibra termoestabilizada se calienta en un gas inerte a una temperatura superior a 800 °C. Durante esta última etapa se forma la fibra carbonizada (Attia et al., 2019, pág. 2).

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Identificación del problema

El aprovechamiento de los residuos agroindustriales y artesanales ha tomado gran interés en la actualidad, un ejemplo de esto es el bagazo de la caña de azúcar (BCA). Los cultivos de caña de azúcar son de gran importancia en el Ecuador, ya que de esta se extrae alcohol y azúcar (Ochica, 2015, pág. 16), siendo este último el principal producto con mayor demanda en el país (Cárdenas, 2020, pág. 33). Como toda materia prima, la caña de azúcar genera desechos como cachaza, ceniza, vinaza y bagazo, siendo este último el que se genera en mayor volumen. Esta excesiva producción de BCA presenta graves problemas que van desde su recolección (pérdidas de tiempo y dinero) hasta el apropiado manejo de estos, generando impactos negativos para el ambiente, debido al tiempo de descomposición y al volumen que ocupa en el botadero de basura (Pozo, 2011, pág. 16). Es por esto que la adecuada reutilización de estos residuos es un objetivo importante que debe perseguirse. Varios procesos y productos han reportado que utilizan BCA como materia prima. Estos incluyen la generación de electricidad, combustibles, la producción de pulpa y papel, y productos a base de la fermentación (Pandey et al., 2000, pág. 69).

A esta materia lignocelulósica se le puede dar un valor agregado debido a que en su estructura cuenta con dos biopolímeros de gran interés, estos son la celulosa y lignina. La celulosa es el biopolímero más abundante en la naturaleza, siendo un polisacárido estructural y el principal constituyente de la pared celular de las plantas. Es una fuente renovable y biodegradable con múltiples usos en distintas áreas industriales (Ochica, 2015, pág. 16). La lignina es el otro componente esencial que se encuentra en la materia vegetal, siendo un polímero amorfo y complejo. Al igual que la celulosa cuenta con distintas aplicaciones para la elaboración de productos de interés comercial (González et al., 2007, pág. 53).

Por otro lado, las fibras de carbono requieren un alto costo para su producción, ya sea en equipos o en el uso de recursos fósiles como materia prima, por lo que surge la necesidad de buscar alternativas renovables y rentables generando así un proceso más limpio al no producir residuos tóxicos y a su vez siendo amigable con el ambiente. Razón por la cual se pretende emplear el BCA como materia prima para la síntesis de fibras de carbono. Este proceso contará con las condiciones adecuadas desde la extracción de los polímeros naturales (celulosa y lignina) hasta la carbonización de las fibras, empleando reactivos y solventes, tratando de no

generar un alto impacto ambiental de considerables consecuencias, logando así el propósito de la investigación propuesta.

1.2. Enunciado del problema

El bagazo de caña de azúcar no tiene un uso definido, este puede ser usado como compost natural pero el gran volumen que se produce y su lenta biodegradación es su principal problema, no se emplea propiamente en la alimentación de animales, y por lo tanto simplemente es desechado. A pesar de que estos desechos de la caña de azúcar son naturales, generan gran cantidad de residuos orgánicos, los cuales son causantes de diversos impactos ambientales, sociales y económicos asociados a una inadecuada disposición final, tales como la contaminación de cuerpos de aguas por lixiviados, malos olores en el sector y zonas aledañas, altas emisiones de CO₂ y partículas por la quema incontrolada y la proliferación de vectores (ratas e insectos). De ahí que se propone un uso alternativo de transformación de la materia, para un mejor aprovechamiento de residuos sólidos orgánicos, abriendo un nicho de mercado para posibles emprendimientos.

1.3. Justificación

Los residuos agroindustriales, en este caso, el bagazo de caña de azúcar que se produce en grandes cantidades cada año trae consigo problemas de eliminación, utilización y una inadecuada gestión para reciclar estos residuos, siendo un desafío para las ciudades y sus alrededores que generan este desecho. Esta biomasa residual tiene alto potencial de aprovechamiento por su variada composición química.

Actualmente, se están investigando precursores alternativos para reducir el coste de las fibras de carbono (FC) y la dependencia de las materias primas fósiles. Entre estos precursores biorenovables derivados de la biomasa, la celulosa y/o lignina, son un candidato prometedor para la fabricación de FC debido a su alto contenido de carbono (Vinod et al. 2023, pág. 1). En el caso de que se aprovechen biomásas lignocelulósicas de origen residual se consigue un doble efecto: el beneficio ecológico, al eliminar una fuente de contaminación, y el factor económico, al dotar al material de un valor añadido que no tiene el residuo como tal.

Por lo tanto, dicho proyecto de investigación pretende utilizar y valorizar los desechos de la caña de azúcar (bagazo), ya que es un recurso fácil de obtener, no tiene costo alguno y es un desecho agroindustrial que se produce en grandes cantidades en el Ecuador. Por otro lado, el BCA es una excelente fuente de materia prima para la extracción de celulosa y lignina, siendo

estos polímeros naturales precursores prometedores para obtener fibras de carbono, convirtiéndose así en una investigación de alto nivel y gran aporte científico. Según (Dai et al. 2019) las fibras de carbono basadas en biomasa pura son prometedoras para la producción de fibras de carbono de alta calidad, ecológicas y de bajo costo. (p. 16084)

Estas fibras de carbono obtenidas de biomasa residual serán caracterizadas mediante técnicas como: Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS). En cuanto al uso de materiales, reactivos, equipos especializados y laboratorios se contará con la colaboración de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y el departamento de física de la Universidad Yachay Tech, además de ser financiados con fondos propios.

1.4. Objetivos

1.4.1. General

Sintetizar fibras de carbono a partir del bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*).

1.4.2. Específicos

- Obtener celulosa y lignina a partir del bagazo de caña de azúcar mediante tratamientos fisicoquímicos para determinar su rendimiento.
- Emplear la celulosa y lignina extraída como precursores para la síntesis de fibras de carbono mediante la técnica de *electrospinning*.
- Caracterizar los polímeros naturales y las fibras de carbono mediante técnicas instrumentales como microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).
- Determinar las propiedades físicas que poseen las fibras de carbono obtenidas mediante pruebas de resistencia mecánica y de conductividad.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes de la investigación

En el Ecuador, el cultivo de caña de azúcar es considerado uno de los más importantes para la producción de azúcar, que es uno de los principales productos de mayor demanda, debido a que forma parte de la canasta básica. Además, es el componente principal para la manufactura de productos elaborados y semi-elaborados (Castillo y Silva, 2004, pág. 1). Cabe mencionar que las crecientes preocupaciones sobre la contaminación ambiental, provocada por los desechos lignocelulosicos y la escasez de recursos petroleros han provocado un interés creciente hacia la valorización de polímeros de base biológica para producir fibras de carbono de bajo costo. Entre todos los biopolímeros, la lignina ha llamado la atención debido a su alto contenido de carbono (Wang et al., 2022, pág. 1).

Existen varios métodos para la fabricación de microfibras y nanofibras poliméricas, entre ellas se menciona al, *electrospinning* (electrohilado), soplado en fusión, soplado en disolución, hilado en seco e hilado en fusión. Cada método de fabricación tiene sus propias ventajas, siendo el *electrospinning* el más popular, debido a su relativa simplicidad y escalabilidad para producir fibras de 1 μm -100 nm (Kumar y Sinha, 2018, pág. 2).

La técnica de electrohilado se remonta a 1934, donde se fabricaron filamentos de polímero mediante fuerza electrostática. Tras años de desarrollo, el electrohilado se ha logrado convertir en uno de los principales procesos nanotecnológicos, para la producción de fibras de polímero con diámetros micrométricos y nanométricos a gran escala (Kumar y Sinha, 2018, pág. 3).

En la publicación de Li et al. (2017, pág.41) se da a conocer sobre la obtención de fibras de carbono partiendo de los precursores provenientes del lignito de Australia y la paja de arroz como materia prima. Para la extracción de los precursores emplearon el método de extracción por solvente a alta temperatura usando el 1-metilnaftaleno a 350 °C. Se utilizó el método de hilado centrífugo para la producción de fibras y para aumentar el punto de reblandecimiento se aplicó ciclohexano. Luego, se estabilizaron mediante un tratamiento térmico de 80 °C a 330 °C y se carbonizaron en una atmósfera inerte (N₂) a 1000 °C durante 1 hora. Las fibras de carbono resultantes indicaron un alto contenido de carbono y oxígeno del 92 y 6% en peso, respectivamente, muy similares a las fibras de carbono comerciales. Por otro lado, determinaron

que el diámetro de la fibra rondaba de 4-6 μm . Concluyendo que los precursores son un material prometedor de bajo costo para la fabricación de fibras de carbono.

El trabajo realizado por Dallmeyer et al., (2010, pág. 315) explica la formación de fibras mediante electrohilado, para lo cual usaron siete muestras de ligninas diferentes. Los resultados que obtuvieron señalan que ninguna de las ligninas pudo electrohilarse en fibras continuas. No obstante, el comportamiento de electrohilado y la formación de fibras uniformes cambió considerablemente al añadir óxido de polietileno (PEO) a la solución de lignina. Además, los autores informaron que las diferentes soluciones de lignina poseían viscosidades y comportamientos de electrohilado diferentes a la misma concentración de PEO, lo que indica que las estructuras específicas de la lignina y las interacciones intermoleculares afectan las propiedades de la solución y el comportamiento de electrohilado.

La investigación de Osalde y Pedraza, (2021, págs. 46-49) explica como mediante la técnica de electrohilado lograron obtener nanofibras de celulosa. Partieron de nanocelulosa cristalina, la cual fue disuelta con solventes profundos eutécticos (DES), ácido trifluoroacético TFA y dimetilsulfóxido (DMSO), para formar la suspensión de nanocelulosa. Las condiciones que ayudaron a los autores a tener buenos resultados fueron 4,5% p/v celulosa, flujo de 1000 $\mu\text{L/h}$, voltaje de 20 Kv y distancia del colector de 10 cm, usando una solución de celulosa/PVA y DMSO como disolvente.

En el estudio realizado por Ago et al. (2012, págs. 920-924) lograron producir fibras a base de lignina mediante electrohilado a partir de soluciones acuosas de lignina, alcohol polivinílico y nanocristales de celulosa (NCC). Obteniendo nanofibras con un 90 y 15% para lignina y NCC, respectivamente. Examinaron las propiedades de las soluciones acuosas, como la viscosidad, conductividad eléctrica, tensión superficial y morfología resultante de las fibras compuestas. Además, indicaron la influencia de los NCC de refuerzo en las propiedades térmicas de las fibras multicomponente.

2.2. Bases teóricas

2.2.1. Caña de azúcar

La caña de azúcar es un cultivo agroindustrial de gran importancia en el Ecuador, requiere una temperatura mínima de 25 a 30 $^{\circ}\text{C}$ para su fase de desarrollo y de 18 a 22 $^{\circ}\text{C}$, para su maduración (Jaramillo, 2015, pág. 7). Su crecimiento se da en forma de matas, “cuya parte aérea

está formada por tallos, hojas, inflorescencias y semillas, mientras que la parte subterránea está compuesta por raíces y rizomas” (Marasca et al. 2015, pág. 24).

La parte morfológica de interés de la caña de azúcar es el tallo, donde se encuentra la mayor parte de fibra y por ende la sacarosa de uso industrial. La composición química del tallo varía en función de “la variedad del cultivo, edad fisiológica, condiciones climáticas durante el desarrollo y maduración; propiedades físicas, químicas y microbiológicas del suelo” (Marasca et al. 2015, pág. 24).

La planta de caña de azúcar tiene la capacidad de almacenar grandes cantidades de sacarosa gracias a la anatomía y la morfología que esta tiene. Al pertenecer a la familia de las *Poaceae*, las partes de la planta que están por encima del suelo tienen la particularidad de poseer una serie de nudos que se encuentran normalmente espaciados por entrenudos, en intervalos de 15 a 25 cm, en donde se tienden a desarrollar las hojas y yemas, gracias al meristema apical vegetativo. En estos entrenudos se encuentran las estructuras celulares adecuadas para la transferencia y almacenamiento de sacarosa (Marasca et al., 2015, pág. 24).

Tabla 2-1: Botánica de la caña de azúcar

Nombre científico	<i>Saccharum officinarum</i>
Nombre común	Caña de azúcar, caña de castilla, caña dulce, cañaduz, cañamelar, cañamiel y <i>Sa-kar</i> .
Clasificación taxonómica	
Reino	Vegetal
División	<i>Magnoliophyta</i>
Clase	<i>Angiospermae</i>
Sub-clase	<i>Monocotyledoneae</i>
Súper orden	<i>Commelinidae</i>
Orden	<i>Commelinales</i>
Familia	<i>Poaceae</i>
Género	<i>Saccharum</i>
Especie	<i>officinarum L.</i>

Fuente: (Jaramillo 2015, pág. 4).

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

2.2.2. Biomasa lignocelulósica

Se refiere a toda materia vegetal, así como a todos sus productos de desecho, siendo una prometedora fuente de fibra natural capaz de sustituir a los polímeros provenientes del petróleo, gracias a que son materiales renovables que encaminan a la bioeconomía y hacia un crecimiento sostenible. La pared celular de la biomasa lignocelulósica está constituida principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina (Phanthong et al., 2018, pág. 2); pero también se encuentra en menores proporciones pectinas, proteínas, compuestos grasos, cutina, suberina y ceras. Los porcentajes y composición de los biopolímeros presentes en la materia vegetal van a variar de acuerdo a la etapa de crecimiento, edad y tipo de planta (Munguía, 2016, pág. 5).

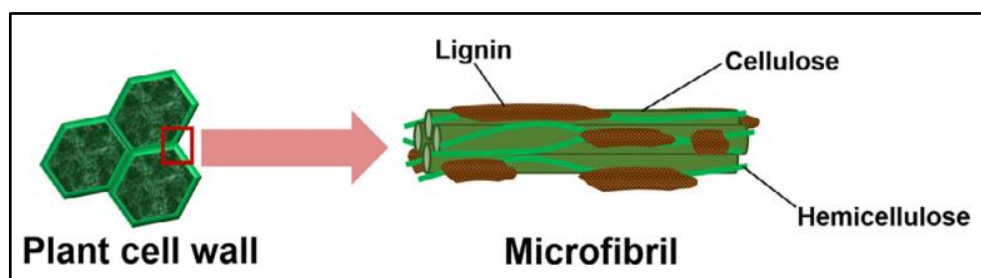


Ilustración 2-1: Estructura de la pared celular de la biomasa lignocelulósica

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

2.2.2.1. Celulosa

Es un homopolímero lineal polidisperso, constituye el componente estructural básico de las células vegetales. Su fórmula general corresponde a $(C_6H_{10}O_5)_n$, donde n representa el grado de polimerización y puede variar desde las 10000 a 20000 unidades. Está constituida de unidades repetidas de anillos de glucosa de seis miembros (piranosa), que se enlazan entre sí a través de un oxígeno unido por un enlace covalente al C1 del anillo de glucosa y al C4 del anillo contiguo por los llamados enlaces β -1,4-glucosídicos (Yadav et al., 2021, pág. 9).

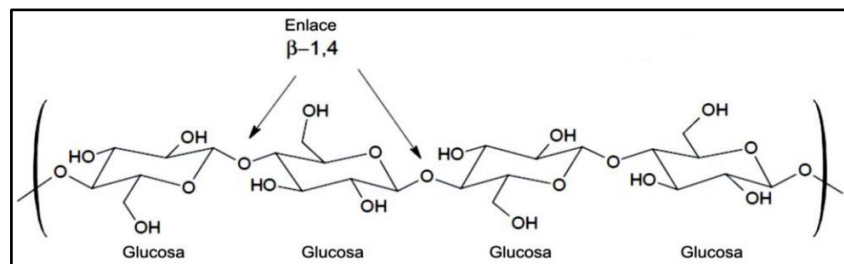


Ilustración 2-2: Estructura de la celulosa

Fuente: (Ochica, 2015, pág. 22).

La unidad repetitiva principal de la celulosa es la celobiosa. Se trata de un dímero que aparece como intermedio durante la descomposición hidrolítica de la celulosa en unidades de glucosa. La unidad monomérica de la celulosa toma una conformación de silla donde las unidades consecutivas de glucosa giran 180° en torno a su eje molecular. Los grupos hidroxilo (-OH) se encuentran ubicados en posiciones ecuatoriales, provocando que la cadena molecular de la celulosa sea cercana a una forma lineal. Esta rotación permite que la celobiosa se expanda por miles de unidades sin perder su simetría y orientación (Miranda, 2021, pág. 29; Yadav et al., 2021, pág. 9).

Debido a la posición ecuatorial que esta posee, existen tres grupos hidroxilo (ubicados en C2, C3 y C6) que sobresalen de cada molécula de anhidroglucosa (monómero de celobiosa), lo que le atribuye una superficie reactiva con varios grupos -OH activos (Yadav et al., 2021, pág. 9). Por otro lado, las moléculas de celulosa forman enlaces de hidrógeno entre si debido a la gran cantidad de grupos -OH, dando como resultado estructuras altamente cristalinas (Miranda, 2021, pág. 29).

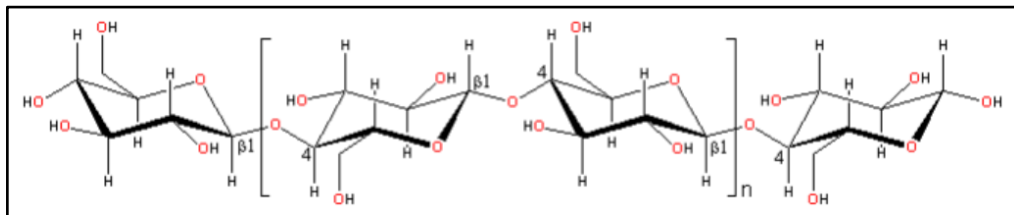


Ilustración 2-3: Celobiosa, unidad representativa de la celulosa

Fuente: (Miranda, 2021, pág. 29).

En el caso de la celulosa, no se puede mencionar a un solvente simple que pueda disolver al biopolímero, por lo tanto, es totalmente insoluble en agua (fría y caliente), así como en solventes orgánicos simples (gasolina, alcohol, benceno, éter, cloroformo y tetracloruro de carbono). Es parcialmente insoluble en soluciones acuosas diluidas de ácidos y bases. Es soluble en ácido sulfúrico entre 72-75% y en ácido clorhídrico al 44%. Entre algunos solventes característicos se encuentran el hidróxido de cuproamonio y la cuprietilen-diamina (Ochica, 2015, pág. 22).

2.2.2.2. Hemicelulosa

Es un biopolímero heterogéneo compuesto por cadenas cortas, lineales y ramificadas (Phanthong et al., 2018, pág. 2) de diferentes tipos de unidades como las pentosas (D-xilosa, L-arabinosa) y las hexosas (D-glucosa, D-manosa, D-galactosa). En menor proporción, también se encuentra los ácidos urónicos (4-O-metil-D-glucurónico y D-glucurónico). Por lo general, la hemicelulosa

posee un grado de polimerización bajo (inferior a 200 unidades) (Ochica, 2015, pág. 24), sirve como un agente de unión entre la lignina y la celulosa; además constituye entre un 25 a 30% del peso total de la biomasa vegetal (Espinosa, 2019, pág. 24). Con respecto a su estabilidad química y térmica, esta es inferior que la celulosa, por lo que es soluble en álcalis y se hidroliza fácilmente con ácidos (Carchi, 2014, pág. 24).

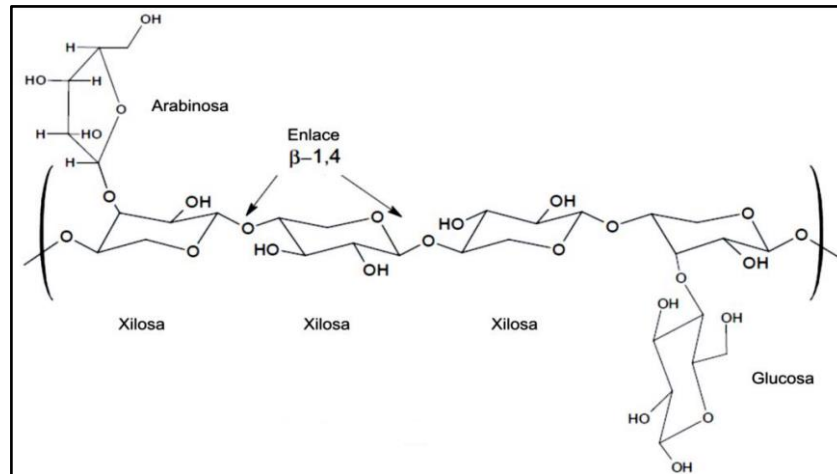


Ilustración 2-4: Estructura de la hemicelulosa

Fuente: (Ochica, 2015, pág. 24).

2.2.2.3. Lignina

La lignina es un polímero fenólico que se forma en la pared celular de las plantas. Este compuesto de estructura compleja actúa como un aglutinante entre y alrededor la celulosa y hemicelulosa (Phanthong et al., 2018, pág. 2). Como resultado, es responsable de fortalecer la pared celular de la planta, dar impermeabilidad y protegerla de ataques químicos/microbianos (Ochica 2015, pág. 24). Químicamente la lignina es una biomacromolécula constituida por unidades fenilpropano conectadas por enlaces C – O y enlaces C – C, donde el grupo -OH se encuentra sustituido en el carbono γ , como se muestra en la ilustración 1-5 (Adrián y Camacaro, 2009, pág. 5; Wang et al., 2022, pág. 2).

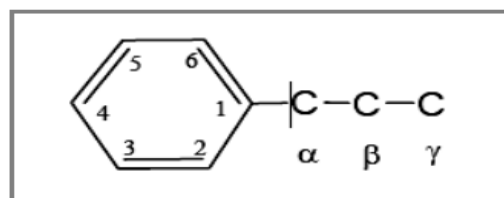


Ilustración 2-5: Unidad Fenilpropanica

Fuente: (Adrián y Camacaro, 2009, pág. 5)

La lignina está constituida por tres monómeros fenilpropano diferentes, estos son alcohol p-cumarílico, alcohol coniferílico y alcohol sinapílico, que corresponden a la unidad estructural p-hidroxifenilo (H), guayacilo (G) y siringilo (S), respectivamente (Adrián y Camacaro, 2009, págs. 5-6).

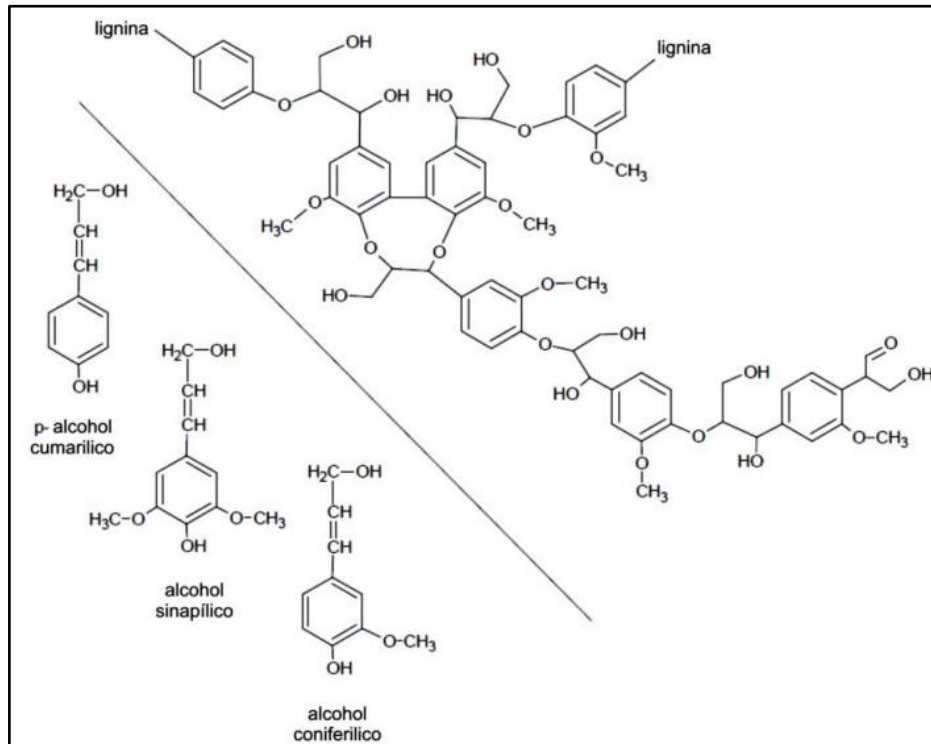


Ilustración 2-6: Unidades monoméricas (izquierda) y modelo de estructura de la lignina (derecha)

Fuente: (Ochica, 2015, pág. 25).

2.2.3. Fibras de carbono

El carbono al tener una gran variedad de formas cristalinas (alótropos), maneja una amplia gama de materiales hechos a partir de este elemento, que difieren por la química y organización de los átomos de carbono que los conforman. Además, puede formar moléculas con una amplia gama de propiedades. El carbono al ser un elemento inerte, este presenta ventajas cuando se combina con otros materiales, aportando beneficios tales como: reforzar materiales convencionales, reducir su peso conservando la resistencia y añadir flexibilidad al material (López, 2022, pág. 12).

La palabra "fibra de carbono" alude al plástico reforzado con grafito textil. Su estructura consiste en átomos de carbono unidos entre sí en forma de cristales, que se alinean creando una hebra de fibra (Attia et al., 2019, pág. 145). La fibra de carbono (FC) tiene la capacidad de ser muy resistente, gracias a la fina estructura de cristales de grafito organizados axialmente. Debido a su resistencia a la fatiga, se utiliza principalmente en la fabricación de compuestos ligeros de alta

resistencia. Las FC pueden proporcionar conductividad eléctrica a un compuesto o material, es por ello que pueden actuar como semiconductores y conductores, lo que los hace interesantes para ser empleadas en estructuras innovadoras (López, 2022, pág. 12).

Para fabricar FC de uso comercial, se pueden emplear varios precursores, como la brea, rayón y poliacrilonitrilo (PAN), siendo este último el que domina actualmente el mercado convencional de fibra de carbono (Vinod et al., 2023, pág. 1). En función de sus características las FC pueden clasificarse según el módulo y la temperatura final del tratamiento térmico, como se muestra a continuación.

Tabla 2-2: Clasificación de las fibras de carbono en función del módulo y la temperatura final

	Tipo	Descripción
Módulo	Ultra-alto (UHM)	> 450 Gpa
	Alto (HM)	Entre 350-450 Gpa
	Intermedio (IM)	Entre 200-350 Gpa
	Súper alta resistencia (SHT)	> 4,5 Gpa
Temperatura	Tratamiento térmico elevado (HHT)	> 2000°C
	Tratamiento térmico intermedio (IHT)	> 1500°C
	Tratamiento térmico bajo	< 1000°C

Fuente: (López, 2022, pág. 13).

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Las FC son cada vez más populares para fabricar materiales ultraligeros. No obstante, su alto costo y la dependencia de los recursos de origen fósil resulta en la necesidad de buscar precursores renovables y rentables.

2.2.4. Precursores de las FC

2.2.4.1. Poliacrilonitrilo

El poliacrilonitrilo (PAN) es un polímero de alto peso molecular, considerado el precursor más utilizado para la fabricación de FC de alta resistencia, alto rendimiento y capacidad de descomponerse para formar carbono, debido a sus excelentes propiedades moleculares. La estructura molecular del PAN contiene grupos de propionitrilo (altamente polares) que interactúan con los grupos contiguos, dando como resultado una estructura de escalera, permitiendo mantener su estructura de fibra durante la etapa de carbonización a altas

temperaturas. Para su producción es necesario utilizar grandes cantidades de agua y energía (López, 2022, págs. 13-14).

Este polímero es muy utilizado en distintas áreas industriales, como, por ejemplo: textiles, purificación de agua, filtración de aire y supercondensadores. Sin embargo, los materiales con mayor valor que se producen a partir del PAN son las FC. En la actualidad, las FC son un material que han generado un gran interés debido a su peso ligero acompañado de una alta resistencia y rigidez. Normalmente, estas FC son usadas en el sector automotriz, en el área de la medicina, aeronáutica, la fabricación de recipientes a presión, álabes de turbina, artículos deportivos, entre otros (Khayyam et al., 2020, pág. 1).

2.2.4.2. *Brea*

La brea es un material de bajo peso molecular con un alto contenido de carbono (>80%), producido como un subproducto del carbón y la industria del petróleo, con la ventaja de poseer un coste relativamente bajo. Otra alternativa es la brea sintética, la cual se puede obtener a partir de polímeros sintéticos como el PVC (Frank et al., 2012, pág. 498). Las fibras de brea se fabrican por refinado, irradiación, preoxidación, carbonización y grafitización del petróleo o del carbón. Así, de la brea se obtiene FC con un alto módulo de elasticidad, sin embargo, posee una baja resistencia, por lo que es utilizado en aplicaciones de alto módulo, como ropa deportiva de alta gama, rodillos industriales e industrias como la aeroespacial (López, 2022, pág. 14).

Puesto que usualmente la brea se calienta en atmósfera inerte, se forma un mesodermo por condensación de los isómeros de la brea durante el tratamiento, el cual es difícil de controlar. Sin embargo, el material tiene la ventaja de ser utilizado en el proceso de hilado por fusión para la producción de fibras de brea (PFs). En este proceso, los PFs asumen la alta directividad de la capa aromática a nivel molecular, convirtiéndose directamente en FC. Cabe mencionar que la brea se puede mezclar con el PAN, para generar precursores con una mejor capacidad de hilado (López, 2022, pág. 14).

2.2.4.3. *Biomasa lignocelulósica*

La biomasa lignocelulósica ha sido ampliamente estudiada durante los últimos años como posible precursor de las FC debido a sus ventajas de bajo costo y mínima contaminación durante su procesamiento (López, 2022, pág. 15). Este tipo de biomasa se compone de residuos agrícolas como paja de arroz, trigo o maíz, bagazo, etc, y residuos forestales y celulósicos como el papel (Ilić et al., 2023, pág. 2). Contiene gran cantidad de ceniza y minerales, que provocan defectos

estructurales, especialmente perjudiciales para la resistencia a la tracción del producto final (López, 2022, pág. 15).

Una excelente estrategia es la extracción de celulosa y lignina de la biomasa lignocelulósica como una fuente alternativa para maximizar su uso en la fabricación de FC de alta calidad. En los últimos años, la extracción de estos polímeros de base biológica se ha venido dando de forma ecológica y respetuosa con el medio ambiente, evitando el uso de sustancias tóxicas/nocivas, contribuyendo a un desarrollo sostenible (López, 2022, pág. 15). Sin embargo, la producción de FC a base de celulosa está limitado por su bajo rendimiento después de la carbonización (10-30% de carbono) y al requisito de estiramiento en caliente para mejorar sus propiedades mecánicas (Vinod et al., 2023, pág. 2). Por otro lado, la lignina tiene un alto contenido de carbono (60-66%), por lo que se considera el precursor más prometedor para la obtención de FC (Attia et al., 2019, pág. 146).

2.2.5. *Electrospinning*

El proceso de *electrospinning* crea un campo eléctrico usando fuerzas electrostáticas para producir fibras de origen polimérico con diámetros inferiores a micras (μ). Las gotas de polímero que se forma en la punta de la aguja sufren una inestabilidad y al exceder la tensión superficial, seguido de un estiramiento para generar fibras (Miranda, 2021, pág. 16).

Como se muestra en la Ilustración 1-7, el equipo incluye (1) una bomba dosificadora conectada a una jeringa con aguja que contiene la solución a hilar, esta misma será sometida a un alto voltaje con polaridad positiva, (2) una fuente de alimentación de alto voltaje y (3) un colector conductor conectado a un polo neutro o tierra (Miranda, 2021, pág. 16; Wang et al. 2022, pág. 14).

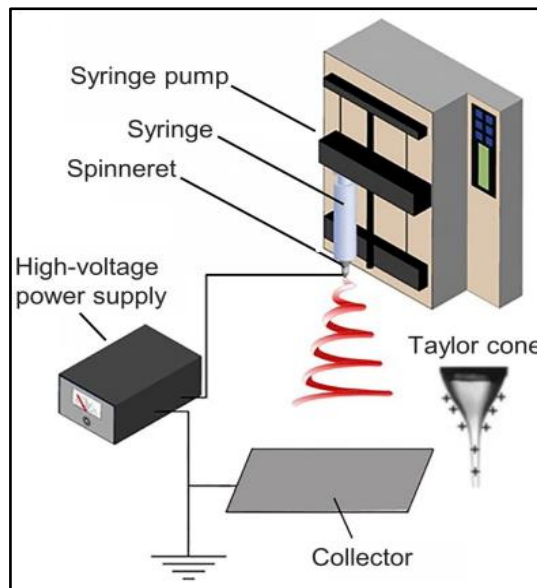


Ilustración 2-7: Componentes básicos del *electrospinning*

Fuente: (Xue et al., 2019, pág. 4).

2.2.5.1. Fundamento del *electrospinning*

El *electrospinning* o electrohilado involucra un proceso de electrohidrodinámico, dando lugar a una gota de líquido que se electrifica para generar un chorro, seguida de estiramiento y elongación para generar fibras (Xue et al., 2019, pág. 4). Durante la etapa de electrohilado, la bomba dosificadora extruye la solución polimérica a través de la hilera, en consecuencia, se forma una gota colgante como resultado de la tensión superficial (Wang et al., 2022, pág. 14).

Al electrizarse, la repulsión electrostática que se da entre las cargas superficiales del mismo signo deforma la gota en un cono llamado “cono de Taylor”, del que sale un chorro cargado. En un principio, este chorro se extiende en línea recta, para después formar una especie de espiral con movimientos enérgicos a causa de la inestabilidad de flexión. Mientras el chorro se extiende hasta lograr diámetros más delgados, se solidifica velozmente, dando lugar a la deposición de fibras sólidas en la zona del colector.

En general, el proceso de electrohilado se divide en cuatro fases consecutivas: (1) aparición de la gota polimérica y formación del cono de Taylor, (2) estiramiento del chorro cargado, (3) disminución del diámetro del chorro en presencia de un campo eléctrico e inestabilidad de flexión eléctrica, y (4) solidificación y recolección del chorro como fibras sólidas en un colector conectado a tierra (Xue et al., 2019, págs. 4-5).

2.2.5.2. Parámetros del electrohilado

El proceso de electrohilado influyen varios parámetros, que se pueden agrupar en tres categorías. Los parámetros de la máquina incluyen el voltaje aplicado, la distancia entre la aguja y el colector, el flujo y el diámetro de la aguja. Los parámetros del material comprenden el tipo de disolvente, la concentración, la viscosidad y la conductividad de la solución polimérica. Los parámetros del ambiente abarcan la humedad y la temperatura (Refate et al., 2023, pág. 10).

La viscosidad de la solución polimérica determina el grado de estiramiento y afecta directamente la morfología (formación de hilos finos, gruesos o gotas) (Miranda 2021, pág. 21). de las fibras electrohiladas. La interacción de las cadenas de moléculas del polímero determina la viscosidad y esta puede regularse por la concentración y la temperatura de la solución precursora (Wang et al., 2022, pág. 15).

Para el electrohilado es necesario la aplicación de un alto voltaje para formar el cono de Taylor. En general, este cono se forma cuando el voltaje aplicado supera los 6 kV y se necesita un voltaje más alto para conservar su estabilidad (Wang et al., 2022, pág. 15).

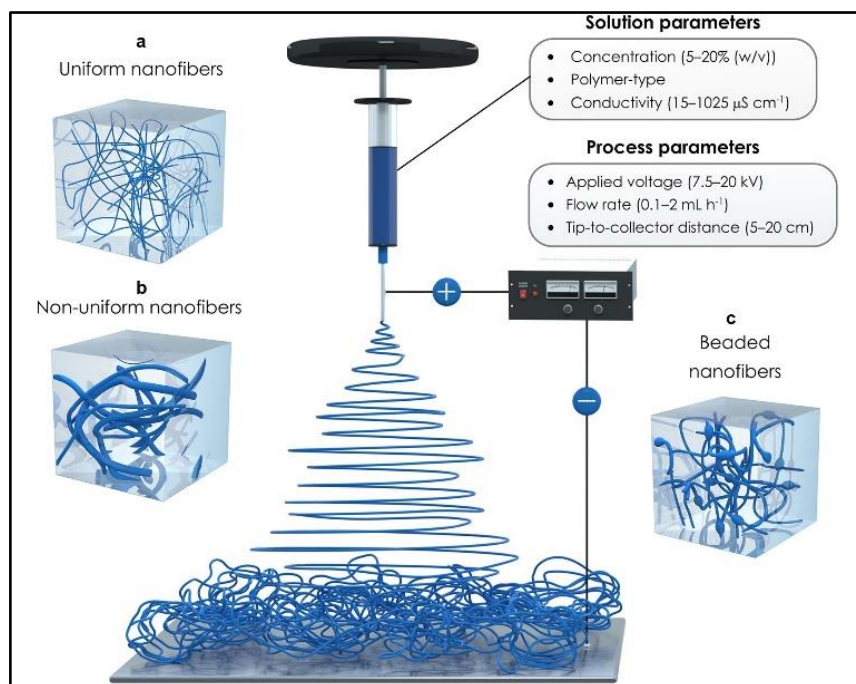


Ilustración 2-8: Representación esquemática de la influencia de los parámetros del proceso en la electrohilatura; (a) nanofibras uniformes, (b) nanofibras no uniformes, (c) nanofibras con perlas

Fuente: (Topuz et al., 2021, pág. 2).

2.2.5.3. Funcionamiento del electrohilado

La aguja se enlaza a una jeringa con embolo, la cual contiene la solución polimérica a usar. Con la ayuda de la bomba dosificadora la solución es inyectada hacia la aguja a un flujo constante y controlable a través del equipo. La gota de la solución polimérica que aparece en la punta de la aguja se carga electrostáticamente y a su vez estas cargas se reparten uniformemente sobre la superficie de esta. El voltaje empleado en la superficie de la solución produce una atracción de cargas opuestas, causando el rompimiento de la tensión superficial de la gota (Miranda, 2021, pág. 19).

Bajo la acción de estas fuerzas electrostáticas, la gota se distorsiona hasta formar el cono de Taylor. Cuando la tensión superficial de la solución polimérica es vencida por las fuerzas electrostáticas, la solución en forma de hilo es expulsada desde la punta del cono de Taylor hacia el polo eléctrico opuesto. Durante su trayectoria hacia el colector, el chorro se estira generando fibras cargadas que se solidifican al llegar al colector debido a la evaporación del solvente. Las fibras poliméricas resultantes tienen diámetros a escala nano y micrométricas, que se depositan al azar una encima de otra (Karakas, 2015, pág. 6).

2.2.6. Alcohol de polivinilo

El Alcohol de polivinilo (PVA) es un polímero sintético lineal fabricado mediante la hidrólisis parcial o total de acetato de polivinilo para eliminar el grupo acetato (Ilustración 2-9). Esta distribución estructural permite que este material sea altamente soluble en agua, sin embargo, esto depende de su grado de polimerización. Cuanto mayor sea el grado de hidroxilación y polimerización es menos insoluble en agua y es más difícil su cristalización (Baker et al., 2012, pág. 1).

Es un polímero no tóxico y biocompatible con excelentes características térmicas y permeabilidad a los gases. Además de que cuenta con buena estabilidad química y física, con la capacidad de formar fibras, películas y membranas (Wali et al., 2018, pág. 3).

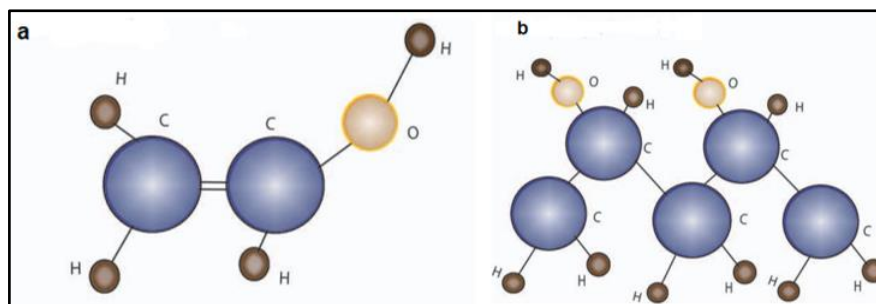


Ilustración 2-9: Estructura del (a) alcohol vinílico y (b) alcohol polivinílico (PVA)

Fuente: (Baker et al. 2012, pág. 2).

El PVA tiene la particularidad de ser totalmente biodegradable generando subproductos como el H_2O y CO_2 al descomponerse. Existen diversas especies de microorganismos que muestran una capacidad de degradación de este polímero, como por ejemplo los digestores anaeróbios, compostaje, fangos activados, sistemas sépticos y sistemas acuáticos (Miranda, 2021, pág. 33-34).

2.2.7. Tratamiento térmico

Para obtener fibras de carbono a partir de la fibra precursora es necesario someterla a un tratamiento térmico de estabilización y carbonización, para eliminar el material orgánico presente.

2.2.7.1. Estabilización

La estabilización se basa en unir una estructura hilada para garantizar que las orientaciones moleculares y las formas fibrilares se mantengan durante el proceso de calentamiento a mayores temperaturas. Este proceso incluye reacciones de ciclación, deshidrogenación y oxidación. La estabilización es una etapa oxidativa que se da a temperaturas entre los 200 a 300 °C y es necesaria para transformar el material en termoestable. Cuando la temperatura supera los 250 °C, la cantidad de oxígeno en el aire disminuye y la mayor parte del oxígeno se pierde a una velocidad de calentamiento más lenta. Durante esta etapa existe una pérdida parcial de la masa de la fibra (Vinod et al., 2023, pág. 9). Este paso de estabilización es necesario para evitar la fusión del polímero y, por tanto, la pérdida de la morfología fibrosa en el posterior proceso de carbonización.

2.2.7.2. Carbonización

De acuerdo con el diámetro, composición y forma de las fibras estabilizadas, se lleva a cabo sobre ellas un siguiente paso de calentamiento a una temperatura mayor a 1500 °C por un corto periodo de tiempo en una atmósfera inerte (N₂ o Ar). Es posible que en esta etapa se reduzca el diámetro de la fibra al eliminar los componentes que no son de carbono. En un ambiente inerte, la carbonización (pirólisis) normalmente se da a temperaturas que van desde los 700 °C a 2000 °C, produciendo el 95% de carbono en las fibras finales (Vinod et al., 2023, pág. 10). En ciertas ocasiones se puede aplicar un proceso de grafitización a temperaturas extremadamente alta (hasta 3000 °C), con el fin de eliminar los heteroátomos restantes, dando lugar al crecimiento de las capas gráficas y un orden de apilamiento mejorado (Xue et al., 2019, pág. 22).

2.3. Bases conceptuales

2.3.1. Residuos lignocelulósicos

La biomasa lignocelulósica proviene en primera instancia de la madera que está destinada a la fabricación de pulpa y papel, construcción y carpintería, no obstante, existe una parte de esta biomasa (residuos industriales, forestales, agrícolas y urbanos), la cual no se aprovecha y termina siendo desechado. Este residuo tiene un alto potencial de reutilización debido a las interesantes aplicaciones que ofrece, ya que es abundante, renovable y reciclable (Jaramillo, 2015, pág. 11).

El interés en la utilización de los residuos lignocelulósicos ha aumentado en los últimos años, en especial los residuos agrícolas, debido a que sus componentes pueden ser utilizados como materia prima para producir una amplia gama de productos de interés (producción de combustibles y productos químicos), convirtiéndose en uno de los pilares fundamentales en el desarrollo sostenible. Este enfoque perdura en la actualidad y se prevé que continuará en los años posteriores (Cortés, 2014, pág. 40; Saval, 2012, pág. 14).

No obstante, lograr el fraccionamiento de esta biomasa residual para aislar los polímeros de celulosa, hemicelulosa y lignina es un proceso relativamente complejo, por lo que es necesario utilizar tratamientos físicos (mecánicos y térmicos), químicos (uso de ácidos o bases), lo suficientemente fuertes para permitir el fraccionamiento de estos biopolímeros, como se muestra a continuación (Cortés, 2014, pág. 41).

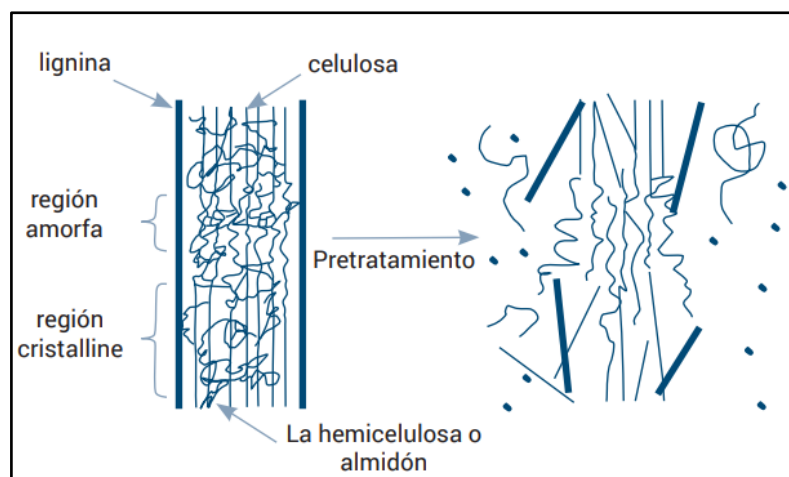


Ilustración 2-10: Estructura de la biomasa lignocelulósica

Fuente: (Cortés, 2014, pág. 41).

2.3.2. *Bagazo de caña de azúcar (BCA)*

El bagazo es el residuo obtenido tras el proceso de molienda de la caña de azúcar, que representa entre el 20 y 30% del total de caña molida (Altamirano, 2020, pág. 20), estas fibras son los materiales de desecho agroindustrial o artesanal. Su composición química va a depender de la variedad y edad de la planta. Está compuesta principalmente celulosa, hemicelulosa y lignina en diferentes proporciones (Ochica, 2015, pág. 20-21).

Tabla 2-3: Valores de la composición básica del bagazo de caña recopilada de varios autores

Componentes (% masa seca)			Fuente
Celulosa	Hemicelulosa	Lignina	
37	28	21	
26-47	19-33	14-23	(Ochica 2015, pág. 20-21).
38	33	22	
35-54	16-35	14-26	(Resano et al. 2022, pág. 253)
29,8	20,6	5,7	
40-50	25-35	18-24	(Mandal y Chakrabarty 2011, pág. 1291-1292)
43,6	27,7	27,7	(Teixeira et al. 2011, pág. 63)
43,6	33,5	18,1	(Sun et al. 2004, pág. 332)

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

El bagazo consta de dos fracciones fundamentales:

La **fibra**: “Son fibras relativamente largas, derivadas principalmente de la corteza y otros haces de fibra del interior del tallo. La longitud media de las fibras del bagazo es de 1 a 4 milímetros, y su ancho varía entre 0,01 y 0,04 milímetros” (Ramírez y Gómez, 2015, pág. 10).

La **médula**: “Se deriva del parénquima, parte de la planta donde se almacena el jugo que contiene el azúcar” (Ramírez y Gómez, 2015, pág. 10).

Desde el punto de vista físico se menciona dos características muy importantes en el bagazo, siendo el alto contenido de humedad y gran variedad de partículas con diferentes tamaños de naturaleza física.

Tabla 2-4: Composición física del bagazo de caña

Componente	%
Fibra	45
Sólidos Insolubles	2-3
Sólidos Solubles	2-3
Humedad	50

Fuente: (Altamirano 2020, pág. 20).

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Dependiendo del proceso utilizado, en los ingenios azucareros o en los trapiches, se obtiene un bagazo de origen industrial y un bagazo de origen artesanal, respectivamente. Los productores artesanales utilizan los trapiches para extraer el jugo de la caña de azúcar para elaborar diferentes productos, como: aguardiente, bocadillos, alfeñique y panela. Mientras que, la industria azucara tecnifica y automatiza el procesamiento de la caña orientando su producción a la obtención de azúcar y etanol (Resano et al., 2022, pág. 248).



Ilustración 2-11: Bagazo de caña de azúcar: industrial (izquierda) y artesanal (derecha)

Fuente: (Guillen, 2022, pág. 25).

El bagazo resultante de los diferentes procesos tiene aplicaciones limitadas, por ejemplo: se transforma en abono al dejarlo en el campo, es utilizado como materia prima por la industria papelera y se aprovecha como combustible de las calderas de los ingenios azucareros industriales; sin embargo, este último genera gases contaminantes y cenizas volantes (Resano et al., 2022, pág. 148).

2.3.3. *Proceso del pulpeo*

Para obtener la pulpa, es necesario fraccionar y liberar las fibras del material lignocelulósico con tratamientos químicos, mecánicos o una combinación de estos; el tratamiento que sufre el material fibroso se llama pulpeo. El proceso a la soda genera una buena pulpa, se logra hirviendo el bagazo en un álcali fuerte (NaOH) a alta temperatura y es considerado el principal proceso químico para deslignificar las especies no maderables (Ortiz, 2009, pág. 24-26).

2.3.4. *Residuos del proceso de pulpeo*

Licor negro: “Es una solución acuosa, compleja, constituida por componentes orgánicos (lignina, polisacáridos y compuestos resinosos de baja masa molar) e inorgánicos (iones de sales solventes)” (Ortiz, 2009, pág. 24-26). La composición del licor negro es muy variada y va a depender del proceso de cocción; sin embargo, los elementos que se encuentran en mayor proporción son el carbono, oxígeno, sodio, azufre e hidrógeno.

2.3.5. Deslignificación de la celulosa a partir del BCA

1.3.5.1. Pretratamiento de la biomasa residual (BCA)

El BCA se recolectó, clasificó y limpió, para posteriormente ser descorazonado manualmente. Primero se secó a la luz del sol y luego se cortó en trozos de 1 a 3 cm. El bagazo cortado fue molido y tamizado en una malla N° 60 (< 0,250 mm de tamaño). Adicionalmente, el bagazo molido se secó en una estufa durante 16 h a 60 °C (Mandal y Chakrabarty, 2011, págs. 1291-1292).

1.3.5.2. Tratamiento alcalino

Consiste en la aplicación de un álcali, generalmente NaOH con una concentración de 4-20% en peso, para eliminar la hemicelulosa y la lignina. La biomasa lignocelulósica debe estar en contacto con la solución alcalina bajo constante agitación por un tiempo de 1 a 5 h. A continuación, los productos sólidos se lavan con agua destilada hasta llegar a un pH neutro, finalmente se secan en un horno a 50 °C (Phanthong et al., 2018, pág. 5).

1.3.5.3. Tratamiento ácido-clorito (blanqueamiento)

Es un proceso de deslignificación, que puede eliminar la mayor cantidad de la lignina y otros componentes mediante la mezcla de agua destilada, clorito sódico y ácido acético bajo agitación constante a 70-80 °C durante un periodo que va desde las 4 a 12 h, finalmente se realizan lavados con agua destilada hasta alcanzar el pH neutro. Los productos sólidos obtenidos (hemicelulosa y celulosa) se recogen y se secan en un horno a 50 °C. La fibra celulósica adquiere un color blanco, indicando la correcta eliminación de la lignina y otras impurezas (Phanthong et al. 2018, pág. 5).

2.3.6. Obtención de lignina a partir de licor negro

1.3.6.1. Precipitación de lignina

Las muestras de licor negro (LN) se almacenan a temperatura ambiente en recipientes de plástico lavados y esterilizados (González et al., 2007, pág. 54).

Método 1. En un beaker se agregaron 500 mL de licor negro, para posteriormente agregar gota a gota H₂SO₄ concentrado. La muestra se colocó en un baño de hielo para evitar el calentamiento. Se agregó agua destilada a la mezcla para diluirla y se refrigeró durante una

semana para que logre precipitar. Trascorrida el tiempo de reposo se eliminó el líquido sobrenadante por decantación, posteriormente se agregó más agua destilada y se llevó a refrigeración por 24 h. Finalmente, el precipitado resultante fue lavado con agua destilada hasta alcanzar un pH de 5. La lignina obtenida se secó en una mufla por un tiempo de 24 h a 50 °C (López, 2015, pág. 16-18).

Método 2. El LN se trató con H₂SO₄ al 72% para llegar a un pH de 1,5 para posteriormente almacenar la muestra a temperatura ambiente durante toda la noche. A continuación, la muestra se hidrolizó a 120 °C durante 1 h para obtener una mezcla de sólidos y líquidos. La fracción sólida (precipitado) se separó de la mezcla por filtración. Finalmente, se lavó con agua desionizada y se secó a temperatura ambiente para obtener lignina purificada (Attia et al., 2019, pág. 146).

Método 3. Las muestras de LN se calentaron a 50 °C bajo constante agitación, se agregaron pequeñas cantidades de H₂SO₄ con una concentración 1 Normal (N), hasta llegar a un pH de 2 para lograr precipitar la lignina. La suspensión resultante se lleva a centrifugación a 2500 rpm por 20 minutos para poder separar el precipitado. La lignina precipitada es lavada con H₂SO₄ 0,1 N y con agua destilada. Finalmente, el precipitado se seca en una estufa a 50 °C durante 24 h (González et al., 2007, pág. 54).

2.3.7. Proceso de electrospinning

Se utilizó una solución de lignina/PVA con una concentración total de polímero al 11% p/v. Además, estudiaron diferentes solventes, dando como resultado que el agua alcalina (NaOH) a una concentración de 0,25 M puede disolver la lignina y el PVA. Para el proceso de electrohilado, se colocaron 3 mL de la solución polimérica en una jeringa de 5 mL con una aguja de acero inoxidable (diámetro interno de calibre 18) y se utilizó una lámina de aluminio como colector. El voltaje aplicado y la velocidad de alimentación se mantuvieron constantes a 20 kV y 0,2 mL/h, con una distancia de 15 cm entre la aguja y el (Attia et al., 2019, pág. 147).

El mayor desafío para lograr disolver la celulosa es encontrar un solvente sencillo que cumpla con dicho propósito y se evapore completamente durante el proceso de electrohilado. Solventes como el óxido de N-metilmofolina (NMMO)/H₂O, o líquidos iónicos se utilizan para disolver la celulosa, sin embargo, estos tienen baja volatilidad y no se evaporan completamente en el trayecto entre la punta de la aguja hasta llegar al colector. La combinación de reactivos es muy utilizada para poder disolver la celulosa, dicho esto, la celulosa se puede disolver en una solución acuosa de 7% en peso de NaOH y 12% en peso de urea preenfriado a -12 °C. La

concentración de celulosa presente en fibras electrohiladas con éxito va a depender tanto del peso molecular de la celulosa (grado de polimerización) así como de la composición del disolvente (Miranda, 2021, pág. 32).

2.3.8. Etapa de estabilización y carbonización

El proceso térmico al que va a ser sometido la fibra electrohilada generalmente consta de dos etapas. Primero se coloca la muestra en un horno de cámara y se estabiliza en aire con una velocidad de calentamiento de 1 °C/min hasta los 250 °C, manteniendo a esta temperatura durante 1 h. Las muestras estabilizadas pasan a la siguiente etapa, donde se carbonizan en una atmósfera inerte con una velocidad de calentamiento de 1 °C/min a 850 °C, manteniendo la temperatura durante 15 minutos (Attia et al., 2019, pág. 147).

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Tipo de investigación

3.1.1. Según el método de investigación

La investigación propuesta es de tipo Cuantitativa, ya que se recolectarán datos como concentraciones, pH, temperaturas, rendimientos, entre otros, para el aislamiento de los biopolímeros de la materia prima y su posterior uso para sintetizar fibras de carbono. Para caracterizar los materiales obtenidos se utilizará las técnicas analíticas SEM, EDS y FTIR. Los datos recolectados durante la parte experimental formarán parte de los resultados, los cuales deberán ser organizados, comparados e interpretados, con el fin de aceptar o rechazar las hipótesis planteadas.

3.1.2. Según el objetivo

Según el objetivo la investigación será de tipo aplicada, debido a que se plantea un determinado problema, siendo las grandes cantidades de bagazo de caña que se producen tanto industrial como artesanalmente y su inadecuada disposición final. Mediante esta investigación se busca consolidar el conocimiento adquirido a lo largo de la carrera, solucionando una problemática y enriqueciendo el desarrollo científico.

3.2. Diseño de investigación

Se plantearon dos variables para cada diseño experimental, siendo la concentración de NaOH (variable A) y la temperatura (variable B) para la extracción de celulosa; mientras que, para la precipitación de lignina se estudió la concentración del H₂SO₄ (variable A) y el tiempo de ebullición (variable B). Cada variable se trabajó con dos repeticiones, dando un total de 12 experimentos para cada diseño experimental, los cuales ayudarán a la identificación de la interacción entre las variables y cómo estas afectan en el rendimiento de obtención de los biopolímeros. A continuación, se muestra de manera general el diseño experimental a emplear.

Tabla 3-1: Diseño experimental de la investigación

Variable B	Variable A			Obtención de resultados
	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3	
Nivel 1	R1	R1	R1	% de rendimiento
	R2	R2	R2	
Nivel 2	R1	R1	R1	
	R2	R2	R2	

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.2.1. Identificación de variables

Tabla 3-2: Identificación de variables para la celulosa y lignina

	Variables independientes	Variable dependiente
Celulosa	- Concentración del reactivo	- Rendimiento
	- Temperatura	- Pureza
Lignina	- Tiempo de reacción	- Composición química
		- Morfología

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.3. Planteamiento de hipótesis

3.3.1. Hipótesis general

Se logrará sintetizar fibras de carbono a partir del bagazo de caña de azúcar.

3.3.2. Hipótesis específicas

- Se podrá obtener buenos rendimientos de extracción de celulosa y lignina a partir del BCA mediante procesos fisicoquímicos
- La celulosa y lignina serán precursores idóneos para la síntesis de fibras de carbono utilizando la técnica de *electrospinning*.
- Las fibras de carbono obtenidas a partir del BCA podrán presentar buenas propiedades mecánicas y de conductividad eléctrica.

3.4. Matriz de consistencia

Tabla 3-3: Matriz de consistencia

PROBLEMA	OBJETIVOS	HIPOTESIS	VARIABLES	
GENERAL				
¿Es factible sintetizar fibras de carbono a partir de celulosa y lignina extraída de bagazo de caña de azúcar?	Sintetizar fibras de carbono a partir del bagazo de caña de azúcar (<i>Saccharum officinarum</i>).	Se logrará sintetizar fibras de carbono a partir del bagazo de caña de azúcar	Independiente: <ul style="list-style-type: none"> - Concentración del reactivo - Temperatura reacción - Tiempo de reacción - Voltaje, concentración de la solución polimérica, distancia entre la aguja y el colector, diámetro de la aguja, etapas de estabilización carbonización para las fibras de carbono Dependiente: <ul style="list-style-type: none"> - Rendimiento de celulosa y lignina - Fibras de carbono 	
ESPECÍFICOS				
¿Cuáles serían los parámetros más importantes en la obtención de celulosa y lignina para lograr buenos rendimientos de extracción?	Emplear la celulosa y lignina extraída como precursores para la síntesis de fibras de carbono mediante la técnica de <i>electrospinning</i> .	Se podrá obtener buenos rendimientos de extracción de celulosa y lignina a partir del bagazo de caña de azúcar mediante procesos fisicoquímicos.		
¿Cuál será la técnica de hilado adecuada que		La celulosa y lignina son precursores idóneos para la		

<p>permita el uso de celulosa y lignina como polímeros naturales?</p>		<p>síntesis de fibras de carbono utilizando la técnica de <i>electrospinning</i>.</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Pureza - Composición química de los materiales obtenidos - Morfología de los materiales obtenidos
<p>¿Cuáles serían las técnicas de caracterización a utilizar para la identificación de fibras de carbono?</p>	<p>Caracterizar los polímeros naturales y las fibras de carbono mediante técnicas instrumentales como microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).</p>	<p>Las técnicas instrumentales SEM, EDS y FTIR son las técnicas de caracterización adecuadas para identificar las fibras de carbono obtenidas.</p>	
<p>¿Se pueden determinar las propiedades de estas fibras de carbono mediante pruebas de resistencia y de conductividad?</p>	<p>Determinar las propiedades físicas que poseen las fibras de carbono obtenidas mediante pruebas de resistencia mecánica y de conductividad.</p>	<p>Las fibras de carbono obtenidas a partir del BCA podrán presentar buenas propiedades mecánicas y de conductividad eléctrica.</p>	

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.5. Operacionalización de variables

Tabla 3-4: Operacionalización de las variables

	Variable	Conceptualización	Dimensión	Categoría	Indicadores	Métodos/Técnicas/Instrumentos
Variable independiente	Bagazo de caña de azúcar	Residuo que contiene una cantidad apreciable de celulosa, hemicelulosa y lignina.	Polímero natural	Celulosa	% rendimiento	Aplicación de la ecuación para determinar rendimiento
				Lignina	% rendimiento	Aplicación de la ecuación para determinar rendimiento
	Tiempo de reacción	Magnitud que determina el periodo de duración de la reacción química	Tiempo	Minutos	Lectura del instrumento de medida.	Cronometraje / cronómetro
	Temperatura	Medida de calor que se aplicará a la materia prima en cada tratamiento	Temperatura de reacción	Escalas de temperatura	°C	Térmico / ebullición /Termómetro
	Concentración de soluciones	Relación que permite conocer la proporción entre soluto y disolvente	Soluciones químicas preparadas	Sol. de NaOH	% p/v	Gravimétrico/Encerado de la balanza/Balanza analítica
				Sol. de NaClO	% v/v	Volumetría/Preparación de soluciones/Pipetas graduadas
				Sol. H ₂ SO ₄	% v/v	Volumetría/Preparación de soluciones/Pipetas graduadas

Variable dependiente	Concentración de solución en suspensión	Relación que permite conocer la cantidad del polímero sintético y natural en el disolvente usado	Polímeros sintético : natural	PVA : lignina PVA : celulosa	% v/v	Volumetría/Preparación de soluciones/Pipetas graduadas
	Temperatura de estabilización	Se prefiere una rampa de calentamiento más baja de 0,05 a 5 °C por min en la condición de estabilización para lograr la oxidación completa de la estera fibrosa.	Bajas temperaturas	Escalas de temperatura	°C	Térmico / Estabilización / Horno convencional
	Temperatura de carbonización	La carbonización es el paso final, aquí los átomos de carbono se grafitizan a una temperatura que oscila entre 600 y 1500 °C en una atmósfera inerte	Altas temperaturas	Escalas de temperatura	°C	Térmico / Carbonización / Horno de gas inerte

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.6. Localización del estudio

Esta investigación tendrá lugar en Ecuador, específicamente en la provincia de Chimborazo, en la ciudad de Riobamba, en los laboratorios de la Facultad de Ciencias, de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, la cual se encuentra ubicada en la Panamericana Sur Km 11/2 vía a la costa y en la provincia de Imbabura, en el cantón San Miguel de Urcuquí, en el departamento de física de la Universidad Yachay Tech, ubicada en la hacienda San José. Las muestras de bagazo de caña de azúcar serán recolectadas de la Av., 8 de Julio, cerca de la gasolinera PDV (Jorge Calderón) de la ciudad de Riobamba.

3.7. Población de estudio

La población de estudio corresponderá al bagazo de caña de azúcar, aproximadamente se recolectará 2 kg de materia prima, que son desechados por los comerciantes en la ubicación mencionada en el punto anterior.

3.8. Tamaño de la muestra

Del bagazo de caña crudo se tomó un valor aproximado de 750 g con características relativamente homogéneas, los cuales van ser pretratados para posteriormente pasar por un proceso de molienda y tamizaje. Tras este primer proceso, el bagazo molido será distribuido de acuerdo a los niveles de cada tratamiento del experimento. Para comenzar la parte experimental se tomarán de 120 g totales de la materia prima.

3.9. Técnica de recolección de datos

La técnica de recolección de datos que se va a utilizar para la investigación será a partir de las lecturas en los equipos utilizados para el análisis de parámetros como pH, concentraciones, temperaturas y pesos. Los datos registrados serán ingresados a una hoja Excel para su posterior análisis.

3.9.1. *Métodos de extracción, síntesis y tratamientos térmicos*

3.9.1.1. *Bagazo de caña de azúcar (BCA)*

El bagazo de caña de azúcar paso por una etapa de pretratamiento, el cual consistió en lavar con agua destilada para eliminar polvo y tierra de estas, luego se agregó 2 L de agua destilada y se sometió a un proceso de calentamiento a 80 °C por 3 h para eliminar toda la materia volátil del BCA, seguidamente se pasó a secar a 90 °C por 20 h en una estufa universal UF260 marca Memmert. Una vez seco el BCA se tritura en un molino tipo Willye con una malla N° 20 y se tamiza a un tamaño de partícula de 425 µm y 850 µm.

3.9.1.2. *Extracción de celulosa*

Para la extracción de la celulosa a partir del BCA se aplica un tratamiento alcalino, para ello se parte de 10 g de BCA en polvo y se hace reaccionar por 2 h con una solución de NaOH al 1% y 7%, en proporción 1:10 (25 mL de solución alcalina por cada gramo de BCA) a temperaturas de 60 °C, 40 °C y 20 °C (temperatura ambiente), todo esto de acuerdo con las variables establecidas en el diseño experimental. Una vez terminado el tiempo de reacción, la solución se hace pasar por un filtro de tela para separar la parte sólida y separar el licor negro resultante. Al residuo sólido de color marrón que queda en el filtro se le realiza una serie de lavados con abundante agua destilada hasta que esta llegar a un pH neutro. Para la etapa de blanqueamiento se hace reaccionar la celulosa con 250 mL de una solución de NaClO al 1% a 90 °C por 1 h bajo continua agitación (repetir 2 veces). La celulosa blanqueada se filtra en un papel filtro (previamente pesado) y se lava con abundante agua destilada caliente hasta alcanzar un pH de 7. La celulosa se secó a 50 °C por 24 h, finalmente cada muestra se almacenó en un recipiente estéril. En la ilustración 2-1 se muestra el diagrama de flujo del procedimiento.

El rendimiento de celulosa extraída se calcula utilizando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ rendimiento} = \frac{\text{peso celulosa (g)}}{\text{peso bagazo de caña (g)}} \times 100$$

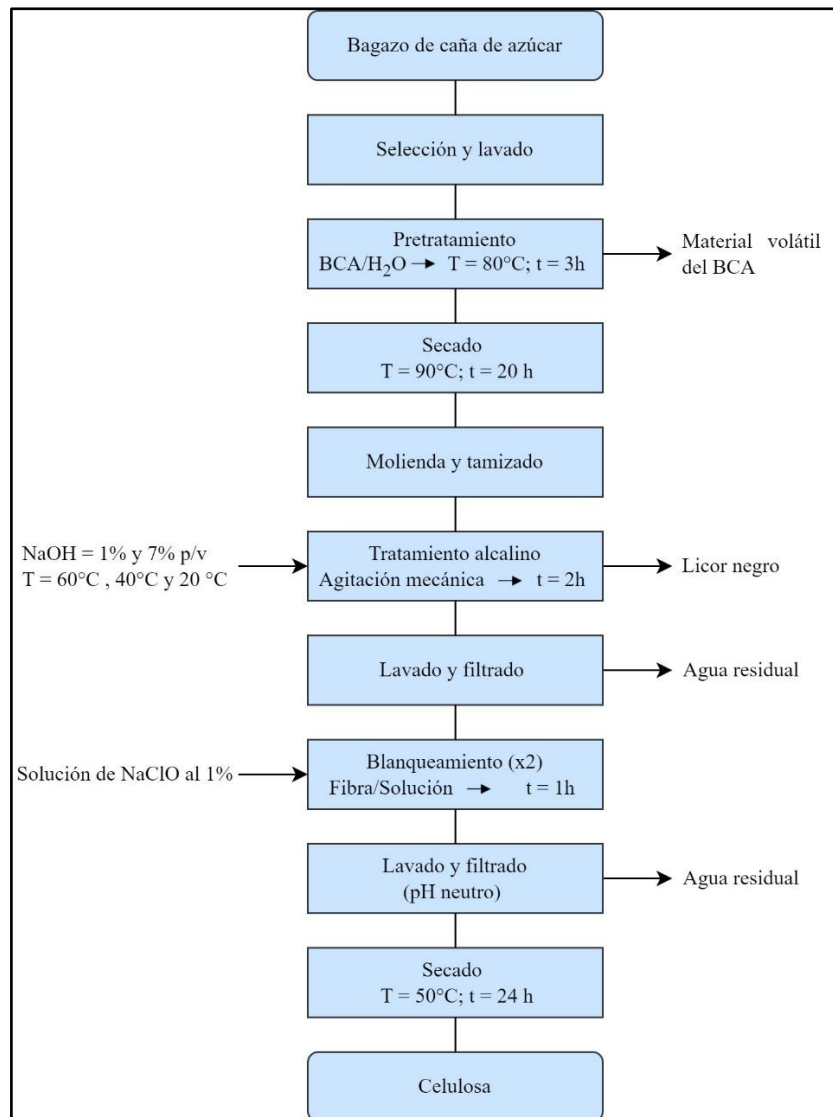


Ilustración 3-1: Diagrama de flujo para la extracción de celulosa a partir de BCA

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.9.1.3. Nanocelulosa

Para la obtención de nanocelulosa partimos de la celulosa blanqueada resultante de la reacción con NaOH al 7% a 60 °C, esta pasta de celulosa obtenida fue colocada en un beaker con 100 mL de agua destilada para mantenerla hidratada y luego almacenada a temperatura ambiente. La muestra que contiene la celulosa se colocó en un equipo de sonicación de alta intensidad (de la marca SONICS vibra-cell™) por 1 h en baño de hielo, a una amplitud del 40% y 250 Hz de frecuencia, luego la suspensión resultante se llevó a centrifugar a 3000 rpm por 10 minutos, para separar el líquido sobrenadante (este proceso se repite 2 veces). Finalmente, la nanocelulosa

resultante se almacena bajo refrigeración en un recipiente estéril y se sella para evitar su contaminación. A continuación, se presenta el diagrama de flujo del procedimiento.

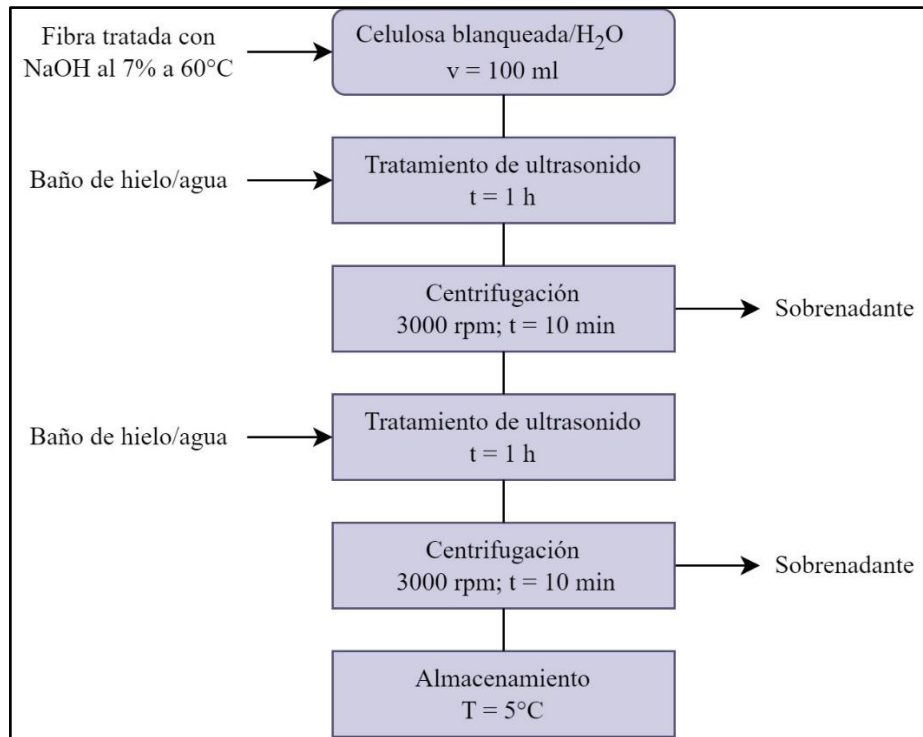


Ilustración 3-2: Diagrama de flujo para la obtención de nanocelulosa por ultrasonicación.

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.9.1.4. Lignina

Para extraer la lignina se parte del licor negro resultante del tratamiento alcalino del BCA. Se miden 100 mL de este y se agregan a un vaso de 600 mL, luego se añade gradualmente 25 mL de H₂SO₄ al 65% y 72%, de acuerdo con las variables planteadas en el diseño experimental y se mantiene en agitación constante sin calor por 90 min. Una vez terminado el tiempo, se añade gradualmente agua destilada hasta llegar a una dilución del 15% y se deja ebulir por 60 min, 120 min y 180 min, manteniendo el volumen constante, dando como resultado 12 experimentos. Terminado el tiempo de reacción se deja enfriar y precipitar toda la lignina al fondo del vaso, para luego ser filtrada en una bomba al vacío, con un papel filtro previamente pesado y se lava con abundante agua. Finalmente, las muestras son llevadas a una estufa y se deja secar por 30 min a 50 °C. El rendimiento de lignina se calcula utilizando la siguiente ecuación:

$$(\% p/v) = \frac{\text{peso lignina seca (g)}}{\text{Volumen licor negro (ml)}} \times 100$$

A continuación, se presenta el diagrama de flujo del procedimiento.

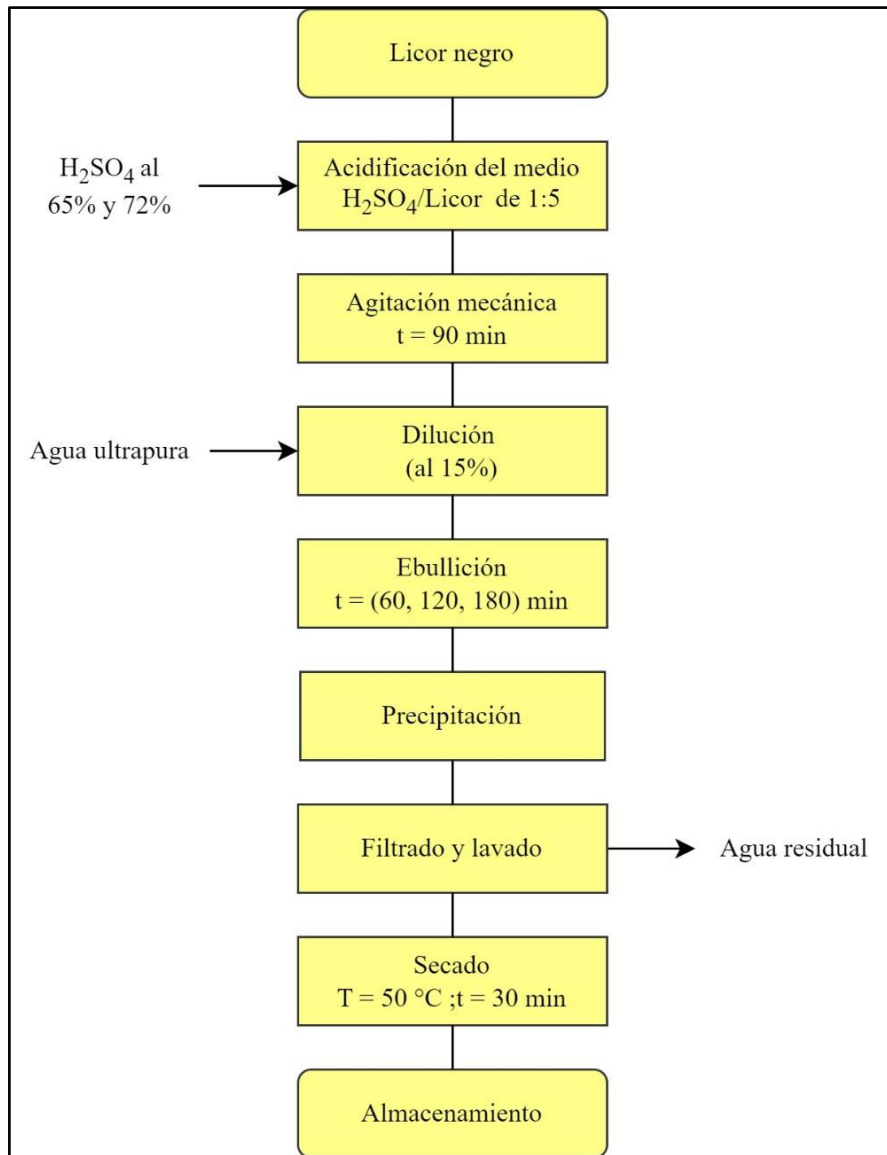


Ilustración 3-3: Diagrama de flujo para la precipitación de lignina a partir de licor negro

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.9.1.5. Síntesis de fibras de carbono

Para obtener las fibras electrohiladas se partió de una solución precursora (combinación de polímeros naturales y sintéticos), a la cual se le aplica un voltaje y en consecuencia se forma la fibra en el recolector, para posteriormente ser estabilizada. Finalmente, se pasa por un proceso de carbonización, resultando en la obtención de un material carbonoso.

- *Síntesis de solución polimérica de PVA*

El alcohol polivinílico utilizado es de la marca SIGMA-ALDRICH, con un peso molecular promedio de 130000 g/mol, 99+% hidrolizado. Se preparó una solución de PVA con una concentración al 10% p/v, para ello se pesa 10 g de PVA y se le agrega 100 mL de agua destilada para luego ser llevada a agitación constante y calor en una plancha calefactora a 75 °C por 4 h, hasta obtener una solución homogénea libre de grumos. Es importante disolver todo el PVA presente, caso contrario la concentración final no será la deseada.

- *Síntesis de solución polimérica de lignina/PVA*

Para preparar la solución polimérica de lignina/PVA se pesan 2,5 g de lignina y se disuelven en 25 mL de NaOH 0,25M mediante agitación constante hasta alcanzar una solución homogénea con una concentración del 10%. Por último, se mezcla la solución de lignina al 10% y el PVA al 10% en una relación 1:1, posteriormente la mezcla se llevó a en una plancha calefactora a temperatura baja y se mantuvo en constante agitación durante 30 minutos. La solución resultante se trasvasa a un recipiente estéril y se conserva herméticamente sellado a una temperatura de 19 °C. Además, se dejó reposar la solución por 5 días.

- *Síntesis de solución polimérica de nanocelulosa /PVA*

La suspensión de nanocelulosa obtenida contiene por cada mL, 0,0197 g de material seco. Partiendo de este dato se tomaron de 30 mL de nanocelulosa (2%) en suspensión, que va a ser distribuida en diferentes proporciones. Se colocaron 10 mL de PVA al 10% en tres vasos de 50 mL, a los cuales se le añadió nanocelulosa en las siguientes proporciones 0,5:1, 1:1 y 1,5:1 para la nanocelulosa:PVA, respectivamente. Las soluciones se estuvieron bajo constante agitación por 30 minutos hasta obtener una solución homogénea. Finalmente se trasvasa a un recipiente estéril y se conserva herméticamente sellado a una temperatura de 19 °C. Las soluciones poliméricas se dejan reposar por 5 días.

- *Electrospinning de fibras de lignina/PVA y nanocelulosa/PVA*

Para la formación de las fibras se usó un equipo de *electrospinning* de marca Spraybase® (Ilustración 2-5), el cual se encuentra en el laboratorio de biología de la Escuela de Ciencias Biológicas e Ingeniería de la Universidad Yachay Tech. Antes del uso del equipo es muy importante tomar en cuenta todos los parámetros del *electrospinning*. En el caso para la solución

de lignina/PVA se empieza cargando 3 mL de esta en una jeringa de 10 mL y se usa la aguja 20G (0,9). Se probando diferentes parámetros, donde se observaron mejores resultados a distancia de 10 cm, un flujo de 0,080 mL/h y un voltaje de 6,61 kV a 19 °C por 45 min. Para la solución de nanocelulosa/PVA se carga 3 mL de esta en una jeringa de 10 mL, se usa la aguja 20G (0,9) a una distancia de 10-18 cm con un flujo de 0,020-0,080 mL/h y un voltaje de 8-12 kV a 19 °C por un tiempo de 45 minutos. En primera instancia las fibras electrohiladas se recogieron en un beaker sobre una lámina de aluminio fijada al colector de placa hasta estabilizar el flujo. Una vez encontrados los parámetros adecuados para hilar las fibras se recogieron en un crisol (rectangular) de cerámica de alúmina de alta temperatura de la marca Scicalife. Es importante mencionar que estos parámetros pueden variar dependiendo del entorno y por las condiciones ambientales.

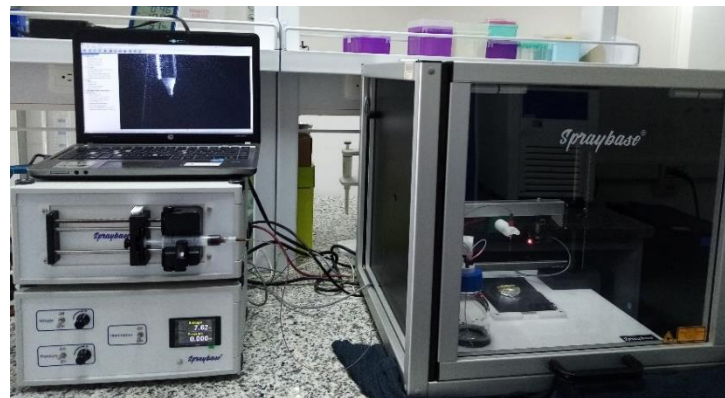


Ilustración 3-4: Equipo de *electrospinning* de la Universidad Yachay Tech

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

- *Estabilización térmica*

Después de haber sido electrohiladas las fibras de lignina/PVA pasan a un proceso de estabilización térmica, para lo cual se ocupó un horno mufla MF 8/1100 de marca BOECO (Ilustración 2-5), mismo que se encuentra en el laboratorio de física de la Escuela de Ciencias Físicas y Nanotecnología de la Universidad Yachay Tech. Las muestras fueron llevadas a una temperatura de 225 °C por 30 minutos con una rampa de calentamiento de 1°C/min.



Ilustración 3-5: Horno mufla

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

- *Carbonización*

Las muestras fueron carbonizadas a una temperatura de 850 °C por 15 minutos con una rampa de calentamiento de 10 °C/min en una atmósfera inerte de Argón. Para la carbonización se utilizó un horno tubular OTF-1200X, mismo que usa reactive annealing treatment (RAT) (Ilustración 2-6), el cual se encuentra en el laboratorio de física de la Escuela de Ciencias Físicas y Nanotecnología de la Universidad Yachay Tech.

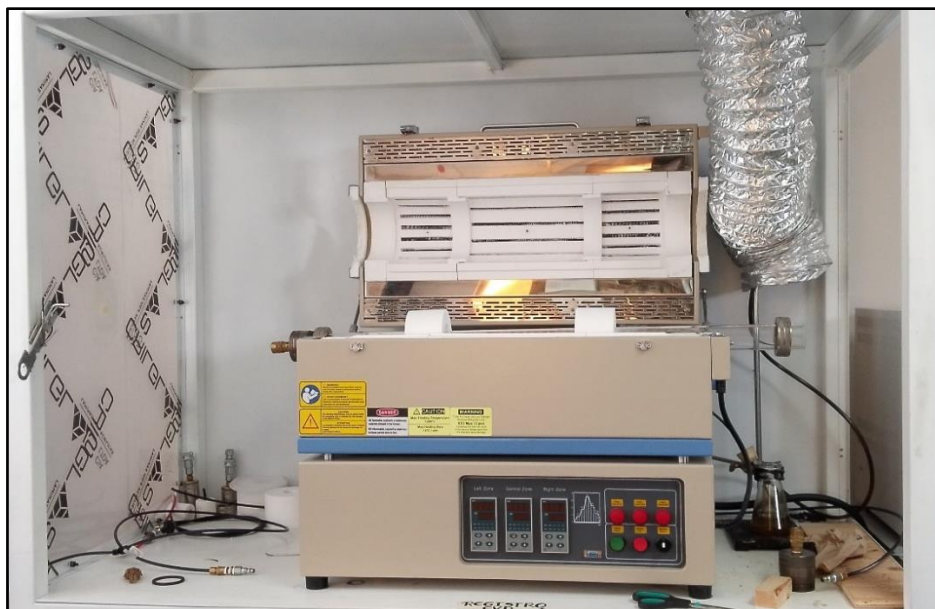


Ilustración 3-6: Horno tubular de la Universidad Yachay Tech

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

A continuación, se muestra el diagrama de flujo, donde se resume cada etapa del proceso hasta llegar a la síntesis de la fibra de carbono.

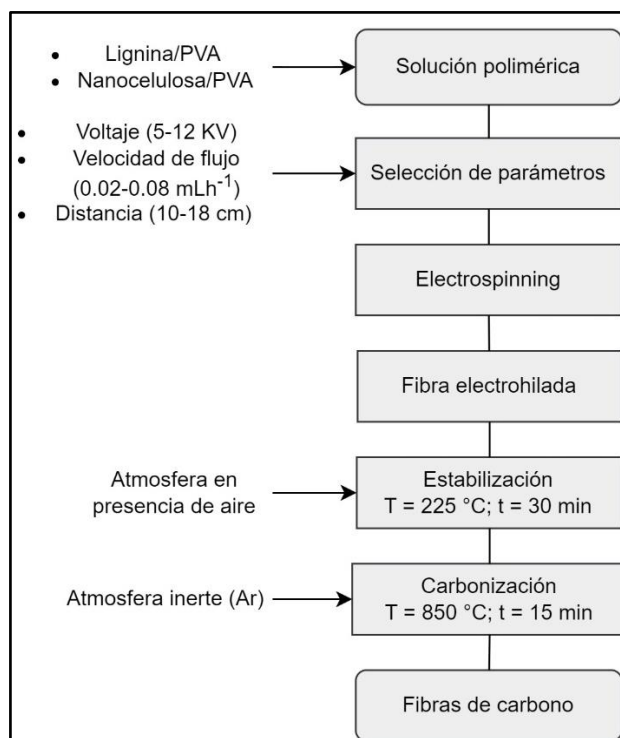


Ilustración 3-7: Diagrama de flujo para la síntesis de fibras de carbono

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.9.2. Métodos de caracterización

Las técnicas analíticas SEM y FTIR se utilizaron para determinar los cambios que sufre la morfología y estructura química de las muestras, posteriormente se realizó un análisis por EDS para corroborar los elementos presentes. Los datos arrojados por el análisis FTIR fueron tratados con software “OriginLab” y “Spectragryph” para generar espectros IR con mayor claridad y de mejor entendimiento para su respectivo análisis. La edición y medición en las micrografías obtenidas del SEM fueron tratadas con el software “ImageJ”, para visualizar datos relevantes en las micrografías y a su vez conocer los diámetros de las muestras en cada etapa del proceso.

3.9.2.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Las muestras obtenidas se caracterizaron en un espectrofotómetro infrarrojo marca JASCO, modelo FT/IR-4100, el cual trabaja con un rango espectral de 4000-550 cm^{-1} , que se encuentra en la Facultad de Ciencias de la ESPOCH en el laboratorio de Instrumental. Las ligninas y

celulosas obtenidas de los diferentes tratamientos, y la nanocelulosa se analizaron en este equipo a temperatura ambiente.

Para la caracterización de las fibras electrohiladas de lignina/PVA, las fibras termoestabilizadas y las fibras carbonizadas, se usó el espectrofotómetro Cary 630 FTIR de la marca Agilent, el cual trabaja con un voltaje de funcionamiento de 110 V, y su rango espectral va de 7000 a 350 cm^{-1} , mismo que se encuentra en el departamento de Biología de la Universidad Yachay Tech. Las muestras se analizaron a una temperatura de 19 °C. Finalmente, se obtuvieron los respectivos datos de longitud de onda (cm^{-1}) y transmitancia (%) de cada muestra.

3.9.2.2. SEM y EDS

La caracterización de las muestras obtenidas se efectuó en un microscopio electrónico de barrido JEOL SEM JSM-IT100 ubicado en la facultad de mecánica de la ESPOCH. El análisis SEM-EDS se realizó en simultaneo dentro del mismo equipo, debido a que ambas técnicas se encuentran acopladas. Los materiales se colocaron en un porta objetos metálico de forma circular, posteriormente las muestras no conductoras se metalizaron antes de ser introducidas en el equipo, a excepción de las fibras de carbono.

3.9.2.3. Conductividad eléctrica

Para medir la conductividad eléctrica de la fibra de carbono, esta fue recortada a una determinada dimensión, así se obtuvo una fibra rectangular con una base (l) de 2,5 mm y una altura (b) de 2,2 mm. Para determinar los valores con mayor precisión se utilizó un calibrador digital (pie de rey). Se armó un circuito simple en un protoboard, que contaba principalmente de cables conectores, una resistencia, foco LED, pinzas de cocodrilo y un multímetro, donde se le hizo modificaciones para que la fibra de carbono forme parte del circuito. En primera instancia se hizo circular la corriente eléctrica por el circuito para corroborar la correcta conexión de sus componentes, para posteriormente trabajar con la fibra de carbono como parte del circuito. Es importante mencionar que el circuito trabajo con 2 voltios (V) para ambos casos.

Las fórmulas para calcular el valor de la conductividad de la fibra de carbono se presentan a continuación.

Tabla 3-5: Ecuaciones

$Req = \rho \frac{l}{A}$	$\sigma = \frac{1}{\rho}$
Donde:	Donde:
R : resistencia eléctrica (Ω)	σ : conductividad eléctrica (S/cm)
ρ : coeficiente de resistividad (Ω m)	ρ : resistividad (Ω m)
l : longitud de la fibra (m)	
A : Área de la fibra (m^2)	

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

3.10. Análisis estadístico

Para el estudio de distintos proyectos de investigación existen diferentes diseños experimentales, los cuales van de acuerdo con las variables estudiadas y sus respectivos niveles. Teniendo en cuenta las variables presentadas en nuestro proyecto de investigación se utilizará el análisis de la Varianza (ANOVA) que nos va ayudar a comparar las varianzas entre las medias (o el promedio) de los diferentes grupos.

Tabla 3-6: Datos generales para realizar la tabla ANOVA

Fuente de Variación (FV)	Suma de Cuadrados (SC)	Grados de Libertad (GL)	Cuadrado Medio (CM)	F ₀	Valor p
Efecto A	SC _A	a - 1	CM _A = SC _A / a - 1	CM _A /CM _E	P(F > F ₀ ^A)
Efecto B	SC _B	b - 1	CM _B = SC _B / b - 1	CM _B /CM _E	P(F > F ₀ ^B)
Efecto AB	SC _{AB}	(a - 1)(b - 1)	CM _{AB} = SC _{AB} / (a - 1)(b - 1)	CM _{AB} /CM _E	P(F > F ₀ ^{AB})
Error	SC _E	ab(n - 1)	CM _E = SC _E / ab(n - 1)		
Total	SC _T	abn - 1			

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Extracción de celulosa

Se desarrolló un procedimiento para extraer la celulosa, el cual consistió en someter al BCA en polvo a un tratamiento alcalino a diferentes concentraciones de NaOH y temperaturas de extracción (Tabla 3-1), con el fin de determinar las condiciones en donde se obtenga mejores resultados de rendimiento.

Tabla 4-1: Variables utilizadas para la extracción de celulosa

VARIABLES		NIVELES	
Concentraciones de NaOH	1%	7%	
VARIABLES		NIVELES	
Temperatura de extracción	20°C	40°C	60°C

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

A continuación, se muestra los resultados de rendimiento de celulosa obtenidos en el proceso de extracción a partir del BCA.

Tabla 4-2: Resultados del rendimiento de celulosa extraída. Primera repetición (R1)

Experimentos	Variables		Peso (g)	Resultado	
	NaOH (%)	Temperatura (°C)	BCA en polvo	Celulosa Extraída	Rendimiento (%)
C1	1	20	10,0788	4,6240	47,88
C2	1	40	10,0036	4,7347	47,33
C3	1	60	10,0707	3,0840	30,62
C4	7	20	10,0077	3,8779	38,65
C5	7	40	10,0216	3,3702	33,63
C6	7	60	10,0943	3,1314	31,02

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Tabla 4-3: Resultados del rendimiento de celulosa extraída. Segunda repetición (R2)

Experimentos	Variables		Peso (g)		Resultado
	NaOH (%)	Temperatura (°C)	BCA en polvo	Celulosa Extraída	Rendimiento (%)
MC1	1	20	10,0054	4,2573	41,55
MC2	1	40	10,0169	4,1862	41,79
MC3	1	60	10,0012	3,5944	35,94
MC4	7	20	10,0027	3,1933	31,92
MC5	7	40	10,0005	3,8392	38,39
MC6	7	60	10,0008	3,4811	34,81

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

El rendimiento de celulosa corresponde al contenido de celulosa residual después de aplicar el tratamiento alcalino con NaOH y el tratamiento de blanqueo con NaClO, con lo que se da la eliminación de restos de lignina, hemicelulosa y otros carbohidratos que se encuentren presentes.

De acuerdo con los resultados que nos arrojó el cálculo del rendimiento de celulosa extraída, al aumentar la concentración y temperatura el rendimiento de extracción disminuye. La muestra que arrojó el rendimiento más alto fue el experimento C1 con un valor del 47,88%, la cual se trabajó a una concentración de NaOH 1% a 20 °C; mientras que el rendimiento más bajo corresponde al experimento C6 con un valor de 31,02% aplicando una concentración de NaOH 7% a 60 °C. Dicho porcentaje de rendimiento bajo se atribuye a una mayor eliminación tanto de lignina como de hemicelulosa.

4.2. Extracción de lignina

Para la extracción de la lignina se partió del licor negro, se usó H₂SO₄, a diferentes concentraciones, y en diferentes tiempos de reacción según las variables definidas en el diseño experimental (Tabla 3-4).

Tabla 4-4: Variables usadas para la precipitación de lignina

VARIABLES	NIVELES	
Concentración de H ₂ SO ₄	72%	65%
VARIABLES	NIVELES	

Tiempo de ebullición	1 h	2 h	3 h
----------------------	-----	-----	-----

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

A continuación, se muestran los resultados experimentales que se obtuvieron durante la precipitación de lignina a partir del licor negro (LN).

Tabla 4-5: Resultados experimentales de la precipitación de lignina. Primera repetición (R1)

Muestra	Licor negro			[H ₂ SO ₄] (%)	Tiempo de ebullición (h)	Lignina (g)	Rendimiento (%)
	V _i (ml)	PH inicial	pH final				
L1	100	11,98	3,66	65	1	1,73	1,73
L2	100	11,98	2,39	65	2	1,90	1,90
L3	100	11,98	2,64	65	3	1,85	1,85
L4	100	11,98	3,11	72	1	1,56	1,56
L5	100	11,98	2,22	72	2	1,58	1,58
L6	100	11,98	2,51	72	3	1,76	1,76

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Tabla 4-6: Resultados experimentales de la precipitación de lignina. Segunda repetición (R2)

Muestra	Licor negro			[H ₂ SO ₄] (%)	Tiempo de ebullición (h)	Lignina (g)	Rendimiento (%)
	V _i (ml)	PH inicial	pH final				
M1	100	12,13	2,29	65	1	1,76	1,76
M2	100	12,13	2,18	65	2	1,84	1,84
M3	100	12,13	2,19	65	3	1,94	1,94
M4	100	12,13	2,31	72	1	1,75	1,75
M5	100	12,13	2,72	72	2	2,10	2,10
M6	100	12,13	2,77	72	3	1,87	1,87

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

El licor negro utilizado para precipitar a la lignina proviene de la cocción del BCA tratado con una concentración de NaOH al 7% y una temperatura de ebullición de 60 °C. El rendimiento de las muestras de lignina es parecido, debido a que las variables aplicadas para su precipitación no influyen significativamente. No obstante, cabe recalcar que se obtuvo un biopolímero a partir de un líquido residual con potenciales aplicaciones.

4.3. Análisis estadístico

Para determinar el efecto que tiene, tanto la variación de la concentración de NaOH como la temperatura para la extracción de celulosa y en consecuencia para establecer su rendimiento porcentual, se empleó el análisis de varianza ANOVA. De igual forma se aplicó el test estadístico ANOVA para determinar el efecto que tiene la variación en la concentración de H₂SO₄ y el tiempo de ebullición para precipitar la lignina y determinar su porcentaje de rendimiento.

Este test nos ayudara en el estudio del efecto de los factores (cada uno con dos niveles) sobre la media que adquiere la variable respuesta. El análisis de datos se lo realizó en Excel, donde cada valor que conforma la tabla ANOVA se realizó paso a paso mediante las fórmulas de la hoja de cálculo. Para corroborar dichos valores se recurrió a la herramienta de análisis de varianza de dos factores con varias muestras por grupo, con un nivel de significancia (alfa) de 0,05 para ambos casos (obtención de celulosa y lignina).

En este modelo para obtención de celulosa y lignina (a = 2, b = 3 y n = 2 réplicas), se plantearon las correspondientes hipótesis nula (H₀) e hipótesis alternativa (H₁) para ambos casos, así se tiene el siguiente modelo de supuestos:

$$H_0: A_1 = A_2$$

H₁: Al menos un nivel de tratamiento A es diferente del otro

$$H_0: B_1 = B_2 = B_3$$

H₁: Al menos un nivel de tratamiento B es diferente de otro

$$H_0: A_1B_1 = A_1B_2 = A_1B_3 = A_2B_1 = A_2B_2 = A_2B_3$$

H₁: Al menos una combinación de niveles de tratamiento AB es diferente de otra

Para la verificación de estas hipótesis se comparó el nivel de significancia (α) con el valor de la probabilidad (p), teniendo así que:

Si $p < \alpha$, se rechaza H₀ y se acepta H₁

Si $p > \alpha$, se acepta H₀ y se rechaza H₁

De igual forma para verificar las hipótesis se comparó el valor para F (F₀) con el valor crítico para F en tablas (F), teniendo así que:

Si $F_0 \geq F$, se rechaza H_0 y se acepta H_1

Si $F_0 \leq F$, se acepta H_0 y se rechaza H_1

A continuación, se presentan los resultados de la tabla ANOVA obtenidos para cada caso:

4.3.1. Rendimiento de la extracción de celulosa

Tabla 4-7: Porcentaje de rendimiento de celulosa de R_1 y R_2

A: Concentración NaOH	B: Temperatura		
	20 °C	40 °C	60 °C
1%	47,88	47,33	30,62
	41,55	41,79	35,94
7%	38,75	33,63	31,02
	31,92	38,39	34,81

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Tabla 4-8: Análisis de varianza del rendimiento de extracción de celulosa del bagazo de caña

Análisis de varianza (ANOVA)						
Factor variable (FV)	Suma de cuadrados (SC)	Grados de libertad (GL)	Promedio de los cuadrados (CM)	F_0	Probabilidad (p)	Valor crítico para F
A: Concentración de NaOH	111,569008	1	111,569008	7,32667026	0,035256557	5,987
B: Temperatura	132,95735	2	66,478675	4,36561495	0,067567326	5,143
AB	49,6511167	2	24,8255583	1,63027961	0,271983219	5,143
Error	91,36675	6	15,2277917			
Total	385,544225	11				

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Análisis

Para la concentración de NaOH se tiene que:

$$p < \alpha \quad ; \quad F_0 \geq F$$

es decir:

$$0,03 < 0,05 \quad ; \quad 7,32 \geq 5,98$$

Para la temperatura de extracción se tiene que:

$$p > \alpha \quad ; \quad F_0 \leq F$$

es decir:

$$0,06 > 0,05 \quad ; \quad 4,36 \leq 5,14$$

Para la interacción entre la concentración de NaOH y la temperatura de extracción se tiene que:

$$p > \alpha \quad ; \quad F_0 \leq F$$

es decir:

$$0,27 > 0,05 \quad ; \quad 1,63 \leq 5,14$$

Para la variable A se rechaza la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_1), por lo tanto, si existe un efecto significativo sobre la variable respuesta, es decir que la concentración de NaOH si influyen en el rendimiento de extracción de celulosa, siendo a concentraciones bajas las de mejor rendimiento. Para la variable B se acepta H_0 y se rechaza H_1 , por lo tanto, no existe un efecto significativo sobre la variable respuesta, es decir que la variación de la temperatura no influye en el rendimiento, siendo a temperatura ambiente la que tiene mejor rendimiento de extracción. Además, se evidencia una disminución progresiva en el rendimiento al ir aumentando la temperatura, siendo a 60 °C donde se evidencia el porcentaje más bajo de celulosa obtenida, esto debido a que el aumento de las condiciones de temperatura para su extracción ocasiona la degradación de la celulosa, no obstante, las altas temperaturas permiten una mayor eliminación tanto de lignina como de hemicelulosa. Con respecto a la interacción de AB no existe diferencias significativas, es decir la interacción de las variables no va a influir en el rendimiento de extracción.

4.3.2. Análisis estadístico de la extracción de lignina

Tabla 4-9: Porcentaje de rendimiento de lignina de R1 y R2

A: Concentración H ₂ SO ₄	B: Tiempo ebullición		
	1h	2h	3h
65%	1,73	1,90	1,85
	1,76	1,84	1,94
72%	1,56	1,58	1,76
	1,75	2,10	1,87

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Tabla 4-10: Análisis de varianza del rendimiento de extracción de lignina a partir del licor negro

Análisis de varianza (ANOVA)						
Factor variable (FV)	Suma de cuadrados (SC)	Grados de libertad (GL)	Promedio de los cuadrados (CM)	F ₀	Probabilidad (p)	Valor crítico para F
A: Concentración de H ₂ SO ₄	0,01333333	1	0,01333333	0,48309179	0,51302865	5,987
B: Tiempo ebullición	0,06406667	2	0,03203333	1,16062802	0,37487553	5,143
AB	0,00206667	2	0,00103333	0,03743961	0,96347579	5,143
Error	0,1656	6	0,0276			
Total	0,24506667	11				

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Análisis

Para la concentración de H₂SO₄ se tiene que:

$$p > \alpha \quad ; \quad F_0 \leq F$$

es decir:

$$0,51 > 0,05 \quad ; \quad 0,48 \leq 5,98$$

Para el tiempo de ebullición se tiene que:

$$p > \alpha \quad ; \quad F_0 \leq F$$

es decir:

$$0,37 > 0,05 \quad ; \quad 1,16 \leq 5,14$$

Para la interacción entre la concentración de H₂SO₄ y el tiempo de ebullición se tiene que:

$$p > \alpha \quad ; \quad F_0 \leq F$$

es decir:

$$0,96 > 0,05 \quad ; \quad 0,037 \leq 5,14$$

El análisis de varianza (ANOVA) dio como resultado que, para los tratamientos A, B y la interacción entre dichas variables, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre los tratamientos aplicados y sus respectivos niveles. Se supone que no generan un gran efecto o tal diferencia sobre la variable respuesta (precipitación de lignina). Por lo tanto, no existe tal evidencia para rechazar la hipótesis nula, aceptando H₀ y se rechazando H₁. Se evidencia que no hay diferencia significativa entre los valores de rendimiento de lignina obtenidos, no obstante, cabe resaltar que se obtuvo un “mayor rendimiento” a una concentración del 72% durante un tiempo de ebullición de 2 h, sin embargo, a la misma concentración, pero con un tiempo menor de ebullición se obtuvo el rendimiento más bajo.

4.4. Caracterización de las muestras

4.4.1. Caracterización por espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR)

4.4.1.1. Bagazo de caña

En el análisis FTIR, el espectro del BCA molido se muestra en la Ilustración 3-1, donde se observa que las diferentes bandas de absorción no se encuentran bien definidas, no obstante, se puede identificar los picos fundamentales del material lignocelulósico.

La presencia de picos en la región de 3400 a 3300 cm^{-1} se le puede atribuir a las bandas de absorción características de los grupos OH (alcohólico) del polisacárido y OH (fenólicos) de la lignina; mientras que en el rango de 3025 a 2770 cm^{-1} corresponde a vibraciones de grupos CH_2 y CH_3 presentes en la celulosa y hemicelulosa (Bermello et al., 2008, pág. 108). Por tanto, el pico en 3328 cm^{-1} se lo puede relacionar al estiramiento del enlace $-\text{OH}$ de la celulosa y hemicelulosa (Jirón, Rodríguez y Bernal 2022, pág. 172) de igual forma la banda de absorción en 2935 cm^{-1} se debe al estiramiento C-H de los grupos alifáticos (Gea et al., 2020, pág. 7) en la celulosa, hemicelulosa y lignina.

El pico presente en 1724 cm^{-1} se atribuye a la vibración de estiramiento C=O de los grupos éster acetil y urónico, de la pectina, la hemicelulosa o el enlace éster del grupo carboxílico de los ácidos ferúlico y p-cumárico de la lignina. Por otra parte, la banda encontrada alrededor de los 1600 cm^{-1} se asocia a la vibración de estiramiento simétrico C=C dentro del plano del anillo aromático (guayacilo y siringilo) (Yue et al., 2015, pág. 359) presente en la lignina. El pico ubicado en 1241 cm^{-1} es causado por la vibración de estiramiento C-O fuera del plano del grupo arilo de la lignina.

El pico de vibración detectado a 1369 cm^{-1} se le atribuye a la vibración de flexión de los enlaces C-H y C-O en los anillos aromáticos de los polisacáridos; a este pico también se le puede atribuir las formas anoméricas α y β del polisacárido (Bermello et al., 2008, pág. 109). La vibración de estiramiento del anillo C-C corresponde a la banda $\sim 1157 \text{ cm}^{-1}$ procedente del componente polisacárido. Además, la señal intensa en 1033 cm^{-1} se puede deber a la vibración de estiramiento asimétrico C-O-C (enlace éter glucosídico) en el anillo de piranosa y al estiramiento simétrico C-OH de un alcohol primario (Mandal y Chakrabarty, 2011, pág. 1293-1294) en el esqueleto celulósico.

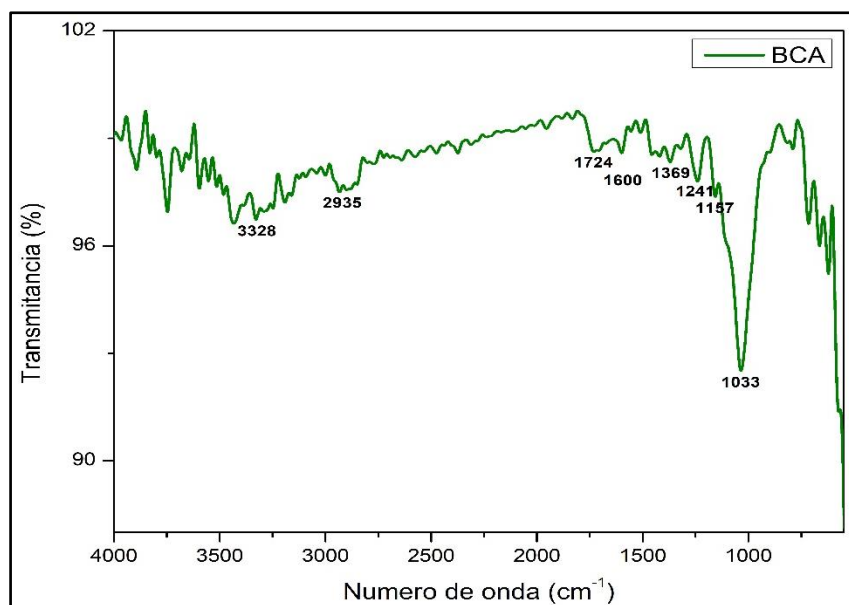


Ilustración 4-1: Espectro IR del bagazo de caña molido

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

4.4.1.2. Celulosa

En la Ilustración 3-2 se presentan los resultados de la espectroscopia IR de los diferentes tratamientos alcalinos que sufrió el BCA. Danto al final un total de 6 muestras extraídas. Cada muestra se denominó como C1, C2, C3, C4, C5 y C6.

En los espectros se pueden apreciar en todas las muestras bandas de absorción de alta intensidad que van desde 3332 a 3359 cm^{-1} , las cuales corresponden a las vibraciones de estiramiento O-H del grupo hidroxilo unidos por puentes de hidrógeno (Teng et al., 2021, pág. 2570; Hossain et al., 2022, pág. 4).

Las bandas de absorción de baja intensidad de 2877 a 2892 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de estiramiento C-H que cuentan con hibridación sp^3 constituyentes a la celulosa, las cuales están presentes en todas las muestras. Además, presentaron bandas de absorción de baja intensidad de 1627 a 1650 cm^{-1} correspondientes a las vibraciones de flexión del grupo O-H perteneciente al agua absorbida, debido a la interacción entre la celulosa y el agua (Teng et al., 2021, pág. 2570; Muñoz, 2022, pág. 60-61).

En las muestras C3 y C4, se registró una banda de absorción de muy baja intensidad a 1531 cm^{-1} , correspondiente a las vibraciones de los grupos C=C presentes en el anillo aromático de lignina (Hossain et al., 2022, pág. 4), lo que nos da a entender que no se pudo eliminar por completo este compuesto de las muestras. Según el reporte de (Bangbola et al., 2020, pág. 6) las bandas de

absorción a $1745\text{-}1734\text{ cm}^{-1}$ no se registraron en el espectro de todas la muestras, lo que significa la ausencia del grupo (C=O) característico de hemicelulosa y lignina, por lo que se cree que el tratamiento alcalino de hidrólisis y blanqueamiento aplicado influyeron en la eliminación por completo del grupo carbonilo.

Las bandas de absorción con una alta intensidad a 1029 y 1033 cm^{-1} indican las vibraciones de flexión del grupo C-O-C del anillo β -glucopiranososa que conforman la glucosa (Salem y Ismail, 2022, pág. 309; Muñoz 2022, pág. 60-61).

Por otro lado, las bandas de absorción que aparecen a 1322 y 1326 cm^{-1} se debe a la flexión O-H. También se encontraron en todas las muestras bandas de absorción de baja intensidad desde 1415 a 1427 cm^{-1} , las cuales se atribuye a las vibraciones de flexión de los grupos CH_2 de la celulosa (Hossain et al., 2022, pág. 4).

A pesar de ciertas diferencias entre cada una de las 6 muestras debido a las distintas variables aplicadas al tratamiento alcalino, el análisis de FTIR ha demostrado que la estructura química de la celulosa no cambia y se encuentra presente en las muestras.

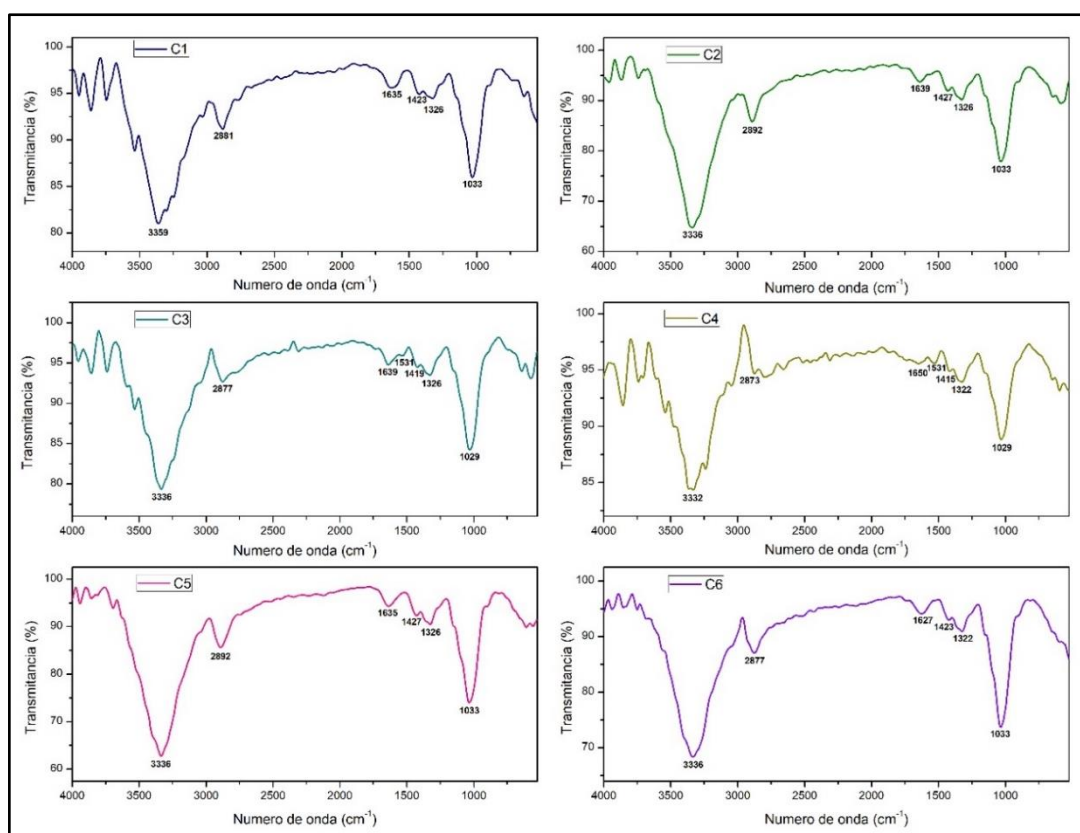


Ilustración 4-2: Espectros IR de las 6 muestras obtenidas de celulosa

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

4.4.1.3. Nanocelulosa

El espectro IR de la nanocelulosa presenta gran similitud con el espectro de la celulosa del experimento C6 tras el tratamiento alcalino, el gran parecido se debe a que se analiza la misma muestra, pero con una menor dimensión. No obstante, existe una diferencia notable en la intensidad del pico que se encuentra en 3328 cm^{-1} , correspondiente a la vibración de estiramiento del enlace de hidrógeno del grupo O-H característicos de la celulosa (Jirón, Rodríguez y Bernal 2022, pág. 172), mientras que el pico situado en 1018 cm^{-1} mantiene una intensidad parecida al experimento C6 (precursor), esta banda corresponde al estiramiento simétrico C-OH de un alcohol primario (Gea et al. 2020, pág. 7).

El espectro muestra una banda característica en 2900 cm^{-1} correspondiente a la vibración de estiramiento del enlace -CH de los grupos metilo (-CH₃) y metileno (-CH₂). El pico detectado en torno a 1639 cm^{-1} se le atribuye a la flexión H-O-H del agua adsorbida. La banda ubicada en 1423 cm^{-1} corresponde a la vibración de flexión H-CH y O-CH (grupo metileno) (Gea et al., 2020, pág. 7), además, dicha banda está asociada a la parte cristalina de la muestra. El pico de vibración detectado a 1322 cm^{-1} se relaciona con la vibración de flexión de los enlaces C-H y C-O en los anillos aromáticos del polisacárido (Attia et al. 2019, pág. 149). El análisis FTIR indica que la estructura química principal de la celulosa no se ve afectada al reducir el tamaño de su partícula tras el tratamiento mecánico.

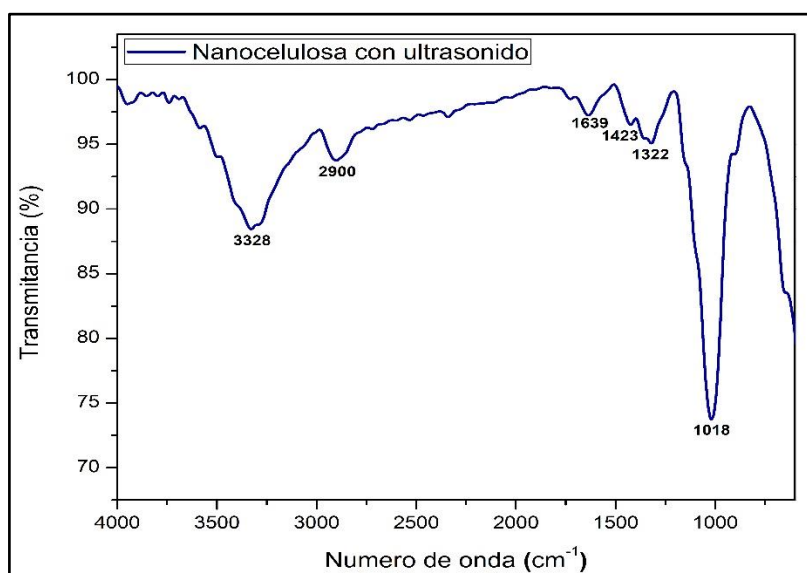


Ilustración 4-3: Espectro IR de la nanocelulosa

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

4.4.1.4. Lignina

La Ilustración 4-2 presenta los resultados de la espectroscopia IR de la lignina precipitada. Dando al final un total de 6 muestras. Cada muestra se denominó como L1, L2, L3, L4, L5 y L6.

Las bandas de absorción que se ubican en el rango de 3100 y 3500 cm^{-1} se debe a la vibración de los enlaces O-H que corresponden a los grupos fenólicos y alifáticos los cuales están presentes en todas las muestras de lignina. Las bandas de enlace C-H simétrico y el estiramiento asimétrico de los grupos $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$ y grupos metóxilo causan picos con una intensidad media que están ubicados en la región que van desde 2884 a 2942 cm^{-1} respectivamente (Bagh y Ray, 2022, pág. 5). El estiramiento del grupo carbonilo no conjugado de la lignina se asigna a las bandas de baja intensidad que van desde 1633 a 1700 cm^{-1} , esto se puede observar en los espectros de las muestras L2, L3, L4, L5 y L6, mientras que en la muestra L1 la banda desaparece casi por completo. Las bandas relativamente intensas en 1508 y 1596 cm^{-1} que están presentes en todas las muestras de lignina pertenecen a las vibraciones de los enlaces del grupo fenilo presentes en las estructuras aromáticas de la lignina. Mientras que las bandas de 1419, 1423 y 1457 cm^{-1} que se observan en los espectros de las muestras hacen referencia a la flexión asimétrica de C-H en los grupos $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_3$ y la deformación de C-H aromático (Bagh y Ray, 2022, pág. 5-6).

Las bandas situadas en 1326, 1226 y 833 cm^{-1} indican la presencia de unidades estructurales de los anillos siringilo y guayacilo (Mohtar et al., 2015, pág. 12-13). Las vibraciones que se ubican en 1326 cm^{-1} corresponden a los grupos C-O en el anillo siringilo, En el caso para el anillo guayacilo, las bandas de absorción fueron 1226 cm^{-1} (Bagh y Ray 2022, pág. 5-6). Además, se encontraron bandas de alta intensidad de 1114 y 1118 cm^{-1} debido a la vibración de estiramiento del grupo éter en el anillo guayacilo a excepción de la muestra L4, ya que la banda de absorción disminuye drásticamente (Ahuja et al., 2017, pág. 407). La banda de absorción relacionada con las vibraciones de deformaciones en enlaces C-H en los anillos aromáticos y los enlaces C-O referente a los alcoholes primarios de lignina se encuentran alrededor de 1037 cm^{-1} (Lee et al., 2015, pág. 1061). Por otro lado, en la región de huellas dactilares, las bandas de absorción de baja intensidad ubicadas en 640, 644 y 647 cm^{-1} pertenecen a la deformación esquelética de los anillos aromáticos, los grupos sustituidos en los enlaces C-S, eso debido al uso de H_2SO_4 en el proceso de precipitación y las cadenas laterales (Asoka y Peramune, 2018, pág. 13; Bagh y Ray, 2022, pág. 5-6).

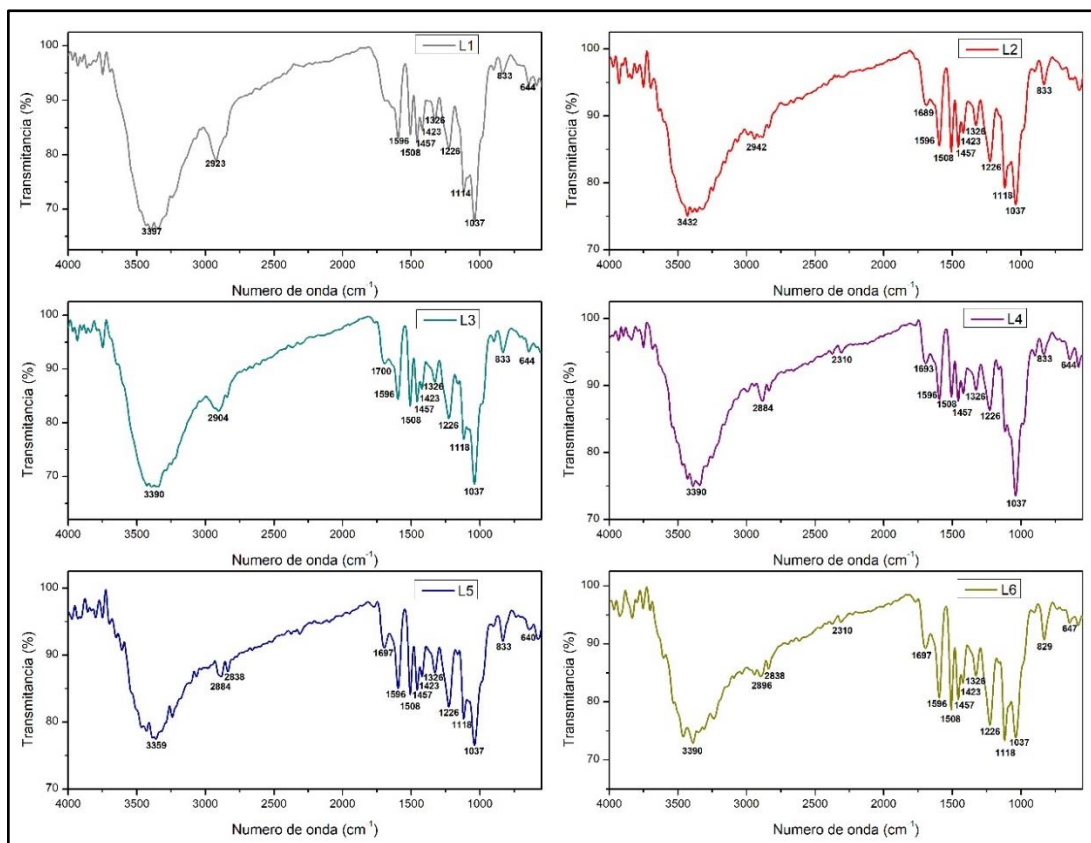


Ilustración 4-4: Espectros IR de las 6 muestras obtenidas de lignina

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

4.4.1.5. Fibras de lignina/PVA

La Ilustración 4-5 muestran los espectros FTIR de las fibras sintetizadas en cada etapa del proceso. A medida que se les aplica el tratamiento térmico a las fibras, las bandas características del material van disminuyendo su intensidad, así tenemos los picos en 3283 y 3326 cm^{-1} que se le atribuye a la vibración de estiramiento del O-H, presente en la fibra electrohilada y estabilizada, respectivamente; mientras que en la fibra carbonizada dicha banda ha desaparecido por completo. La absorción O-H de la fibra de lignina/PVA se desplazó a 3326 cm^{-1} debido a la formación de enlaces de hidrógeno relativamente fuertes entre los grupos hidroxilo del PVA y la lignina (Harahap et al., 2023, pág. 4-5).

El pico OH identifica la naturaleza hidrofílica del grupo hidroxilo en la estructura fenólica de la lignina. Se puede inferir que la intensidad de esta banda en la fibra de carbono se redujo totalmente debido a la vaporización del contenido de humedad durante el proceso de carbonización. Por otra parte, la banda de absorción alrededor de 2915 y 2936 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento del enlace C-H de los grupos metilo y metileno presentes en la

lignina (Attia et al., 2019, pág. 149). De igual forma este pico es menos intenso en la fibra estabilizada y desaparece en la fibra de carbono.

Los principales picos característicos de la lignina pueden asignarse a las frecuencias de 1508-1590 cm^{-1} atribuido a las vibraciones de estiramiento C-C de los anillos aromáticos, la señal en 1419 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de estiramiento del CH de los hidrocarburos aromáticos del anillo (Attia et al. 2019, pág. 149) y las señales asignadas a 1325-1322 cm^{-1} y 1233-1215 cm^{-1} son atribuidas a los enlaces de estiramiento C-O originado por las unidades siringilo y guayacilo, respectivamente (Meza 2018, pág. 62). La vibración de estiramiento C-O del grupo acetilo presente en la estructura del alcohol polivinílico (PVA) se le puede atribuir a los picos alrededor de 1089 y 1087 cm^{-1} en la fibra electrohilada y estabilizada, respectivamente (Attia et al., 2019, pág. 150).

Por otra parte, las bandas encontradas en 1046 y 1036 cm^{-1} presentan una intensidad relativamente alta, posiblemente debido a la ruptura de los enlaces β -éter, dando como resultado el alcohol correspondiente en la cadena alifática presente en el anillo aromático (Meza 2018, pág. 61) La intensidad de esta banda es menor en la fibra estabilizada, posiblemente debido a la degradación de los grupos hidroxilo durante la etapa de termoestabilización mientras se daban las reacciones de oxidación en presencia de aire. El pico alrededor de 833 cm^{-1} corresponde a la vibración del enlace C-H fuera del plano en las posiciones 2 y 6 del anillo aromático en la unidad guayacilo (Pérez et al., 2011, pág. 173). Dichas bandas características de la lignina encontradas en las fibras electrohiladas confirman la interacción entre la lignina y el PVA.

A medida que el PVA se convierte en gas durante la carbonización, este actúa como un polímero de sacrificio dentro del estructura de lignina (Svinterikos et al., 2020, pág. 13885), por lo tanto, la lignina es el componente carbonizante de las FC, mientras que el PVA solo actuó como agente asistido para el electrohilado (Zhao et al., 2018, pág. 7643).

Después de finalizar de la etapa de carbonización la estructura química de las fibras cambió significativamente, observando la desaparición los picos presentes en etapas anteriores y en consecuencia la eliminación de los grupos funcionales, quedando fibras de carbono grafitizadas (Li et al., 2017, pág. 46). Este resultado indicaba que una temperatura de pirolisis elevada contribuye a la mejora constante del grado de carbonización (Zhao et al. 2018, pág. 7642).

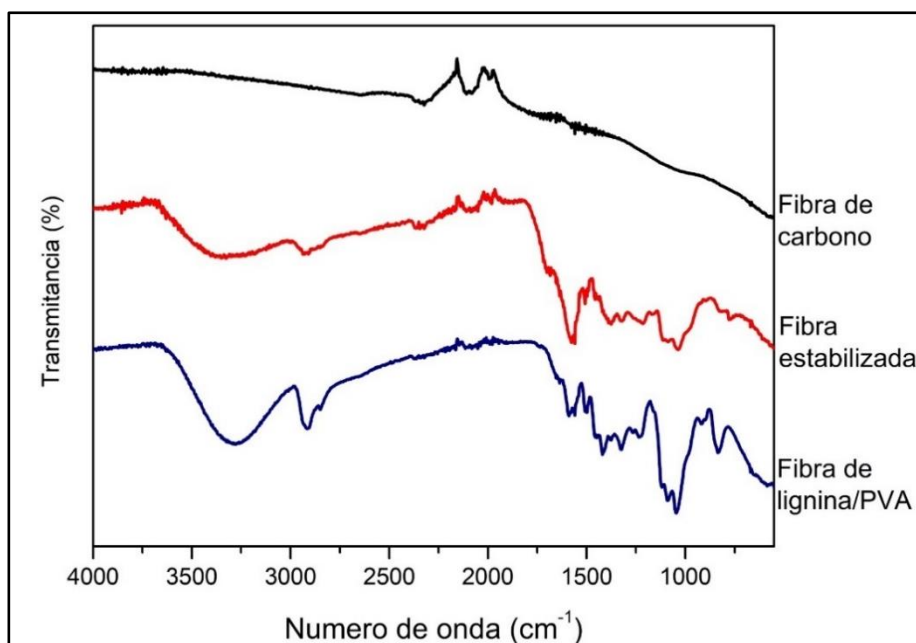


Ilustración 4-5: Espectros FTIR de las fibras de lignina/PVA: fibra electrohilada, fibra estabilizada y fibra de carbono

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

4.4.1.6. Fibras de nanocelulosa/PVA

Debido a la gran disponibilidad de la celulosa en la naturaleza y por su “fácil” proceso de extracción a partir de materiales lignocelulosicos es un biopolímero prometedor para ser utilizado en la síntesis de fibras electrohiladas, sin embargo, la celulosa está limitado por su incapacidad para disolverse en solventes comunes debido a los fuertes enlaces de hidrógeno intramoleculares (Kumar y Sinha, 2018, pág. 7).

Es por ello que se optó por reducir el tamaño de la celulosa a una escala nanométrica utilizado como solvente agua, para posteriormente ser incorporada en una solución polimérica con buenas características para electrohilar. A la simple vista la solución de nanocelulosa/PVA presentaba una correcta homogeneidad, sin embargo, la nanoceulosa no pudo acoplarse adecuadamente a la solución de PVA. Se probaron diferentes proporciones de nanocelulosa : PVA, sin embargo, no se pudo llevar a cabo el electrohilado debido a la alta cristalinidad de las propias nanofibras de celulosa y la extensa red de enlaces de hidrógeno presentes en la misma (Choi et al., 2021, pág. 2), en consecuencia, las fibras no se formaron.

Para disolver la celulosa se puede utilizar dimetilsulfóxido/paraformaldehído y dióxido de azufre, sin embargo, estos disolventes no son adecuados para aplicaciones de *electrospinning*, debido a que durante el proceso los disolventes se evaporan, es por ello que utilizan derivados

de celulosa basados en éteres y ésteres para el *electrospinning*, aunque comprometiendo la capacidad de la celulosa de degradación retardada y la estabilidad estructural (Kumar y Sinha, 2018, pág. 7).

Solventes como el óxido de N-metilmorfolina (NMMO)/H₂O, o líquidos iónicos, poseen baja volatilidad y no se evaporan completamente entre la punta de la aguja y el colector. Los solventes antes nombrados son solventes no acuosos para la celulosa (Miranda 2021, pág. 32). El trabajo presentado por Miranda (2021, pág. 32) propone una solución acuosa para disolver por completo la celulosa, dicha solución está compuesta de 7% en peso de NaOH / 12% en peso de urea preenfriado a -12 °C, la celulosa disuelta se mezcló con PVA obteniendo una solución polimérica que se puede electrohilar.

4.4.2. Caracterización morfológica por microscopia electrónica de barrido (SEM)

4.4.2.1. Propiedades morfológicas del BCA y sus polímeros extraídos

La Ilustración 3-6 muestra las micrográficas de la materia prima, así como de sus biopolímeros aislados. El polvo de BCA (sin tratar) se presenta en forma de láminas, dando a notar la ausencia de porosidad en las paredes de la misma (Velázquez et al., 2022, pág. 47). También se puede ver ciertas deformaciones en la superficie del material, sin embargo, se aprecia que a nivel general la estructura del polvo de BCA es relativamente homogénea.

Tras el tratamiento alcalino, el bagazo se descompuso inicialmente en celulosa y licor negro. La celulosa con proporciones macrométricas paso por un proceso de sonicación de alta intensidad reduciendo su tamaño y dejando sus partículas en suspensión. En la micrografía de la nanocelulosa, se aprecia fibras individuales que se adhieren entre sí. Probablemente esto se deba a la eliminación de hemicelulosa, lignina y pectina durante el tratamiento alcalino.

La nanocelulosa presentó fragmentos con una anchura que va desde los 0,5 µm hasta los 45 µm, dichos fragmentos presentan una apariencia similar a cristales (en forma de varilla en algunos casos), lo que demuestra que la estructura intrafibrilar se descompuso en células individuales con una anchura de escala nano y micro (Attia et al., 2019, págs. 150-151). Además, los nanocristales de celulosa (NCC) presentan una superficie relativamente irregular, los cuales se observan de manera dispersa debido al tratamiento ultrasónico. El diámetro de ciertos nanocristales (en forma de varilla) tienen un rango aproximado de 500 nm, colocando al biopolímero en una escala nanométrica.

La lignina aislada tiene una superficie heterogénea, en ciertas zonas se observa superficies planas, mientras que en otras se aprecian superficies rugosas, parecidas a escamas; aparentemente no presenta poros en las mismas. En la síntesis de muestras de lignina intervinieron diferentes etapas, lo que dio lugar a diferentes morfologías de superficie, además se observa aberturas en forma de grietas muy notables en su superficie. Sin embargo, al aumentar la magnitud a x330 (Ilustración 4-6 b) se aprecia una superficie irregular con relieves pronunciados. En ambas micrografías se pueden observar fibras, se presumen que son provenientes del papel filtro donde se secó la lignina recién precipitada.

La lignina aislada en esta investigación presenta gran similitud con las ligninas extraídas en (Gea et al. 2020, pág. 5), por tanto, se comprueba que el material extraído del licor negro es lignina. Según el estudio mencionado anteriormente, los autores indicaron que hubo ligeros poros en la superficie del experimento denominado “lignina_NaOH6%”, afirmando que la presencia de poros mejora la dispersión de la lignina con otros polímeros, ya que promueven la penetración del polímero en las moléculas de lignina.

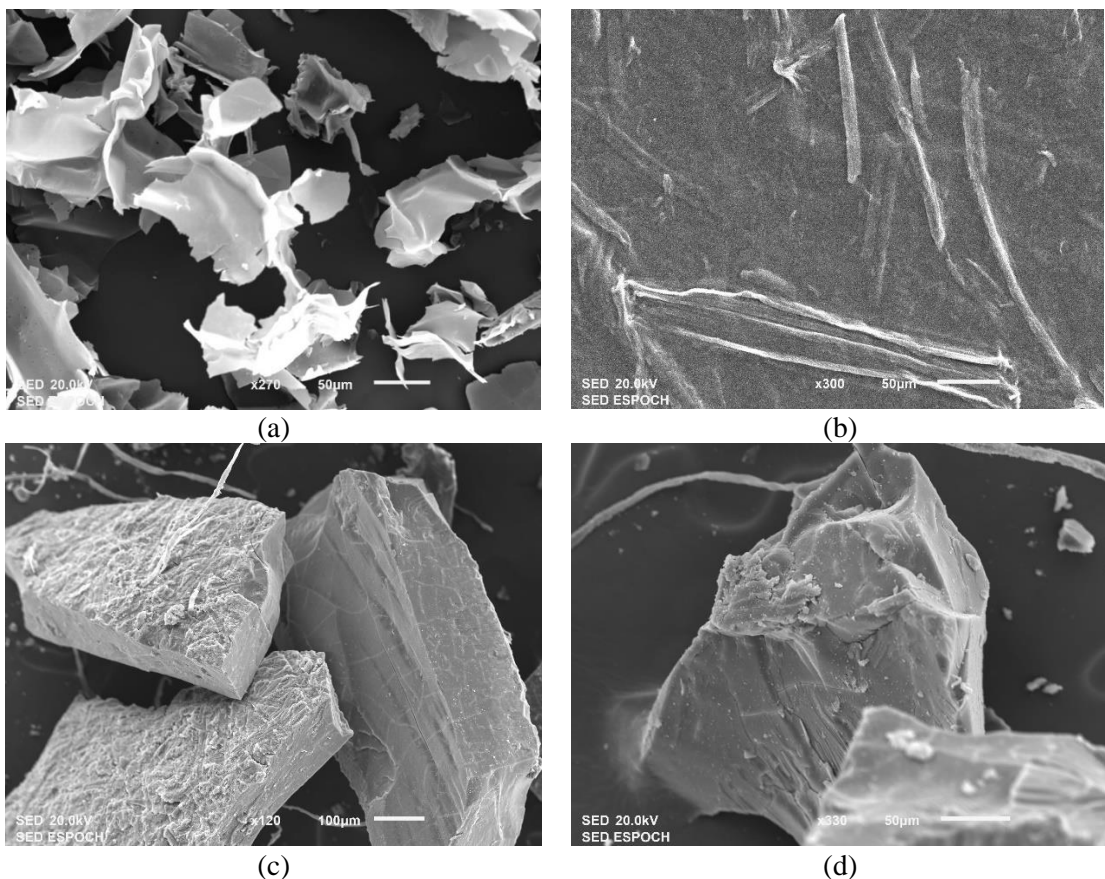


Ilustración 4-6: Micrografía SEM de: (a) polvo de BCA sin tratar, (b) nanofibra de celulosa, (c,d) lignina extraída

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Los cambios que ha presentado el BCA en su morfología al pasar por los diferentes tratamientos de deslignificación para extraer sus biopolímeros y el efecto que estos tienen en el rompimiento de los grupos funcionales presentes en su estructura lignocelulósica, demostraron la degradación de su matriz polimérica.

4.4.2.2. Fibras de lignina/PVA

Se estudió la morfología de las fibras durante cada etapa de su síntesis; desde el proceso de electrohilado, durante la termoestabilización y al finalizar la carbonización.

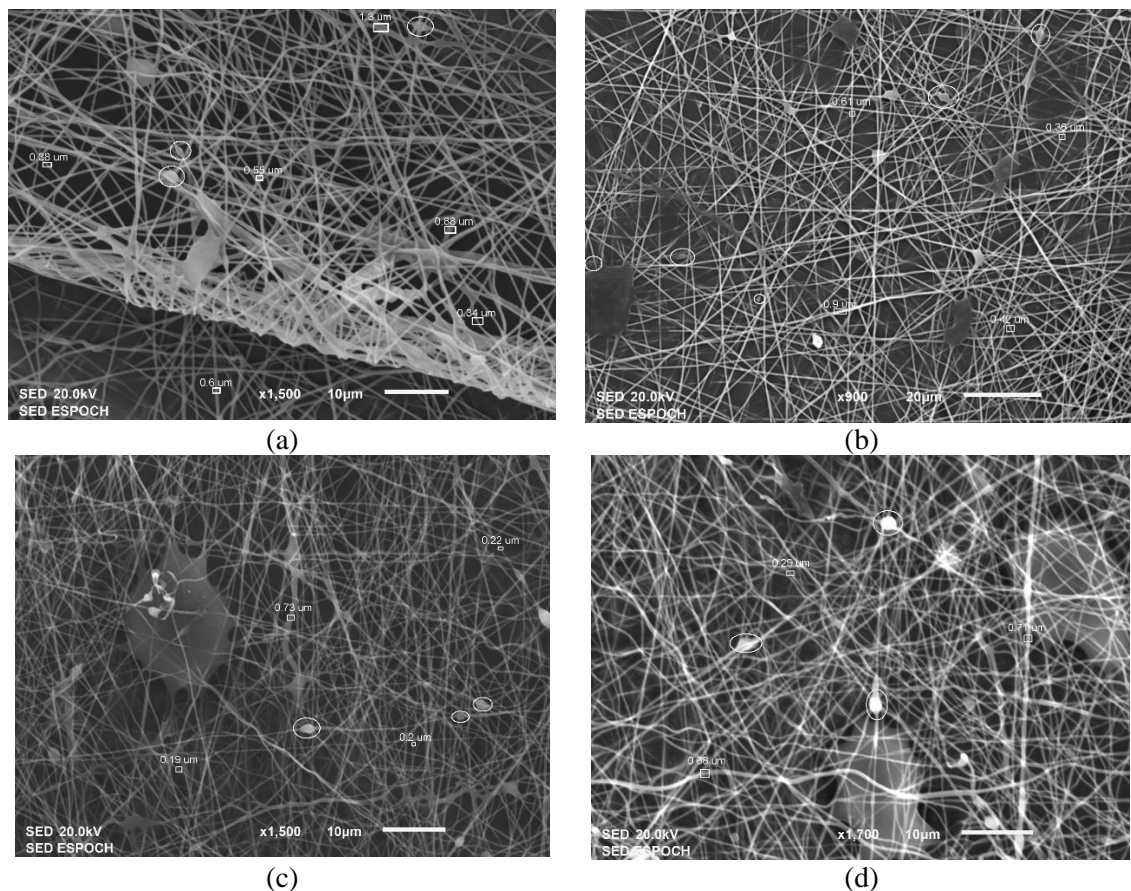


Ilustración 4-7: Micrografías SEM de cada etapa para la síntesis de fibra de carbono; (a) fibra electrohilada, (b) fibra termoestabilizada, (c, d) fibra carbonizada

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

La micrografía que se observa en la Ilustración 3-7a muestra que se formaron fibras entrelazadas, con pliegues y torceduras que se encuentran orientadas aleatoriamente, además no se observa gran cantidad de agregados o perlas en las fibras electrohiladas, lo que indica que los componentes de la solución precursora tienen una miscibilidad moderada. Se aprecia la

formación de fibras lisas con una estructura relativamente uniforme, con diámetros que van desde 0,34 μm hasta 1,32 μm .

La variación en sus diámetros se debe a los diversos factores que intervienen durante el electrohilado, por ejemplo, si la distancia de trabajo aumenta entre la punta de aguja y el colector, el chorro experimenta un largo proceso de estiramiento y el solvente tendrá tiempo suficiente para evaporarse, lo que lleva a la formación de fibras más delgadas. Cualquier incremento adicional en la distancia hasta un cierto rango no reducirá el diámetro de la fibra debido a la solidificación del chorro (Wang et al., 2022, pág. 16). También se puede utilizar un solvente de mayor volatilidad para minimizar la formación de defectos.

Otro parámetro que afecta directamente la morfología de las fibras de lignina electrohiladas es la viscosidad, que está relacionada estrechamente con la concentración de la solución polimérica. Cuando la concentración es baja, el campo eléctrico aplicado y la tensión superficial hacen que las cadenas de polímero enredadas se rompan antes de llegar al colector. A partir de estos fragmentos se forman nanofibras con perlas (Refate et al., 2023, pág. 11); mientras que, al tener una alta concentración, no se podría mantener el flujo constante en su trayectoria y por la naturaleza cohesiva de una alta viscosidad (Miranda, 2021, pág. 77).

Es importante mencionar que un alto contenido de disolvente (las moléculas se reunirán y aumentarán el efecto de la tensión superficial) dará lugar a formación de perlas. Otra forma de limitar su formación es aumentar la conductividad de la solución de lignina/PVA. Al aumentar la conductividad de la solución polimérica, se acumulan más cargas en la superficie del chorro, lo que resulta beneficioso durante el estiramiento del mismo. Tal conductividad de la solución puede mejorarse eficazmente mediante la incorporación de un electrolito (Wang et al., 2022, pág. 15). Es por ello que se puede corroborar la baja formación de perlas debido a que se utilizó una solución de NaOH para disolver la lignina, que a su vez cumple la función de electrolito fuerte mejorando la conductividad de la solución de lignina/PVA.

En general, una solución de electrohilado de alta conductividad eléctrica y baja viscosidad disminuiría el tamaño de las fibras resultantes. Sin embargo, es difícil producir fibras finas con baja viscosidad porque las gotas en la solución requieren mucha presión durante el proceso de fabricación de la fibra (Harahap et al., 2023, pág. 4).

El voltaje aplicado afecta directamente la morfología de las fibras de lignina electrohiladas porque determina la repulsión electrostática entre cargas y la interacción entre el chorro y el

campo eléctrico externo. Un voltaje aplicado más alto favorece una enorme extensión del chorro, así como una mayor orientación de las cadenas moleculares de lignina, pero ejerce un efecto mínimo sobre el diámetro de las fibras de lignina electrohiladas (Wang et al. 2022, pág. 15). Cabe mencionar que un voltaje demasiado elevado provocara la solidificación de la solución polimérica en la punta de la aguja.

La termoestabilización es clave para la síntesis de fibra de carbono basadas en lignina. Durante esta etapa se observan fibras relativamente uniformes que presenta perlas en su estructural los diámetros de las fibras tienen un rango muy variado, que van desde 0,36-0,99 μm . Estos valores sugieren que el diámetro con respecto a las fibras a iniciales ha disminuido, pero no significativamente.

Las fibras electrohiladas de lignina/PVA se termoestabilizaron en aire para aumentar la temperatura de transición vítrea de la lignina y así evitar la fusión parcial o total de las fibras (Valero et al., 2023, pág. 3). Durante este paso, los grupos funcionales que contienen oxígeno (grupos carbonilo, carboxilo, éster) se incorporan a las macromoléculas de lignina y se producen reacciones de reticulación, para mantener la forma de las fibras a temperaturas más altas. No obstante, cabe señalar que en muchos casos es deseable cierto grado de fusión entre las fibras. Las fibras interconectadas presentan mejores propiedades mecánicas, conductividad eléctrica y un mayor rendimiento en aplicaciones electroquímicas (Svinterikos et al., 2020, pág. 13881).

Después de estabilizar las fibras, se carbonizan para transformarlas en fibras carbono (Ilustración 3-7c y d). La morfología de las FC se caracteriza por una red de largos filamentos carbonosos, con cierto grado de interconexión. Además, los diámetros de las FC disminuyeron ligeramente conforme iba aumentando la temperatura. La ilustración 3-7c presenta fibras con un diámetro que van desde 0,19 μm hasta los 0,73 μm , mientras que el diámetro de las fibras en la Ilustración 3-7d está en un rango de 0,29-0,71 μm .

Durante la etapa final del proceso, las fibras se descomponen lentamente y liberan productos volátiles (H_2 , CH_4 , H_2O , CO , CO_2 , compuestos fenólicos), mientras que su estructura se transformada en carbono sp^2 . Según Svinterikos et al., (2020, pág. 13885) informa que una proporción de masa 75/25 entre lignina y PVA, el PVA se segrega espontáneamente durante el *electrospinning*, produciendo fibras precursoras con separación de microfases.

Como medio para potenciar sus propiedades mecánicas y eléctricas, se ha sugerido una morfología de hilo retorcido, que puede fabricarse después de la etapa de *electrospinning*

utilizando un conjunto de motor giratorio. La torsión de las nanofibras de carbono inducía un aumento gradual de las mecánicas y la conductividad eléctrica, pero una disminución significativa de la capacitancia específica debido a la eliminación de espacios entre las fibras (cruciales para el transporte de iones) y la disminución de la porosidad (Svinterikos et al., 2020, pág. 13885).

4.4.3. Caracterización elemental por espectroscopía de dispersión de energía (EDS)

El análisis EDS nos ayudó a corroborar la presencia de ciertos elementos de interés en las muestras, siendo principalmente el carbono presente en las fibras carbonizadas.

Tabla 4-11: Análisis elemental de las muestras obtenidas

Muestra	% atómico de cada elemento						
	%C	%O	%Na	%Cl	%Zn	%Al	%K
BCC	57,05	42,69	-	-	0,26	-	-
LLN	56,76	42,99	-	-	-	0,25	-
NC	49,31	45,75	1,07	0,70	0,19	-	-
FELN	69,10	30,10	0,59	-	0,21	-	-
FLNTE	67,95	30,44	1,39	-	0,22	-	-
FCLN	81,98	17,97	-	-	-	-	0,04

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Mediante el análisis EDS acoplado con la microscopía electrónica de barrido (SEM) se determinó la composición química elemental de la superficie de las muestras obtenidas. El bagazo de caña crudo (BCC), en primera instancia al no ser sometido a ningún tratamiento químico, mostró que tiene una cantidad moderada de carbono (57,05%), seguida de la lignina proveniente del licor negro (LLN) (56,76%), mientras que el porcentaje de oxígeno en ambas muestras no tiene una diferencia significativa. Por tanto, el carbono y oxígeno mostrados en el análisis EDS son elementos característicos que componen el material lignocelulósico.

La lignina se mezcló con PVA para mejorar las propiedades de la solución polimérica (viscosidad e hilabilidad), sin embargo, la incorporación de PVA no puede aumentar el rendimiento de carbono de la lignina (Wang et al., 2022, pág. 13). Los resultados mostraron que la fibra de carbono sintetizada (FCLN) posee la mayor cantidad de carbono (81,98%), seguida de la fibra electrohilada (FELN) (69,10%) y la fibra termoestabilizada (FLNTE) (67,95%). Esto puede deberse a la liberación de compuestos volátiles en las fibras de lignina/PVA y también

debido a la eliminación de hidrógeno y oxígeno de la lignina presente dichas fibras durante el proceso de carbonización (Attia et al., 2019, pág. 148).

El aumento del contenido de oxígeno se produce a temperaturas inferiores a 250 °C mediante reacciones de auto-oxidación que se producen en la superficie de la fibra, principalmente en forma de grupos carbonilo y carboxilo (Wang et al., 2022, pág. 16). Por tanto, el leve aumento en el contenido de oxígeno de la muestra FLNTE se debe al proceso de termoestabilización que tuvo lugar en condiciones de aire oxidativo. No obstante, durante esta etapa de estabilización existe una pérdida parcial de masa, los datos del análisis EDS se observan en el ANEXO F. El sodio presente en la fibra electrohilada y posteriormente estabilizada, se puede inferir a que son remanentes de la solución que se utilizó para disolver la lignina.

El contenido de carbono es el más elevado en la mayoría de las muestras obtenidas, seguido del contenido de oxígeno, sodio, zinc, aluminio y potasio. Sin embargo, la nanocelulosa (NC) posee un porcentaje similar de oxígeno (45,75%) y carbono (49,31%) en comparación con las otras muestras, donde el porcentaje de carbono era significativamente mayor. Además, existe la presencia de remanentes de cloro que seguramente proviene de la etapa de blanqueamiento. En general el análisis elemental detectó trazas de impurezas (Zn, Al y K) en algunas muestras, que seguramente fueron incorporadas durante su manipulación.

4.5. Determinación de propiedades físicas

4.5.1. Resistencia mecánica

Las características mecánicas de las fibras FC basadas en lignina se ven afectadas por la proporción de lignina suministrada a la solución precursora, pureza, proceso de hilado, aditivos poliméricos y el diámetro de la fibra. Siendo la pureza la que influye significativamente sobre las características mecánicas de las fibras resultantes. Las impurezas de la lignina incluyen: azufre, proteínas, carbohidratos, cenizas, sales inorgánicas, fenoles formados a partir de la misma, sales que contienen metales y agua. Estos contaminantes provocan problemas de elaboración y fibras defectuosas con propiedades mecánicas deficientes (Vinod et al. 2023, pág. 12). Los pequeños diámetros, la cantidad de las fibras electrohiladas de lignina/PVA hacen que este material de carbono tenga bajas propiedades mecánicas. Además, tras la estabilización y la posterior carbonización se redujo significativamente la masa de las fibras. En este sentido, cabe mencionar que las fibras obtenidas en este estudio tienen propiedades estructurales deficientes

debido a su fragilidad, no obstante, pueden ser tomadas en cuenta para aplicaciones como adsorción y catálisis.

El trabajo presentado por Svinterikos et al., (2020, pág. 13885) sugiere una morfología hilo retorcido que puede fabricarse después de la etapa de *electrospinning* utilizando un conjunto de motor giratorio, potenciar sus propiedades mecánicas.

4.5.2. Conductividad

- **Simulación**

Simulación LED		Simulación diferencia
1,676 V	$\xrightarrow{\text{solo LED}}$	$(2 - 1,676) \text{ V} = 0,324 \text{ V}$
Simulación FC		Simulación diferencia
1,358 V	$\xrightarrow{\hspace{1cm}}$	$(2 - 1,358) \text{ V} = 0,642 \text{ V}$

- **Experimental**

Tabla 4-12: Led

	R1	R2	R3	R4	R5	PROMEDIO
LED medido sin fibra	1,84 V	1,84 V	-	-	-	1,84 V
LED medido con fibra	1,63 V	1,63 V	1,65 V	1,62 V	1,63 V	1,632 V

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

LED-fibra		Diferencia
1,63 V	$\xrightarrow{\hspace{1cm}}$	$2 \text{ V} - 1,63 \text{ V} = 0,37 \text{ V}$

- **Conductividad**

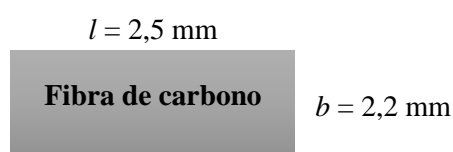


Tabla: 4-13: Datos

Datos		
Altura	$b = 2,2 \text{ mm}$	$b = 2,2 \times 10^{-3} \text{ m}$
Base	$l = 2,5 \text{ mm}$	$l = 2,5 \times 10^{-3} \text{ m}$
Área	$A = b \times l = 5,5 \text{ mm}^2$	$A = 5,5 \times 10^{-6} \text{ m}^2$
Resistencia	$R = 5,16 \text{ K}\Omega$	$R = 5160 \Omega$

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

Tabla: 4-14: Resistividad y Conductividad

	Formula	Calculo	Valor
Resistividad	$\rho = \frac{R \cdot A}{l}$	$\rho = \frac{5160 \Omega \cdot 5,5 \times 10^{-6} \text{ m}^2}{2,5 \times 10^{-3} \text{ m}}$	$\rho = 11,35 \Omega \text{ m}$
Conductividad	$\sigma = \frac{1}{\rho}$	$\sigma = \frac{1}{11,35 \Omega \text{ m}}$	$\sigma = 0,088 \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$ $\sigma = 0,00088 \text{ S/cm}$

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

A bajas temperaturas de exposición, las fibras de carbono basadas en lignina presentan una conductividad eléctrica muy baja en comparación con otros materiales carbonosos de interés comercial. Además, la aromatización de la estructura del carbono es uno de los requisitos que permite la conductividad eléctrica de los materiales a base de carbono. También es importante señalar que la microporosidad en la fibra de carbono constituye una característica valiosa para lograr una buena conductividad en este tipo de materiales (García et al., 2022, pág. 143).

El bajo valor de conductividad de las fibras de carbono (0,00088 S/cm) obtenidas en este estudio se puede deber a las estructuras desordenadas presentes en las fibras y a la parcial grafitización del material. Por tanto, se puede inferir que cuanto mayor sea la temperatura de carbonización aplicada, mayor será la conductividad eléctrica de la fibra de carbono basada en lignina. Danto como resultado una relación lineal para la conductividad eléctrica y la temperatura de preparación.

El estudio realizado por García et al. (2022, pág. 143) indica que la adición de ácido fosfórico (H_3PO_4) en la solución precursora mejora la conductividad eléctrica de la fibra de carbono a temperaturas de exposición relativamente bajas (etapa de carbonización $<700 \text{ }^\circ\text{C}$), debido a que el H_3PO_4 cataliza reacciones de deshidratación y condensación. Los resultados demostraron que la fibra carbonizada a una temperatura de 500 y 700 $^\circ\text{C}$ aumentaron su conductividad de 10^{-6} y 1 S/cm^{-1} a 7 y 115 S/cm^{-1} , respectivamente. También menciona que, a 900 $^\circ\text{C}$, las reacciones de policondensación y deshidrogenación participan en la carbonización de fibras de carbono,

permitiendo la formación de estructuras aromáticas policíclicas que aumentan la conductividad eléctrica.

De igual forma, Zhao et al. (2018, pág. 7643) demuestra el impacto positivo que tiene la temperatura de carbonización, >1000 °C, sobre las propiedades eléctricas de las fibras de lignina/PVA. El aumento de la temperatura a 1500 °C produjo nanofibras de carbono (NFC) mesoporosas, con un área superficial mucho mayor en comparación a las obtenidas a temperaturas inferiores, esto aumentó su conductividad eléctrica (502 S/cm frente a 212 S/cm para las NFC carbonizados a 1000 °C) debido a un mayor grado de grafitización.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

Se determinó el rendimiento de los polímeros principales del bagazo de caña con un rendimiento de 47,88% para la celulosa y un 2% para la lignina. Cabe mencionar que el experimento C6 presentó el valor más bajo de extracción de celulosa fue del 31,02% debido a que las condiciones aplicadas influyeron en gran medida para eliminar la mayor cantidad de lignina y hemicelulosa. Además, este experimento presentó una consistencia gelatinosa tras el blanqueamiento, haciéndola idónea para la obtención de nanocelulosa debido a la reducción del tamaño de partícula. Los biopolímeros obtenidos no solo son interesantes debido a la disminución del impacto ambiental al ser extraídos de este desecho agroindustrial, sino también porque pueden ser reutilizados, obteniéndose diferentes productos químicos de interés comercial.

La lignina se transformó en fibras de carbono, mediante el empleo de PVA se aumentó su viscosidad y en consecuencia se mejoró sus propiedades de electrohilado. Las fibras electrohiladas pasaron por un proceso de termoestabilización oxidativa en presencia de aire a una temperatura de 225 °C por 30 minutos, seguida de un proceso de carbonización a 850 °C en una atmósfera inerte de argón durante 15 minutos, para finalmente obtener las fibras de carbono grafitizadas a partir de la solución de lignina/PVA. Se observó claramente una morfología de fibras no interconectadas antes y después de la etapa de tratamiento térmico. Estos resultados confirman que el tratamiento de termoestabilización oxidativa aplicado al material recién hilado evita la fusión de las fibras, con la posterior pérdida parcial de masa. Por otro lado, la nanocelulosa no logró ser un precursor idóneo para la formación de fibras de carbono en este trabajo, debido a la alta cristalinidad de la nanocelulosa y a los fuertes enlaces de hidrógeno intramoleculares.

El análisis FTIR de celulosa reveló que las 6 muestras comparten una gran similitud con respecto a su estructura química, no obstante, las muestras C3 y C4 presentaron bandas de absorción adicionales con una muy baja intensidad a 1531 cm^{-1} , las cuales corresponden a rastros de lignina y hemicelulosa, concluyendo que el tratamiento alcalino aplicado no fue suficiente para eliminar por completo estos compuestos. Además, la nanocelulosa obtenida de celulosa extraída presenta bandas de absorción similares, pero con picos de menor intensidad,

esto nos da a entender que aún después de la reducción del tamaño de partícula, su estructura química es la misma de la celulosa, concluyendo que el tratamiento mecánico aplicado no tiene influencia en los grupos funcionales del compuesto. Por otro lado, los espectros de las 6 muestras de lignina presentaron bandas de absorción muy similares entre sí, además de que los grupos referentes a los anillos de guayacilo y siringilo y la zona de “huella digital” estuvieron presentes en todas las muestras, lo que significa que, el tratamiento ácido aplicado no cambió la estructura química del compuesto.

Las FC que se sometieron al análisis FTIR mostraron la eliminación completa de grupos funcionales de las FC tras la etapa de carbonización, por otro lado, con respecto a la morfología de las FC obtenidas en el análisis SEM, presentaron una red de filamentos largos y carbonosos con un grado de interconexión entre fibras, además de que los diámetros de estas se redujeron al ser sometidas a la temperatura de carbonización, por lo que se cree que en esta etapa se volatizaron ciertos compuestos, incluido el PVA favoreciendo a la construcción de esta estructura. En el caso del análisis EDS para las FC, se reveló que estas muestras poseen una alta cantidad de carbono, debido a la recristalización del carbono en las fibras. Concluyendo así que, los métodos de caracterización planteados en este trabajo son adecuados para la identificación de las fibras de carbono sintetizadas.

Las fibras de carbono sintetizadas presentaron propiedades mecánicas y de conductividad bajas. Siendo la pureza de la lignina la que influye significativamente sobre las características mecánicas de las fibras resultantes. Contaminantes como el azufre, sales inorgánicas, proteínas, carbohidratos, cenizas provocan problemas de elaboración y fibras defectuosas con propiedades mecánicas deficientes. La conductividad eléctrica que presentaron las fibras de carbono fue 0,00088 S/cm, un valor muy bajo en comparación con otros materiales carbonosos.

5.2. Recomendaciones

La caracterización del licor debe ser incluida antes de iniciar los procesos de precipitación debido a que los licores cambian sus propiedades dependiendo de la materia prima utilizada y del proceso de pulpeo que se realice, razón por la cual puede cambiar la concentración óptima del ácido y no siempre será de 65% como lo encontrado en esta investigación.

Conocer el correcto funcionamiento del equipo (*electrospinning*) es de vital importancia, debido a que se trabaja con kilovoltios. El adecuado uso del equipo añade seguridad y permite una experimentación segura, disminuyendo posibles errores de los diferentes parámetros a tratar.

Si se emplea una solución polimérica con poca viscosidad, la distancia óptima entre el colector y la aguja va a ser mucho mayor, aproximadamente entre los 16-18 cm. por otra parte si la solución polimérica posee una buena viscosidad la distancia entre el colector y la aguja va a disminuir, aproximadamente entre los 10-15 cm. Es importante mencionar que no se debe bajar la distancia por debajo de los 8 cm debido a que se producirán cargas alto voltaje entre la aguja y el colector.

Se puede utilizar un solvente diferente para la celulosa o a su vez a la celulosa se le puede modificar introduciendo grupos hidroxilo en la cadena principal de celulosa, y los derivados resultantes (acetato, hidroxilo propilo) se pueden utilizar para producir nanofibras electrohiladas.

Es necesario realizar más investigaciones para comprender mejor la interacción que tiene cada precursor durante el electrohilado y así optimizar el proceso para producir fibras a escala nano y micrométricas a partir de estos biopolímeros con propiedades mejoradas.

BIBLIOGRAFÍA

1. **ADRIÁN, J. & CAMACARO, O.** Obtención de ligninas a partir de licor negro KRAFT nacional con capacidad de adsorber níquel y vanadio [en línea]. (Trabajo de titulación) nacional con capacidad de adsorber níquel y vanadio [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Central de Venezuela, Caracas-Venezuela. 2009. págs. 1-93. [Consulta: 12 julio 2023]. Disponible en: <http://saber.ucv.ve/bitstream/10872/16681/1/TEG%20Adrián%26Camaro.pdf>
2. **AGO, M.; et al.** “Lignin-based electrospun nanofibers reinforced with cellulose nanocrystals”. *Biomacromolecules* [en línea], 2012, vol. 13 (3). págs. 918–926. [Consulta: 16 marzo 2024]. ISSN 15257797. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/bm201828g>
3. **AHUJA, D.; et al.** “Fractionation and physicochemical characterization of lignin from waste jute bags: Effect of process parameters on yield and thermal degradation”. *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2017, vol. 97(1). págs. 403-410. [Consulta: 13 marzo 2024]. ISSN 18790003. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.01.057>
4. **ALTAMIRANO, U.** Bagazo como alternativa de conservación de humedad en el campo cañero del ingenio La Margarita, S.A. de C.V. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Veracruzana, Facultad de Ciencias Biológicas y Agropecuarias, Orizaba-Córdoba. 2020. págs. 13-61. [Consulta: 5 julio 2023]. Disponible en: <http://cdigital.uv.mx/handle/1944/50305>
5. **ASOKA PANAMGAMA, L. & PERAMUNE, P.R.U.S.K.** “Coconut coir pith lignin: A physicochemical and thermal characterization”. *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2018, vol. 113. págs. 1149-1157. [Consulta: 13 marzo 2024]. ISSN 18790003. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.03.012>
6. **ATTIA, A.A.M.; et al.** “Processing and fundamental characterization of carbon fibers and cellulose nanocrystals derived from bagasse”. *Carbon Letters* [en línea], 2019, vol. 29 (2). págs. 145-154. [Consulta: 13 agosto 2023]. ISSN 22334998. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s42823-019-00034-y>
7. **BAGH, F.S.G. & RAY, S.** “Lignin extraction from black liquor using acetate based ionic liquids: Extraction kinetics and product characterization”. *Journal of Ionic Liquids* [en

línea], 2022, vol. 2 (1). págs. 1-10. [Consulta: 21 marzo 2024]. ISSN 27724220. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jil.2022.100028>

8. **BAKER, M.I.; et al.** “A review of polyvinyl alcohol and its uses in cartilage and orthopedic applications”. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* [en línea], 2012, vol. 100B(5). págs. 1451-1457. [Consulta: 14 julio 2023]. ISSN 15524973. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/jbm.b.32694>
9. **BAMGBOLA, A.A.; et al.** “Isolation and characterization of cellulose from cashew (*Anacardium occidentale* L.) nut shells”. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry* [en línea], 2020, vol. 3(1). págs. 1-8. [Consulta: 21 marzo 2024]. ISSN 26660865. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2020.100032>
10. **BERMELLO, A.; et al.** “Estudio de un material compuesto de partículas de bagazo de caña y matriz de polietileno mediante espectrometría FTIR”. *Instituto Cubano de Investigación de los Derivados de Caña de Azúcar* [en línea], 2008, vol. 42(1-3). págs. 106-111. [Consulta: 7 marzo 2024]. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/237030024>
11. **CARCHI, D.** Aprovechamiento de los residuos agrícolas provenientes del cultivo de banano para obtener nanocelulosa [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad de Cuenca, Facultad de Ciencias Químicas, Escuela de Ingeniería Química. Cuenca-Ecuador. 2014. págs. 1-77. [Consulta: 12 julio 2023]. Disponible en: <http://dspace.ucuenca.edu.ec/handle/123456789/5292>
12. **CÁRDENAS, J.** Influencia de la floración de la caña de azúcar (*Saccharum Spp.*) En el acorchamiento y peso de los tallos en dos zonas productoras [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Agraria del Ecuador, Facultad de Ciencias Agrarias. Milagro-Ecuador 2020. págs. 1-81. [Consulta: 1 diciembre 2022]. Disponible en: <https://cia.uagraria.edu.ec/Archivos/CARDENAS%20CALERO%20JULIO%20MANUEL.pdf>
13. **CASTILLO, R. & SILVA, E.** *Fisiología, floración y mejoramiento genético de la caña de azúcar en Ecuador* [en línea]. Ecuador: CINCAE. 2004. [Consulta: 6 diciembre 2022]. Disponible en: <https://cincae.org/wp-content/uploads/2013/05/FISIOLOGIA-Y-MEJORAMTO.pdf>

14. **CHOI, E.S.; et al.** “Aligned cellulose nanofiber composite made with electrospinning of cellulose nanofiber - Polyvinyl alcohol and its vibration energy harvesting”. *Composites Science and Technology* [en línea], 2021, vol. 209(1). págs. 1-10. [Consulta: 21 enero 2024]. ISSN 02663538. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2021.108795>
15. **CORTÉS, W.** “Tratamientos aplicables a materiales lignocelulósicos para la obtención de etanol y productos químicos”. *Revista de Tecnología* [en línea], 2014, vol. 13(1). págs. 39-44. [Consulta: 5 julio 2023]. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6041572>
16. **DAI, Z.; et al.** “Biomimetic biomass-based carbon fibers: effect of covalent-bond connection on performance of derived carbon fibers”. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering* [en línea], 2019, vol. 7, no. 19. págs. 16084-16093. [Consulta: 6 diciembre 2022]. ISSN 21680485. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acssuschemeng.9b02831>
17. **DALLMEYER, I.; et al.** “Electrospinning of technical lignins for the production of fibrous networks. *Journal of Wood Chemistry and Technology* [en línea], 2010, vol. 30 (4). págs. 315-329. [Consulta: 9 junio 2023]. ISSN 0277-3813. Disponible en: <https://doi.org/10.1080/02773813.2010.527782>
18. **ESPINOSA, E.** Lignonanofibras de celulosa (LNFC) a partir de residuos agro-industriales no madereros. Obtención, caracterización y aplicaciones [en línea]. (Trabajo de titulación) (Doctoral). Universidad de Córdoba. Córdoba-España. 2019. págs. 4-200. [Consulta: 12 julio 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10396/18994>
19. **FRANK, E.; et al.** “Carbon fibers: Precursors, manufacturing, and properties”. *Macromolecular Materials and Engineering* [en línea], vol. 297(6). págs. 493-501 [Consulta: 14 julio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/mame.201100406>
20. **GARCÍA MATEOS, F. J.; et al.** “Activation of electrospun lignin-based carbon fibers and their performance as self-standing supercapacitor electrodes”. *Separation and Purification Technology* [en línea], 2020, vol. 241(1). págs. 1–14. [Consulta: 23 abril 2024]. ISSN 18733794. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116724>

21. **GARCÍA MATEOS, F.J.; et al.** “Highly porous and conductive functional carbon fibers from electrospun phosphorus-containing lignin fibers”. *Carbon* [en línea], 2022, vol. 200(1). págs. 138-148. [Consulta: 14 marzo 2024]. ISSN 00086223. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2022.08.050>
22. **GEA, S.; et al.** “Isolation and characterisation of cellulose nanofibre and lignin from oil palm empty fruit bunches”. *Materials* [en línea], 2020, vol. 13(10). págs.1-13. [Consulta: 20 enero 2024]. ISSN 19961944. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/ma13102290>
23. **GONZÁLEZ, A.; et al.** “Caracterización de fracciones de lignina extraída del licor negro con solventes orgánicos”. *Revista Forestal Latinoamericana* [en línea], 2007, vol. 022(42). págs. 51-63. [Consulta: 30 junio 2023]. Disponible en: <http://www.saber.ula.ve/handle/123456789/29495>
24. **GUILLEN, O.** Caracterización fisicoquímica preliminar para potenciales usos como material de construcción del bagazo de caña de azúcar industrial del valle del Chira y artesanal del distrito de Montero, Ayabaca, Piura [en línea]. (Trabajo de Titulación) (Pregrado). Universidad de Piura, Facultad de Ingeniería. Piura-Perú. 2022. págs. 4-230. [Consulta: 12 julio 2023]. Disponible en: <https://hdl.handle.net/11042/5767>
25. **HARAHAP, M.; et al.** “Acetylated lignin from oil palm empty fruit bunches and its electrospun nanofibres with PVA: Potential carbon fibre precursor”. *Heliyon* [en línea], 2023, vol. 9(3). págs. 1-9. [Consulta: 16 agosto 2023]. ISSN 24058440. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e14556>
26. **HOSSAIN, S.; et al.** “A low-density cellulose rich new natural fiber extracted from the bark of jack tree branches and its characterizations”. *Heliyon* [en línea], 2022, vol. 8(11). págs. 1-8. [Consulta: 21 marzo 2024]. ISSN 24058440. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11667>
27. **ILIC, N.; et al.** “Cellulases: from lignocellulosic biomass to improved production”. *Energies* [en línea], 2023, vol. 16(8). págs. 1-21. [Consulta: 14 julio 2023]. ISSN 19961073. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/en16083598>

- 28. ISLAM, MD. T.; et al.** “Carbon fiber from biomass sources: a comprehensive review”. *Non-Metallic Material Science* [en línea], 2023, vol. 5(1). págs. 14–26 [Consulta: 23 abril 2024]. Disponible en: <https://doi.org/10.30564/nmms.v5i1.5572>
- 29. JARAMILLO, J.** Aprovechamiento del bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum* L.) en la fabricación de prototipos de tableros aglomerados en la Provincia de Pastaza [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Estatal Amazónica, Departamento de Ciencias de la Tierra. Puyo-Ecuador. págs. 1-72. [Consulta: 5 julio 2023]. Disponible en: <https://repositorio.uea.edu.ec/handle/123456789/702>
- 30. JIRÓN, E.G.; et al.** “Obtención de nanocelulosa a partir de raquis de palma africana y bagazo de caña. Nanocellulose production from African oil palm rachis and sugarcane bagasse”. *Tecnología en Marcha* [en línea], 2022, vol. 35(2). págs. 168-179. [Consulta: 25 febrero 2024]. ISSN 0379-3982. Disponible en: https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0379-39822022000200167
- 31. KARAKAŞ, H.** Electrospinning of nanofibers and their applications. *Electrospun Nanofibers from Bioresources for High-Performance Applications* [en línea]. 2015. [Consulta: 8 junio 2023]. Disponible en: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:41058042>
- 32. KHAYYAM, H.; et al.** *PAN precursor fabrication, applications and thermal stabilization process in carbon fiber production: Experimental and mathematical modelling* [en línea]. S.l.: s.n. 2020. [Consulta: 14 julio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100575>
- 33. KUMAR, A. & SINHA-RAY, S.** “A review on biopolymer-based fibers via electrospinning and solution blowing and their applications”. *Fibers* [en línea], 2018, vol. 6(3). págs. 1-53. [Consulta: 8 junio 2023]. ISSN 20796439. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/fib6030045>
- 34. LEE, S.J.; et al.** “Isolation and characterization of lignin from the oak wood bioethanol production residue for adhesives”. *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2015, vol. 72.(1). págs. 1056-1062. [Consulta: 13 marzo 2024]. ISSN 18790003. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.10.020>

35. **LI, X.; et al.** “Preparation of carbon fibers from low-molecular-weight compounds obtained from low-rank coal and biomass by solvent extraction”. *Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Materials* [en línea], 2017, vol. 32(1). págs. 41-47. [Consulta: 6 diciembre 2022]. ISSN 18725805. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S1872-5805\(17\)60106-9](https://doi.org/10.1016/S1872-5805(17)60106-9)
36. **LÓPEZ, A.** Estudio comparativo de cuatro técnicas de precipitación de lignina a partir de licor negro kraft [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Facultad de Ingeniería en Tecnología de la Madera. Michoacán-México. 2015. págs. 1-83. [Consulta: 5 julio 2023]. Disponible en: http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/handle/DGB_UMICH/7903
37. **LÓPEZ, D.** Characterization of banana pseudo-stem carbon fibers decorated with gold (Au) nanoparticles [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad de Investigación de Tecnología Experimental YACHAY, Escuela de Ciencias Biológicas e Ingeniería. Urcuquí-Ecuador. 2022. págs. 1-75. [Consulta: 6 diciembre 2022]. Disponible en: <http://repositorio.yachaytech.edu.ec/handle/123456789/554>
38. **MANDAL, A. & CHAKRABARTY, D.** “Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization”. *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, vol. 86(3). págs. 1291-1299. [Consulta: 23 junio 2023]. ISSN 01448617. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.030>
39. **MARASCA, I.; et al.** “Morphology of sugar cane in preparation and deep bed soil”. *IDESIA* [en línea], 2015, vol. 33(4). págs. 23-29. [Consulta: 1 diciembre 2022]. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-34292015000400004>
40. **MEZA, L.** Biorefinería del bagazo de Agave tequilana: extracción de lignina por diferentes pretratamientos y producción de metano [en línea]. (Trabajo de titulación). (Maestría). Instituto Potosiano de investigación científica y tecnológica, A.C. San Luis Potosí-México. 2018. págs. 1-119. [Consulta: 12 marzo 2024]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/11627/4779>
41. **MILBRANDT, A., & BOOTH, S.** *Carbon fiber from biomass* [en línea]. S.l.: Clean Energy Manufacturing Analysis Center. 2016. págs. 1–27. [Consulta: 06 diciembre 2022]. Disponible en: <https://www.nrel.gov/docs/fy16osti/66386.pdf>

- 42. MIRANDA, H.** Obtención de fibras de celulosa-PVA reforzadas con residuos del café mediante electrohilado [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia Michoacán-México. 2021. págs. 1-89. [Consulta: 8 junio 2023]. Disponible en: http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/handle/DGB_UMICH/6347
- 43. MOHTAR, S.S.; et al.** “Extraction and characterization of lignin from oil palm biomass via ionic liquid dissolution and non-toxic aluminium potassium sulfate dodecahydrate precipitation processes”. *Bioresource Technology* [en línea], 2015, vol. 192(1). págs. 212-218. [Consulta: 13 marzo 2024]. ISSN 18732976. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2015.05.029>
- 44. MUNGUÍA, D.** Deslignificación de la penca de Agave tequilana F.A.C. Weber empleando peróxido de hidrógeno alcalino como pretratamiento para la producción de biohidrógeno [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Instituto Potosiano de Investigación Científica y Tecnológica. San Luis de Potosí-México. 2016. págs. 1-109. [Consulta: 6 julio 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/11627/3006>
- 45. MUÑOZ, D.J.** Obtención de celulosa microcristalina aplicando hidrólisis ácida a partir del bagazo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) proveniente de la parroquia Balsapamba - Bólivar [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias. Riobamba-Ecuador. 2022. págs. 1-107. [Consulta: 21 marzo 2024]. Disponible en: <http://dspace.epoch.edu.ec/handle/123456789/17718>
- 46. OCHICA, A.** Obtención de nanofibras de celulosa catiónica a partir del bagazo de la caña de azúcar y teñidas con colorante reactivo aniónico para la aplicación textil [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ciencias Básicas, Escuela de Ciencias Químicas. Tunja-Colombia. 2015. págs. 1-90. [Consulta: 1 diciembre 2022]. Disponible en: <https://repositorio.uptc.edu.co/handle/001/1421>
- 47. ORTIZ, A.L.** Tratamiento por acidificación controlada del licor negro derivado del bagazo de caña para la recuperación de lignina y reducción de la demanda química de oxígeno (DQO) [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Tecnológica de Pereira,

Facultad de Ciencias Ambientales. Pereira-Perú. 2009. págs. 1-87. [Consulta: 5 julio 2023].
Disponible en: <https://hdl.handle.net/11059/1462>

48. **OSALDE, V. & PEDRAZA, C.** Obtención de nanofibras de celulosa de residuos de cáscara de naranja y de Hibiscus sabdariffa por electrospinnig [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Autónoma de Querétaro, Facultad de Química. Santiago de Querétaro-México. 2021. págs. 1-72. [Consulta: 24 mayo 2023]. Disponible en: <https://ri-ng.uaq.mx/handle/123456789/7902>
49. **PANDEY, A.; et al.** “Biotechnological potential of agro-industrial residues. I: sugarcane bagasse”. *Bioresource Technology* [en línea], 200, vol. 74(1). págs. 69-80. [Consulta: 30 noviembre 2022]. ISSN 09608524. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00142-X](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00142-X)
50. **PARK, S. J., & HEO, G. Y.** “Precursors and manufacturing of carbon fibers”. *Springer Series in Materials Science* [en línea], 2015, vol. 210(1). págs. 31–66. [Consulta: 23 abril 2024]. ISSN 0933033X. Disponible en: https://doi.org/10.1007/978-94-017-9478-7_2
51. **PÉREZ, N.; et al.** “Estudio termodinámico del proceso de adsorción de iones de ni y v por parte de ligninas precipitadas del licor negro kraft”. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales tiene menú contextual* [en línea], 2011, vol. 31(2). págs. 168-191. [Consulta: 12 marzo 2024]. ISSN 2244-7113. Disponible en: <https://www.researchgate.net/publication/262758912>
52. **PHANTHONG, P.; et al.** “Nanocellulose: Extraction and application”. *Carbon Resources Conversion* [en línea], 2018, vol. 1(1). págs. 32-43. [Consulta: 23 junio 2023]. ISSN 25889133. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.05.004>
53. **POZO, C.** Aprovechamiento del bagazo de caña de azúcar en la fabricación de bloques ecológicos para mampostería liviana [en línea]. (Trabajo de titulación) (Pregrado). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ciencias Químicas. Riobamba-Ecuador. 2011. págs. [Consulta: 4 diciembre 2022]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/1631>
54. **RAMÍREZ, D. & GÓMEZ, S.** Evaluación del efecto del pretratamiento con steam-explosion al bagazo de caña para la obtención de pulpa alcalina para papel [en línea].

(Trabajo de titulación) (Pregrado). Universidad Pontificia Bolivariana, Facultad de Ingeniería Química, Escuela de Ingenierías. Medellín-Colombia. 2015. págs. 1-66. [Consulta: 4 julio 2023]. Disponible en: <http://hdl.handle.net/20.500.11912/2490>

55. **REFATE, A.; et al.** “Influence of electrospinning parameters on biopolymers nanofibers, with emphasis on cellulose & chitosan”. *Heliyon* [en línea], 2023, vol. 9(6). págs. 1-21. [Consulta: 20 enero 2024]. ISSN 24058440. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e17051>
56. **RESANO, D.; et al.** “Caracterización fisicoquímica del bagazo de caña de azúcar industrial y artesanal como material de construcción”. *Información tecnológica* [en línea], 2022, vol. 33(2). págs. 247-258. [Consulta: 5 julio 2023]. ISSN 0718-0764. DOI 10.4067/s0718-07642022000200247. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642022000200247>
57. **SALEM, D.M.S.A. & ISMAIL, M.M.** “Characterization of cellulose and cellulose nanofibers isolated from various seaweed species”. *Egyptian Journal of Aquatic Research* [en línea], 2022, vol. 48(4). págs. 307-313. [Consulta: 21 marzo 2024]. ISSN 20903278. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ejar.2021.11.001>
58. **SAVAL, S.** “Aprovechamiento de residuos agroindustriales: Pasado, Presente y Futuro”. *Revista de la Sociedad Mexicana de Biotecnología y Bioingeniería A.C.* [en línea], 2012, vol. 16(2). págs. 4-129. [Consulta: 5 julio 2023]. ISSN 0188-4786. Disponible en: https://smbb.mx/wp-content/uploads/2017/10/Revista_2012_V16_n2.pdf
59. **SUN, J.X.; et al.** “Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse”. *Polymer Degradation and Stability* [en línea], 2004, vol. 84(2). págs. 331-339. [Consulta: 23 junio 2023]. ISSN 01413910. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2004.02.008>
60. **SVINTERIKOS, E.; et al.** “Electrospun lignin-derived carbon micro- and nanofibers: A review on precursors, properties, and applications”. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering* [en línea], 2022, vol. 8(37). págs. 86-93. [Consulta: 9 enero 2024]. ISSN 21680485. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c03246>
61. **TEIXEIRA, E. de M.; et al.** “Sugarcane bagasse whiskers: Extraction and characterizations”. *Industrial Crops and Products* [en línea], 2011, vol. 33(1). págs. 63-66.

[Consulta: 23 junio 2023]. ISSN 09266690. Disponible en:
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.08.009>

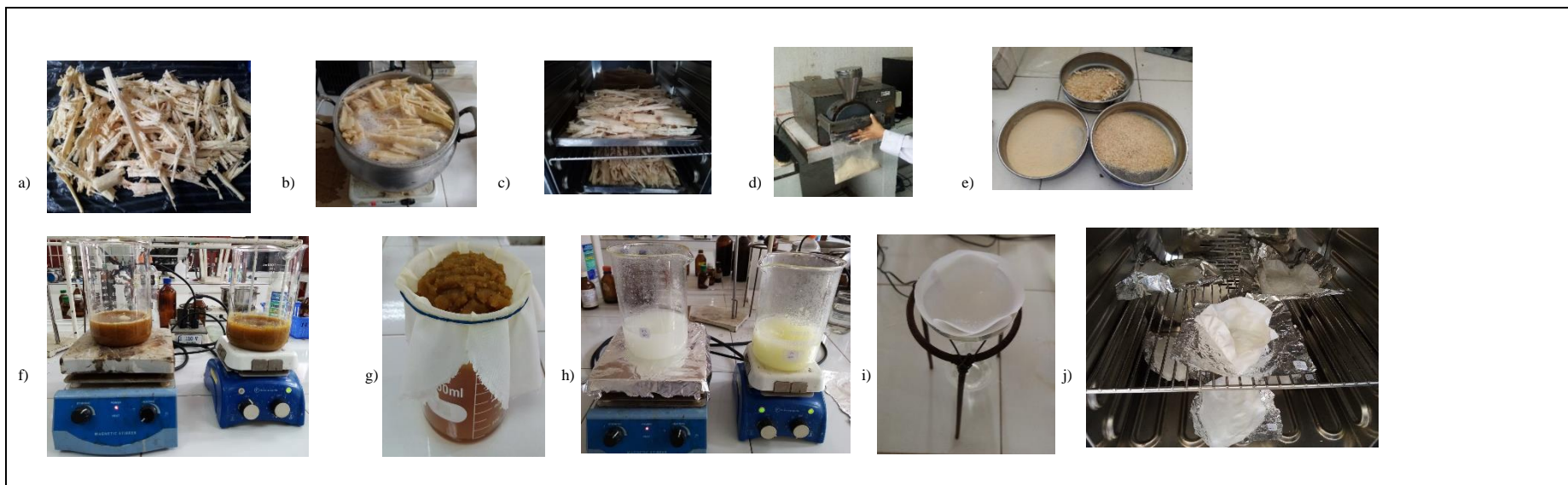
62. **TENG BAN, M.; et al.** “Synthesis of hydrogel from sugarcane bagasse extracted cellulose for swelling properties study”. *Materials Today: Proceedings* [en línea], 2021, vol. 50(1). págs. 2567-2575. [Consulta: 20 marzo 2024]. ISSN 22147853. Disponible en:
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.08.342>
63. **TOPUZ, F.; et al.** “Nanofiber engineering of microporous polyimides through electrospinning: Influence of electrospinning parameters and salt addition”. *Materials and Design* [en línea], 2021, vol. 198(1). págs. 1-11. [Consulta: 8 junio 2023]. ISSN 18734197. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109280>
64. **VALERO ROMERO, M.J.; et al.** “Fischer-Tropsch synthesis over lignin-derived cobalt-containing porous carbon fiber catalysts”. *Applied Catalysis B: Environmental* [en línea], 2023, vol. 321(1). págs. 1-17. [Consulta: 21 enero 2024]. ISSN 09263373. Disponible en:
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2022.122078>
65. **VELÁZQUEZ, L.A.; et al.** *Estudio morfológico y estructural de fibras lignocelulósicas de bagazo de caña de azúcar pretratado con ácidos diluidos y álcalis* [en línea]. S.l.: XV encuentro de investigación del área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales. 2022. págs. 45-48. [Consulta: 20 enero 2024]. Disponible en:
<https://www.researchgate.net/publication/365964896>
66. **VINOD, A.; et al.** “Recent advancements in lignocellulose biomass-based carbon fiber: Synthesis, properties, and applications”. *Heliyon* [en línea], 2023, vol. 9 (3). págs. 1-30. [Consulta: 14 julio 2023]. ISSN 24058440. Disponible en:
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e13614>
67. **WALI, A.; et al.** “Electrospinning of non-ionic cellulose ethers/polyvinyl alcohol nanofibers: Characterization and applications”. *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2018, vol. 181(1). págs. 175-182. [Consulta: 21 enero 2024]. ISSN 01448617. Disponible en:
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.10.070>

- 68. WANG, S.; et al.** “Lignin-based carbon fibers: Formation, modification and potential applications”. *In Green Energy an Environment* [en línea], 2022, vol.7(4). págs. 1-28. [Consulta: 8 junio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.gee.2021.04.006>
- 69. XUE, J.; et al.** “Electrospinning and electrospun nanofibers: Methods, materials, and applications”. *Chemical Reviews* [en línea], 2019, vol. 119(8). págs. 5298-5415. [Consulta: 28 junio 2023]. ISSN 15206890. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.8b00593>
- 70. YADAV, C.; et al.** “Plant-based nanocellulose: A review of routine and recent preparation methods with current progress in its applications as rheology modifier and 3D bioprinting”. *International Journal of Biological Macromolecules* [en línea], 2021, vol. 166(1). págs. 1586-1616. [Consulta: 12 julio 2023]. ISSN 18790003. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.038>
- 71. YUE, Y.; et al.** “Cellulose fibers isolated from energycane bagasse using alkaline and sodium chlorite treatments: Structural, chemical and thermal properties”. *Industrial Crops and Products* [en línea], 2015, vol. 76(1). págs. 355-363. [Consulta: 8 marzo 2024]. ISSN 09266690. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.07.006>
- 72. ZHAO, Y.; et al.** “Flexible lignin-derived electrospun carbon nanofiber mats as a highly efficient and binder-free counter electrode for dye-sensitized solar cells”. *Journal of Materials Science* [en línea], 2018, vol. 53(10). págs. 7637-7647. [Consulta: 14 marzo 2024]. ISSN 15734803. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2059-0>



ANEXOS

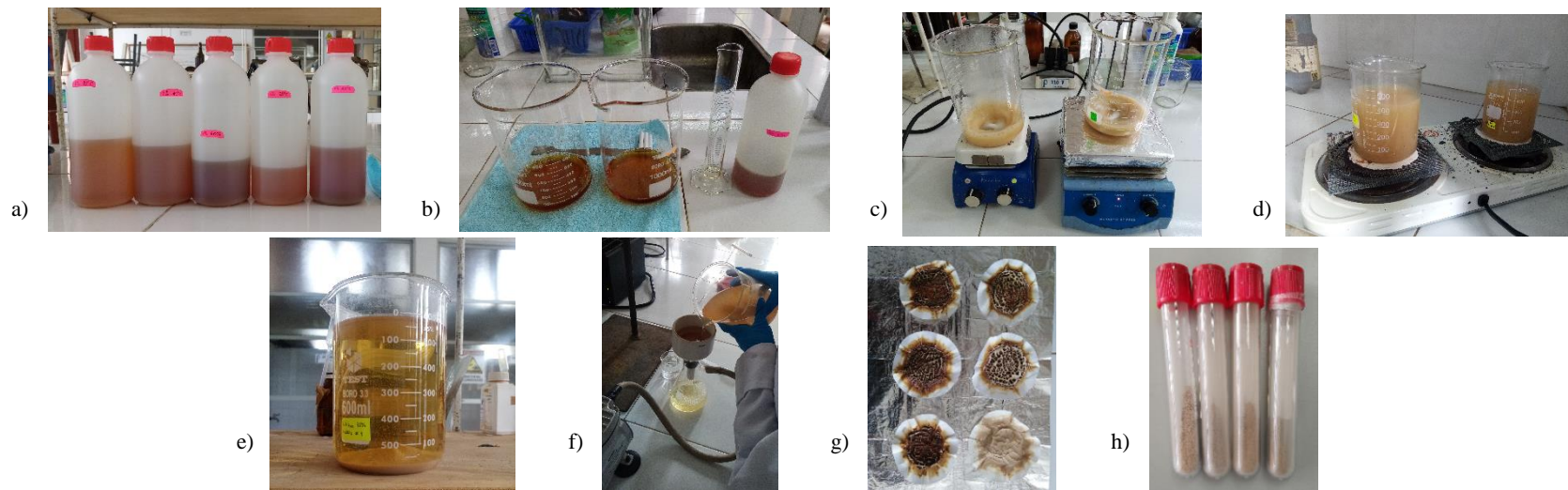
ANEXO A: EXTRACCIÓN DE CELULOSA DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR



NOTAS:	CATEGORÍA DEL DIAGRAMA	ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS CARRERA: QUÍMICA ELABORADO POR: Sailema Masapuncho José Luis Venegas Ruiz Mayra Estefanía	EXTRACCIÓN DE CELULOSA DEL BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR	
a) Recepción y selección del BCA b) Pretratamiento del BCA con agua destilada a 80 °C c) Secado del BCA pre tratado a 90 °C d) Molienda del BCA pre tratado e) Tamizado f) Tratamiento alcalino con NaOH g) Filtrado de la solución h) Blanqueamiento con NaClO i) Lavado de la celulosa hasta pH 7 j) Secado y almacenamiento de la celulosa	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Información <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Por aprobar <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar			

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

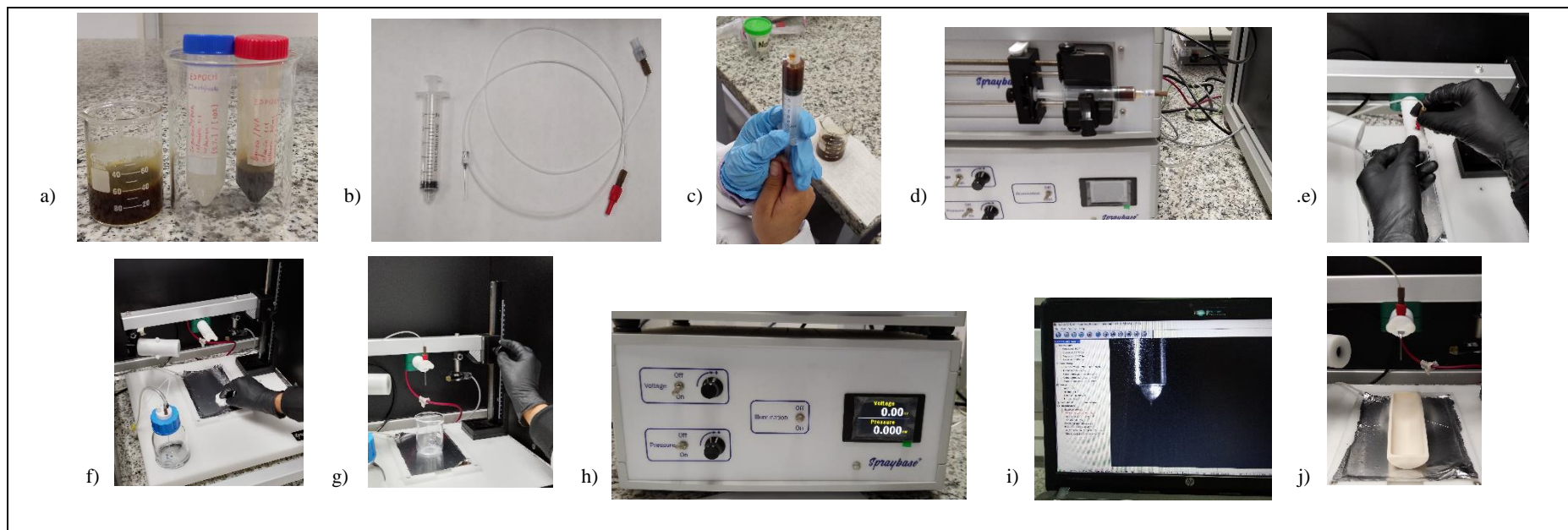
ANEXO B: PRECIPITACIÓN DE LA LIGNINA A PARTIR DEL LICOR NEGRO



NOTAS:	CATEGORÍA DEL DIAGRAMA	ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS CARRERA: QUÍMICA	PRECIPITACIÓN DE LA LIGNINA A PARTIR DEL LICOR NEGRO		
a) Almacenamiento del licor negro b) Colocado del licor negro en un vaso de precipitado de 600 ml c) Agitación del licor negro + H ₂ SO ₄ d) Ebullición de la solución diluida e) Precipitación de la lignina f) Filtrado al vacío g) Secado de la lignina obtenida h) Almacenamiento de la lignina	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Información <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Por aprobar <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar	ELABORADO POR: Sailema Masapuncho José Luis Venegas Ruiz Mayra Estefanía	LÁMINA	ESCALA	FECHA
			1	1:1	2/1/2024

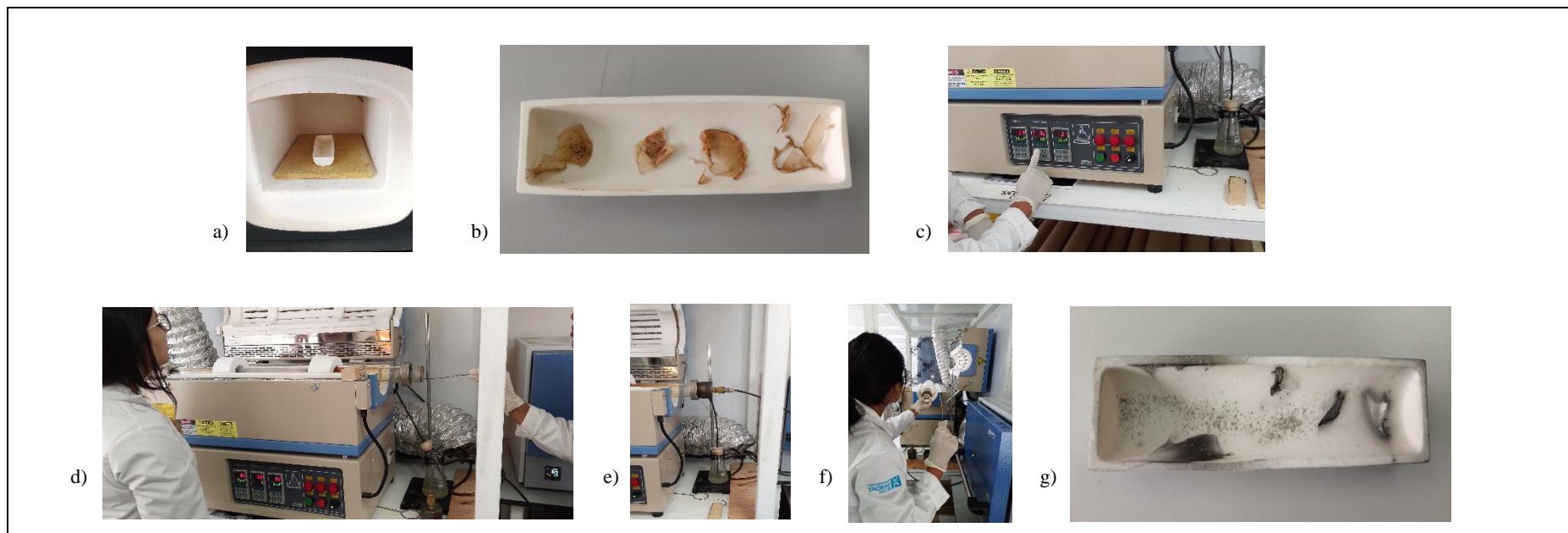
Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

ANEXO C: OBTENCIÓN DE LAS FIBRAS ELECTROHILADAS



<p>NOTAS:</p> <p>a) Preparación de la solución precursora (lignina/PVA, celulosa/PVA)</p> <p>b) Selección de la aguja y capilar</p> <p>c) Colocado de la solución polimérica en la jeringa</p> <p>d) Colocado de la jeringa en la sección de inyección</p> <p>e) Colocado de la aguja para electrohilar</p> <p>f) Acondicionamiento del recolector en el equipo</p> <p>g) Modificación de la distancia entre la aguja y el colector</p> <p>h) Encendido de computadora, programas, iluminación y equipo de electrohilado</p> <p>i) Formación del cono de Taylor</p> <p>j) Recolección de las fibras electrohildas</p>	<p>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA</p> <p><input type="checkbox"/> Aprobado</p> <p><input type="checkbox"/> Certificado</p> <p><input type="checkbox"/> Información</p> <p><input type="checkbox"/> Preliminar</p> <p><input type="checkbox"/> Por aprobar</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Por calificar</p>	<p>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS CARRERA: QUÍMICA</p> <p>ELABORADO POR:</p> <p>Sailema Masapuncho José Luis Venegas Ruiz Mayra Estefanía</p>	<p>OBTENCIÓN DE LAS FIBRAS ELECTROHILADAS</p>		
			<p>LÁMINA</p>	<p>ESCALA</p>	<p>FECHA</p>
			<p>1</p>	<p>1:1</p>	<p>2/1/2024</p>

ANEXO D: SÍNTESIS DE LAS FIBRAS DE CARBONO



<p>NOTAS:</p> <p>a) Colocado de las fibras electrohiladas en la mufla hasta 230 °C</p> <p>b) Selección de las fibras estabilizadas</p> <p>c) Establecimiento de las condiciones de calentamiento para la carbonización</p> <p>d) Colocado de las fibras estabilizadas en el horno tubular</p> <p>e) Sellado del horno tubular para obtener una atmosfera inerte con Ar</p> <p>f) Extracción de las fibras carbonizadas</p> <p>g) Selección y guardado de las fibras carbonizadas</p>	<p>CATEGORÍA DEL DIAGRAMA</p> <p><input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar</p> <p><input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar</p> <p><input type="checkbox"/> Información <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar</p>	<p>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</p> <p>FACULTAD DE CIENCIAS</p> <p>CARRERA: QUÍMICA</p> <p>ELABORADO POR:</p> <p>Sailema Masapuncho José Luis</p> <p>Venegas Ruiz Mayra Estefanía</p>	<p>SÍNTESIS DE LAS FIBRAS ELECTROHILADAS</p>		
			<p>LÁMINA</p>	<p>ESCALA</p>	<p>FECHA</p>
			<p>1</p>	<p>1:1</p>	<p>2/1/2024</p>

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

ANEXO E: SEÑALES ESPECTRALES FTIR DE LOS MATERIALES OBTENIDOS

• Asignaciones espectrales del bagazo de caña de azúcar (BCA)

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignaciones espectrales	Clase de compuesto
3328	Vibración de estiramiento O-H	Alcoholes
2935	Estiramiento C-H	Grupos alifáticos de la celulosa, hemicelulosa y lignina
1724	Vibración de estiramiento C=O	Éster
1600	Estiramiento simétrico C=C en el anillo aromático	Lignina
1369	Flexión de los enlaces C-H y C-O en los anillos aromáticos, absorción α y β	Polisacáridos
1241	vibración de estiramiento C-O	Grupo arilo de la lignina
1157	Vibración de estiramiento del anillo C-C	Polisacáridos
1033	Estiramiento asimétrico C-O-C, estiramiento simétrico C-OH	Éster, alcoholes

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

• Asignaciones espectrales de lignina extraída

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignaciones espectrales	Clase de compuesto
3100 - 3500	Vibración de estiramiento O-H	Alcoholes
2884 - 2942	Vibración de estiramiento C-H	Grupos metoxilos, -CH ₃ , -CH ₂
1633 - 1700	Vibración de estiramiento C=O	Grupos carbonilo
1508 - 1596	Estiramiento simétrico C=C en el anillo aromático	Grupo fenilo
1419 - 1457	Flexión asimétrica de C-H y deformación de C-H aromático	Grupos -CH ₃ y -CH ₂
1326	Vibración de estiramiento C-O	Anillo siringilo
1226	Vibración de estiramiento del anillo C-O	Anillo guayacilo
1114 - 1118	Vibración de estiramiento asimétrico C-O-C	Grupo éster
1037	Vibración de deformación en C-H y C-O	Anillos aromáticos y alcoholes primarios
640 - 647	Huella digital, deformación de	Grupos sustituidos por el uso

	compuestos y presencia de C-S	de H ₂ SO ₄
--	-------------------------------	-----------------------------------

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

• **Asignaciones espectrales de celulosa extraída**

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignaciones espectrales	Clase de compuesto
3332 - 3359	Vibración de estiramiento O-H	Grupo hidroxilo
2877 - 2892	Vibración de estiramiento C-H	Grupos metilo
1627 - 1650	Vibración de flexión O-H	Agua
1531	Estiramiento simétrico C=C en el anillo aromático	Grupo fenilo
1415 - 1427	Vibración de flexión de C-H	Grupos metilo
1322 - 1326	Vibración de flexión O-H	Polisacáridos
1029 - 1033	Vibración de flexión C-O-C	Anillo β-glucopiranososa

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

• **Asignaciones espectrales de la nanocelulosa obtenida por ultrasonido de alta intensidad**

Número de onda (cm ⁻¹)	Asignaciones espectrales	Clase de compuesto
3328	Vibración de estiramiento O-H	Alcoholes
2900	Estiramiento C-H de los grupos -CH ₂ y -CH ₃	Grupo metilo (-CH ₃), metileno (-CH ₂)
1639	Vibración de flexión H-O-H	Agua absorbida
1423	Vibración de flexión H-CH y O-CH	Grupo metileno
1322	Vibración de flexión C-H y C-O	Compuestos polisacáridos
1018	Estiramiento simétrico C-OH de un alcohol primario	Alcoholes

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

• **Asignaciones espectrales para las fibras sintetizadas**

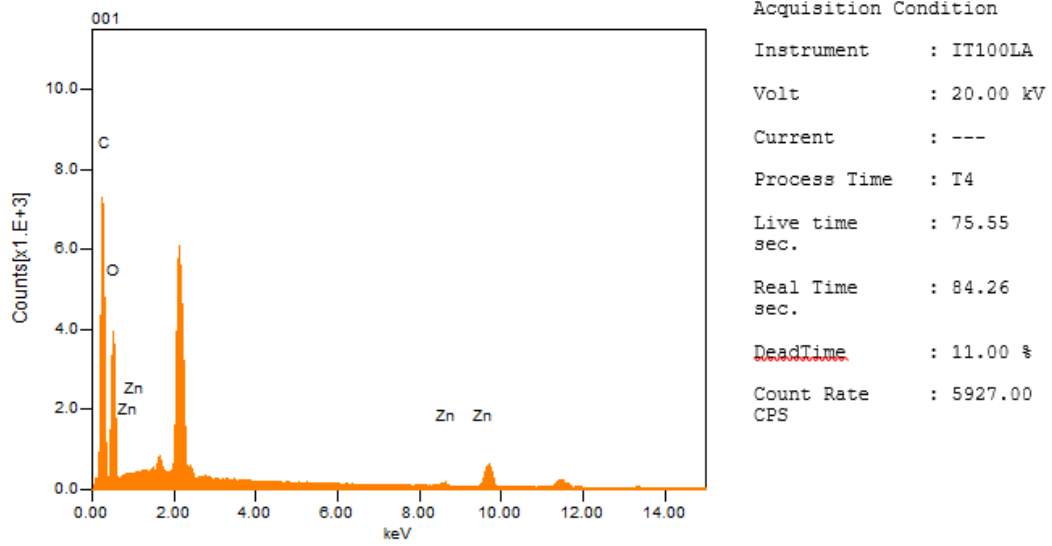
Número de onda (cm ⁻¹)			Asignación espectral	Clase de compuesto
Fibra de lignina/PVA	Fibra estabilizada	Fibra de Carbono		
3283	3326	-	Vibración de estiramiento del O-H	Grupo fenol (lignina), alcohol (PVA)
2915	2936	-	Vibración de estiramiento C-H de	Grupos -CH ₃ y -CH ₂ (lignina), PVA

			los	
1590	1561	-	Estiramiento C-C	Anillo aromático (lignina)
1500	1508	-	Estiramiento C-C, estiramiento del enlace C=C	Anillo aromático (lignina)
1419	-	-	Estiramiento del CH	Hidrocarburos aromáticos
1325	1322	-	Estiramiento del C-O	Unidad siringilo
1233	1215	-	Estiramiento C-O	Unidad guayacil
1089	1087	-	Estiramiento C-O del grupo acetilo	PVA
1046	1036	-	Estiramiento C-O	OH alifático
833	-	-	Deformación fuera del plano C-H	Unidad guayacilo

Realizado por: Sailema, J.; Venegas, M., 2024.

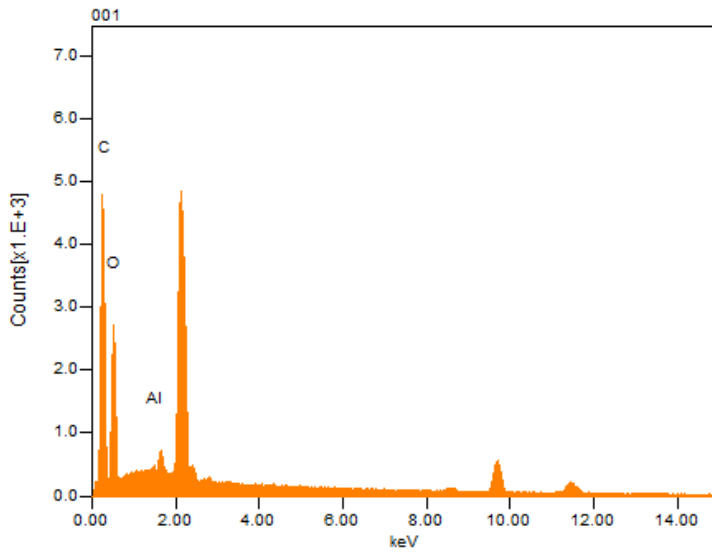
ANEXO F: CARACTERIZACIÓN EDS DEL BCA Y MATERIALES OBTENIDOS A PARTIR DEL MISMO

- Bagazo de caña de azúcar



Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	49.26	57.05	0.15	37690	0.3070555	K
O	49.11	42.69	0.22	21659	0.1940747	K
Zn	1.22	0.26	0.08	801	0.0099173	K
Total	99.59	100.00				

- Lignina



Acquisition Condition

Instrument : IT100LA

Volt : 20.00 kV

Current : ---

Process Time : T4

Live time : 59.31 sec.

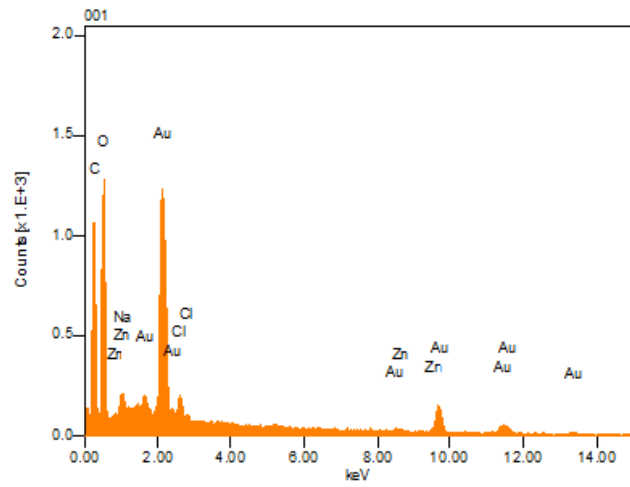
Real Time : 66.84 sec.

DeadTime : 11.00 %

Count Rate : 5847.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	39.08	56.76	0.16	23497	0.2438409	K
O	39.44	42.99	0.23	13875	0.1583700	K
Al	0.39	0.25	0.03	1074	0.0023522	K
Total	78.91	100.00				

- Nanocelulosa



Acquisition Condition

Instrument : IT100LA

Volt : 20.00 kV

Current : ---

Process Time : T4

Live time sec. : 69.49

Real Time sec. : 71.98

DeadTime : 4.00 %

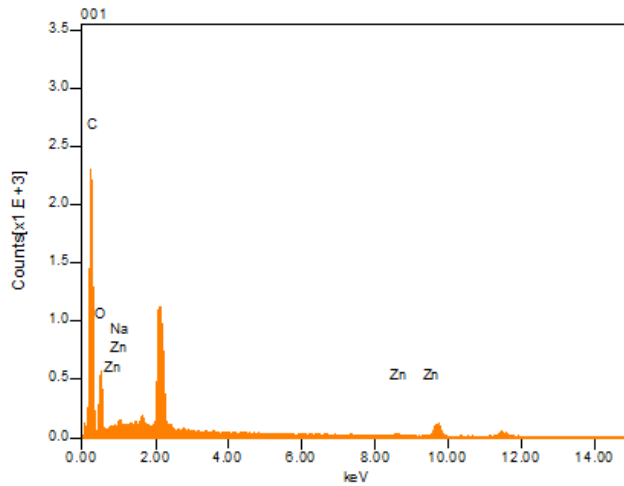
Count Rate : 1683.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	11.18	49.31	0.10	5274	0.0467137	K
O	13.82	45.75	0.11	6794	0.0661871	K
Na	0.46	1.07	0.03	755	0.0025607	K
Cl	0.47	0.70	0.01	1349	0.0038549	K
Zn	0.23	0.19	0.04	152	0.0020433	K
Au	11.11	2.99	0.10	17508	0.0808180	M
Total	37.27	100.00				

JEOL EDS System

JEOL

- Fibra de LN/PVA electrohilada



Acquisition Condition

Instrument : IT100LA

Volt : 20.00 kV

Current : ---

Process Time : T4

Live time sec. : 58.62

Real Time sec. : 60.69

DeadTime : 3.00 %

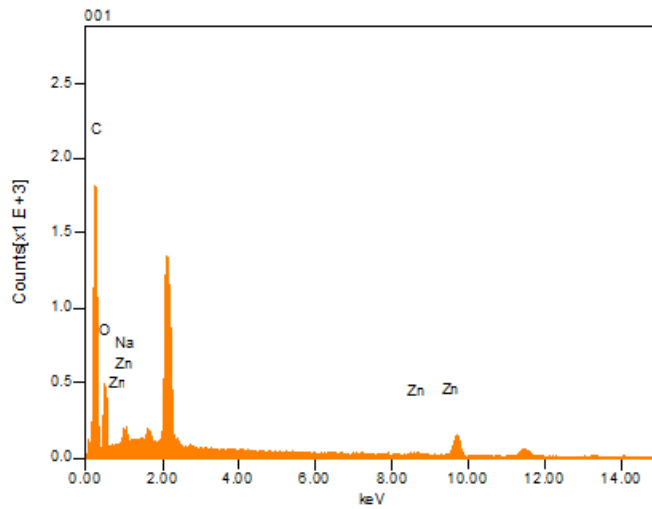
Count Rate : 1589.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	18.34	69.10	0.10	11631	0.1221228	K
O	10.64	30.10	0.14	2793	0.0322597	K
Na	0.30	0.59	0.03	391	0.0015734	K
Zn	0.31	0.21	0.05	157	0.0024986	K
Total	29.59	100.00				

JEOL EDS System

JEOL

- Fibra de LN/PVA termoestabilizada



Acquisition Condition

Instrument : IT100LA

Volt : 20.00 kV

Current : ---

Process Time : T4

Live time : 61.28 sec.

Real Time : 63.61 sec.

DeadTime : 4.00 %

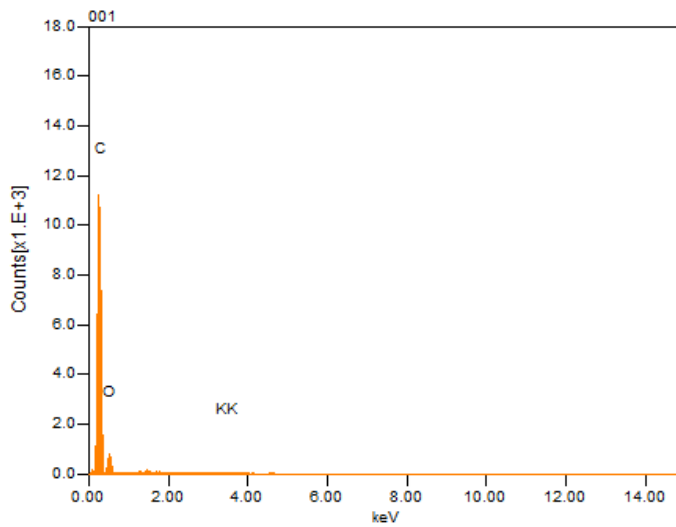
Count Rate : 1630.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	14.82	67.95	0.09	9354	0.0939526	K
O	8.84	30.44	0.13	2486	0.0274663	K
Na	0.58	1.39	0.03	804	0.0030905	K
Zn	0.26	0.22	0.04	138	0.0020988	K
Total	24.51	100.00				

JEOL EDS System

JEOL

- Fibra de carbono



Acquisition Condition

Instrument : IT100LA

Volt : 20.00 kV

Current : ---

Process Time : T4

Live time : 66.34 sec.

Real Time : 68.48 sec.

DeadTime : 3.00 %

Count Rate : 1857.00 CPS

Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	67.46	81.98	0.16	58568	0.5433810	K
O	19.70	17.97	0.19	4331	0.0441992	K
K	0.11	0.04	0.01	352	0.0011895	K
Total	87.27	100.00				



JEOL EDS System

JEOL



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
CERTIFICADO DE CUMPLIMIENTO DE LA GUÍA PARA
NORMALIZACIÓN DE TRABAJOS DE FIN DE GRADO

Fecha de entrega: 01/08/2024

INFORMACIÓN DEL AUTOR
Nombres – Apellidos: José Luis Sailema Masapuncho Mayra Estefanía Venegas Ruiz
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Química
Título a optar: Químico
 Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca, PhD. Directora del Trabajo de Integración Curricular
 Dra. Lourdes Cumandá Carrera Beltrán, Mgs. Asesor del Trabajo de Integración Curricular