



**UNIVERSIDAD TÉCNICA PARTICULAR DE LOJA**

*La Universidad Católica de Loja*

**FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES**

**CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**Síntesis y caracterización de cristales de celulosa a partir  
de fibra de bambú**

Trabajo de integración curricular previo a la obtención del título de:

**INGENIERO QUÍMICO**

**Autor:** Campoverde Polo, Israel Sebastian

**Directora:** Jaramillo Fierro, Ximena Verónica

LOJA

2024



*Esta versión digital, ha sido acreditada bajo la licencia Creative Commons 4.0, CC BY-NC-SA: Reconocimiento-No comercial-Compartir igual; la cual permite copiar, distribuir y comunicar públicamente la obra, mientras se reconozca la autoría original, no se utilice con fines comerciales y se permiten obras derivadas, siempre que mantenga la misma licencia al ser divulgada. <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/deed.es>*

2024

## **Aprobación del director del trabajo de integración curricular**

Loja, 19 de marzo de 2024

Magíster.

Natalí Elizabeth Solano Cueva

**Directora de la carrera de ingeniería química**

Ciudad. -

De mi consideración:

Me permito comunicar que, en calidad de director del presente Trabajo de integración curricular denominado: Síntesis y caracterización de cristales de celulosa a partir de fibra de bambú realizado por Israel Sebastian Campoverde Polo ha sido orientado y revisado durante su ejecución, así mismo ha sido verificado a través de la herramienta de similitud académica institucional, y cuenta con un porcentaje de coincidencia aceptable. En virtud de ello, y por considerar que el mismo cumple con todos los parámetros establecidos por la Universidad, doy mi aprobación a fin de continuar con el proceso académico correspondiente.

Particular que comunico para los fines pertinentes.

Atentamente,

Directora: Jaramillo Fierro, Ximena Verónica

C.I.: 1103814545

Correo electrónico: [xvjaramillo@utpl.edu.ec](mailto:xvjaramillo@utpl.edu.ec)

### **Declaración de autoría y cesión de derechos**

Yo, Israel Sebastian Campoverde Polo, declaro y acepto en forma expresa lo siguiente:

Ser autor (a) del Trabajo de Integración Curricular denominado: Síntesis y caracterización de cristales de celulosa a partir de fibra de bambú, de la carrera de Ingeniería Química, específicamente de los contenidos comprendidos en: Introducción, Capítulo I. Marco Teórico, Capítulo II. Materiales y métodos, Capítulo III. Discusión de resultados, conclusiones y Recomendaciones, siendo Dra. Ximena Verónica Jaramillo Fierro, directora del presente trabajo; también declaro que la presente investigación no vulnera derechos de terceros ni utiliza fraudulentamente obras preexistentes. Además, ratifico que las ideas, criterios, opiniones, procedimientos y resultados vertidos en el presente trabajo investigativo, son de mi exclusiva responsabilidad. Eximo expresamente a la Universidad Técnica Particular de Loja y a sus representantes legales de posibles reclamos o acciones judiciales o administrativas, en relación a la propiedad intelectual de este trabajo.

Que la presente obra, producto de mis actividades académicas y de investigación, forma parte del patrimonio de la Universidad Técnica Particular de Loja, de conformidad con el artículo 20, literal j), de la Ley Orgánica de Educación Superior; y, artículo 91 del Estatuto Orgánico de la UTPL, que establece: "Forman parte del patrimonio de la Universidad la propiedad intelectual de investigaciones, trabajos científicos o técnicos y tesis de grado que se realicen a través, o con el apoyo financiero, académico o institucional (operativo) de la Universidad", en tal virtud, cedo a favor de la Universidad Técnica Particular de Loja la titularidad de los derechos patrimoniales que me corresponden en calidad de autor/a, de forma incondicional, completa, exclusiva y por todo el tiempo de su vigencia.

La Universidad Técnica Particular de Loja queda facultada para ingresar el presente trabajo al Sistema Nacional de Información de la Educación Superior del Ecuador para su difusión pública, en cumplimiento del artículo 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

.....  
Autor: Israel Sebastian Campoverde Polo

C.I.: 1105800575

Correo electrónico: [iscampoverde1@utpl.edu.ec](mailto:iscampoverde1@utpl.edu.ec)

## **Dedicatoria**

Dedico mi trabajo de integración curricular con un sentimiento especial de gratitud a Dios por permitirme poder culminar una etapa valiosa en mi vida, mis queridos padres, Edgar Homero y Susana del Rocío que nunca se han apartado de mi lado y estuvieron presentes durante mi desarrollo profesional siendo los principales pilares de mi motivación y superación personal.

A mis hermanos Marcos Ismael, Yelisse Alejandra y Matias Jossue, que en este viaje estuvieron brindándome apoyo incondicional y amor les dedico este logro con todo cariño.

A mis docentes y mentores que me han impartido las enseñanzas y apoyo inquebrantable siendo la fuerza propulsora detrás de cada página redactada.

Que esta tesis sirva como principal testimonio de aprendizaje y perseverancia en la búsqueda de conocimiento y respeto a la comunidad académica que fue mi hogar durante años.

## **Agradecimiento**

Expreso con una profunda gratitud a Dios por permitirme avanzar a lo largo de esta trayectoria universitaria, brindándome salud y sabiduría.

Quiero reconocer el esfuerzo que realizan cada día mis padres ya que gracias a ese apoyo me permitió tener una educación superior y acceder a distintas áreas de conocimiento que han enriquecido mi aprecio por esta carrera.

Un reconocimiento muy especial a mi Directora, Ximena Jaramillo que me acogió en laboratorio de nuevos materiales, donde pude desarrollar distintas actividades de desarrollo profesional que me permitieron descubrir un fuerte amor al campo investigativo siendo una ventana a la innovación y oportunidad de poder impactar de manera positiva en mejorar la calidad de vida en nuestra sociedad, y sobre todo en conocer mi propósito de vida como futuro profesional investigativo, por esa razón siempre la llevare en mi corazón, no solo como docente sino también como mi más grande amiga cuya influencia ha enriquecido mi vida en general.

"La química, como un tejido invisible que sostiene la trama del universo, nos invita a descifrar sus intrincados patrones. En el laboratorio, somos narradores de historias atómicas, explorando los capítulos inexplorados de la materia y revelando, con cada experimento, el poema oculto de la creación."

**Ahmed Zewail**

## Índice de Contenido

Caratula .....	I
Aprobación del director del trabajo de integración curricular .....	II
Declaración de autoría y cesión de derechos .....	III
Dedicatoria .....	V
Agradecimiento .....	VI
Índice de tablas .....	X
Índice de figuras.....	XI
Resumen.....	1
Abstract .....	2
Introducción .....	3
Capítulo uno .....	6
Marco teórico .....	6
1.1 Celulosa .....	6
1.2 Propiedades de la celulosa .....	6
1.3 Materiales celulósicos .....	7
1.3.1 <i>Bambú</i> .....	7
1.3.2 <i>Caña de azúcar</i> .....	8
1.3.3 <i>Cáscara de maíz</i> .....	9
1.3.4 <i>Papel periódico</i> .....	9
1.3.5 <i>Cáscara de nuez</i> .....	9
1.3.6 <i>Aplicaciones de la celulosa</i> .....	9
1.4 Nanopartículas de celulosa.....	9

1.5	Nanocristales de la celulosa .....	10
1.6	Síntesis de los cristales de celulosa .....	10
1.6.1	<i>Pretratamiento de biomasa</i> .....	11
1.6.2	<i>Blanqueamiento</i> .....	11
1.6.3	<i>Aislamiento de cristales de celulosa</i> .....	11
1.6.4	<i>Hidrolisis acida asistida por ultrasonido</i> .....	12
1.6.5	<i>Liofilización</i> .....	12
1.7	Técnicas de caracterización fisicoquímicas .....	12
1.7.1	<i>Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier</i> .....	12
1.7.2	<i>Difracción de rayos x (xdr)</i> .....	13
1.7.3	<i>Resonancia magnética nuclear (rmn)</i> .....	14
1.7.4	<i>Microscopia electrónica de barrido (sem)</i> .....	15
1.8	Aplicaciones de nanocristales de celulosa.....	15
1.8.1	<i>Materiales poliméricos compuestos</i> .....	15
1.8.2	<i>Catálisis</i> .....	16
1.8.3	<i>Nanomedicina</i> .....	16
	Capitulo dos .....	17
	Métodos y materiales .....	17
2.1.1	<i>Eliminación de grasas e impurezas</i> .....	17
2.1.2	<i>Eliminación de exceso de tolueno</i> .....	17
2.2.1	<i>Blanqueamiento de fibra de bambú, alcalinización y neutralización de ph</i>	18
2.3.1	<i>Aislamiento de cristales de celulosa (cc)</i> .....	19
2.3.2	<i>Centrifugación y suspensión de (cc)</i> .....	20

Capítulo tres .....	23
Resultados y discusión .....	23
3.1 Caracterización fisicoquímica de los materiales .....	23
3.1.1 <i>Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier (ftir)</i> .....	23
3.1.2 <i>Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier de (cfb)</i> .....	24
3.1.3 <i>Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier de la celulosa cristalina (cc)</i> .....	26
3.1.4 <i>Difracción de Rayos x</i> .....	27
3.1.5 <i>Microscopia electrónica de barrido (sem)</i> .....	29
Conclusiones.....	32
Recomendaciones.....	33
Referencia.....	34
Apéndice.....	39
Apéndice A. Copolímero .....	39

## Índice de tablas

<b>Tabla 1 Asignación de grupos funcionales según el número de onda de cada espectro de la fibra de bambú.....</b>	<b>24</b>
<b>Tabla 2 Asignación de espectros ir de (cfb) .....</b>	<b>26</b>
<b>Tabla 3 Asignación de espectros ir de la celulosa cristalina (cc) .....</b>	<b>27</b>

## Índice de figuras

Figura 1 Estructura de la celulosa.....	6
Figura 2 Materiales de origen celulósico .....	7
Figura 3 Conformación estructural del bambú.....	8
Figura 4 Espectrometría infrarroja con transformada de fourier (ftir).....	13
Figura 5 Interior de un difractómetro de rayos X.....	14
Figura 6 Equipo rmn.....	14
Figura 7 Arquitectura de un sem .....	15
Figura 8 Extracción soxhlet .....	17
Figura 9 Eliminación de tolueno .....	18
Figura 10 Proceso de blanqueamiento de la fibra de bambú .....	19
Figura 11 Proceso de hidrolisis con ácido clorhídrico 3 molar.....	20
Figura 12 Celulosa cristalina (cc) .....	21
Figura 13 Diagrama de flujo de la metodología .....	22
Figura 14 Espectroscopia infrarroja de la fibra de bambú.....	23
Figura 15 Espectro infrarrojo de la celulosa derivada del a fibra de bambú .....	25
Figura 16 Espectro infrarrojo de la celulosa cristalina (cc) .....	26
Figura 17 Difractogramas de la celulosa derivada de la fibra de bambú en comparación con la celulosa cristalina .....	28
Figura 18 Microscopia electrónica de barrido de los cristales de celulosa .....	29
Figura 19 Histograma sobre la distribución de los tamaños de los cristales de celulosa.....	30

## Resumen

Los cristales de celulosa son estructuras organizadas que proporcionan varias aplicaciones innovadoras en distintos campos industriales. La celulosa es un biopolímero que se encuentra disponible en las paredes celulares de varias especies vegetales. La presente investigación trata sobre los parámetros de síntesis para la producción de celulosa cristalina a partir de fibra de bambú, así como la caracterización fisicoquímica del material obtenido. La síntesis se llevó a cabo mediante extracción soxhlet, tratamientos de blanqueo y alcalinos seguidos de hidrólisis ácida, en tanto que para la caracterización se consideraron las siguientes técnicas: espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos x (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

**Palabras clave:** fibra de bambú, cristales de celulosa, caracterización.

### **Abstract**

Cellulose crystals are organized structures that provide several innovative applications in different industrial fields. Cellulose is a biopolymer that is available in the cell walls of various plant species. The present research deals with the synthesis parameters for the production of crystalline cellulose from bamboo fiber, as well as the physicochemical characterization of the material obtained. The synthesis was carried out by Soxhlet extraction, bleaching and alkaline treatments followed by acid hydrolysis, while for characterization the following techniques were considered: Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM)

**Keywords:** bamboo fiber, cellulose crystals, characterization.

## Introducción

La celulosa cristalina ha presentado un interés considerable en el siglo XXI convirtiéndose en un material prometedor para diversas aplicaciones tecnológicas e industriales. Es por ello que, en los últimos tiempos, las investigaciones relacionadas con la obtención, especialmente mediante química verde, y uso de celulosa cristalina, está en creciente aumento. Varias son las fuentes de materia prima, a partir de las cuales se puede extraer celulosa cristalina, entre ellas, las más comunes son la biomasa vegetal y las bacterias. En efecto, la celulosa cristalina puede ser extraída de diversas especies vegetales, e inclusive, de ciertos residuos agroindustriales, lo que contribuye a mejorar la economía circular. Además, el proceso de extracción de cristales de celulosa a partir de recursos vegetales implica varios pasos, siendo los principales pretratamiento, hidrólisis y purificación (Emenike, y otros, 2023).

La celulosa es un polímero natural muy abundante en la biósfera, particularmente en las especies vegetales. Posee una forma fibrilar y cristalina, además, estas fibrillas son las que contribuyen a la alta resistencia de las paredes celulares de la especie vegetal tanto en hojas, tallo, cáscaras, cortezas y frutos (Lu & Hsieh, 2010).

En general, la celulosa posee notables aplicaciones en productos de alto rendimiento y de bajo impacto ambiental principalmente para la producción de papel y cartón, así también como la celulosa regenerada y sus derivados como el acetato y nitrato de celulosa (Tejedor A. S., s.f.) Sin embargo, presenta limitaciones como una elevada absorción de agua, relativa estabilidad térmica y baja resistencia, por lo que limita su uso en aplicaciones que demanden una sólida estabilidad térmica y alta resistencia mecánica (Aislá y ahorra, 2022) Por otra parte, la celulosa cristalina presenta estructuras ordenadas, y se caracteriza por presentar baja densidad, gran área superficial, alta resistencia mecánica, estabilidad térmica, rigidez y biocompatibilidad (Seddiqi, y otros, 2021). Los cristales de celulosa (CC), por su alto módulo

de Young específico, tendencia a cristalizar en fase líquida, facilidad de dispersión en solventes polares, y no toxicidad, tiene un gran interés en aplicaciones que van desde la catálisis, purificación de agua y aire, dispositivos biomédicos, almacenamiento de energía, modificación de alimentos, preparación de cosméticos, hasta la preparación de materiales compuestos y de construcción (Vanderfleet & Cranston, 2020).

Si bien es cierto que existen varias fuentes de biomasa vegetal que pueden servir como materia prima para la extracción de cristales de celulosa, el bambú ofrece ciertas ventajas por ser un recurso renovable de rápido crecimiento con una duración del ciclo de madurez de aproximadamente 4 años. Así mismo, la masa de bambú se encuentra conformada por celulosa, hemicelulosa y lignina que en conjunto corresponden al 95% de la masa total. Además, el bambú posee altos porcentajes de celulosa (73,83%) en comparación al tallo de maíz (38,33 - 40.31%), paja de arroz, (28.42 - 48.33 %), yute (69.21 - 72.35%) y sisal (43.85- 56.63%) (Rasheed, Jawaid, Parveez, Zuriyati, & Khan, 2020). Por lo tanto, en la presente investigación se aisló cristales de celulosa a partir de fibra de bambú, simplificando y optimizando condiciones de extracción y disolución para eliminar ceras, hemicelulosa, lignina y otras impurezas. La fibra de bambú exenta de impurezas, fue blanqueada y luego hidrolizada con ácido clorhídrico para la obtención de los cristales de celulosa (CC). La identificación del compuesto celulósico, su estructura cristalina, pureza y otras propiedades fueron llevadas a cabo por medio de caracterizaciones fisicoquímicas.

La finalidad del trabajo en la síntesis de cristales de celulosa radica en llevar a cabo un correcto proceso de síntesis basándose en la importancia de la caracterización, por tal motivo se ha implementado la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier para identificar y monitorear los factores que pueden afectar en la estructura de la celulosa, la difracción de rayos x estudiar la estructura cristalina de los cristales de celulosa y observar que relaciones de síntesis son las más adecuadas para que no afecten en la estructura cristalina, adicionalmente se llevó a cabo una última caracterización por microscopia

electrónica de barrido (SEM) para observar la morfología y comprender su forma, tamaño y distribución de los cristales.

Para una mejor exposición del trabajo realizado, la presente memoria ha sido estructurada en cuatro capítulos. En el Capítulo 1 que lo conforma el Marco Teórico se detalla cada uno de los aspectos importantes de este trabajo con la recopilación de fuentes bibliológicas, para una mejor base de conocimiento del trabajo investigativo. El Capítulo 2 describe los Materiales y Métodos empleados en la presente investigación. La Discusión de Resultados presentada en el Capítulo 3 permite explicar el los hallazgos del trabajo experimental, a partir de los cuales se formulan criterios que son presentados en el Capítulo 4 de Conclusiones y Recomendaciones.

## Capítulo uno

### Marco teórico

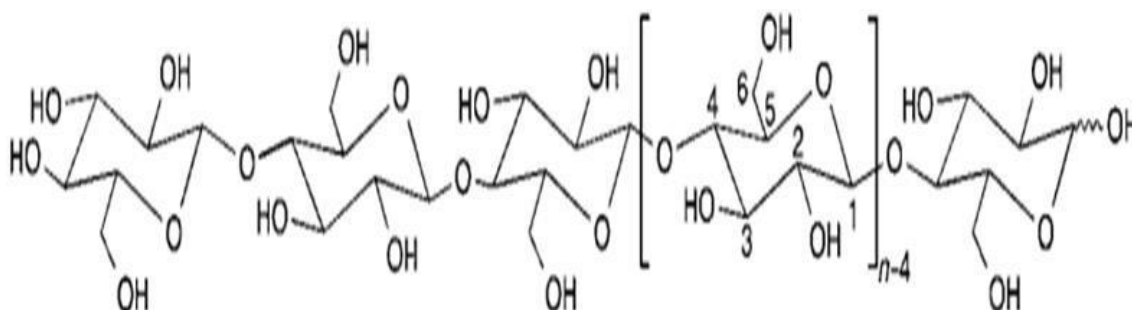
#### 1.1 Celulosa

La celulosa es el componente más abundante de la biosfera con una producción y descomposición aproximada de  $1.5 \times 10^{12}$  toneladas por año (T Heinze and T Liebert, 2012). Al ser un recurso renovable y biodegradable cubre un gran interés científico para diversas aplicaciones con la finalidad de resolver problemas ambientales y de reciclaje.

La figura 1 presenta la estructura molecular de la celulosa como un polímero de carbohidrato generado por medio de moléculas similares de  $\beta$ -D-glucopiranosas unidas covalentemente por funciones acetal entre el grupo OH ecuatorial de C4 y C1 ( $\beta$ -1,4-glucano) es el átomo donde se forma biogenéticamente la celulosa.

**Figura 1**

*Estructura de la celulosa*



*Nota.* Adoptado de Review Polymer Ciencia Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material, (Klemm, Heublein, Fink, & Bohn, 2005).

#### 1.2 Propiedades de la celulosa

La celulosa al poseer una estructura única tiene una alta resistencia a la tracción debido a sus enlaces de hidrógeno entre las cadenas individuales de las microfibrillas, esta resistencia a la tracción producida por las microfibrillas se asemeja a la del acero. Además,

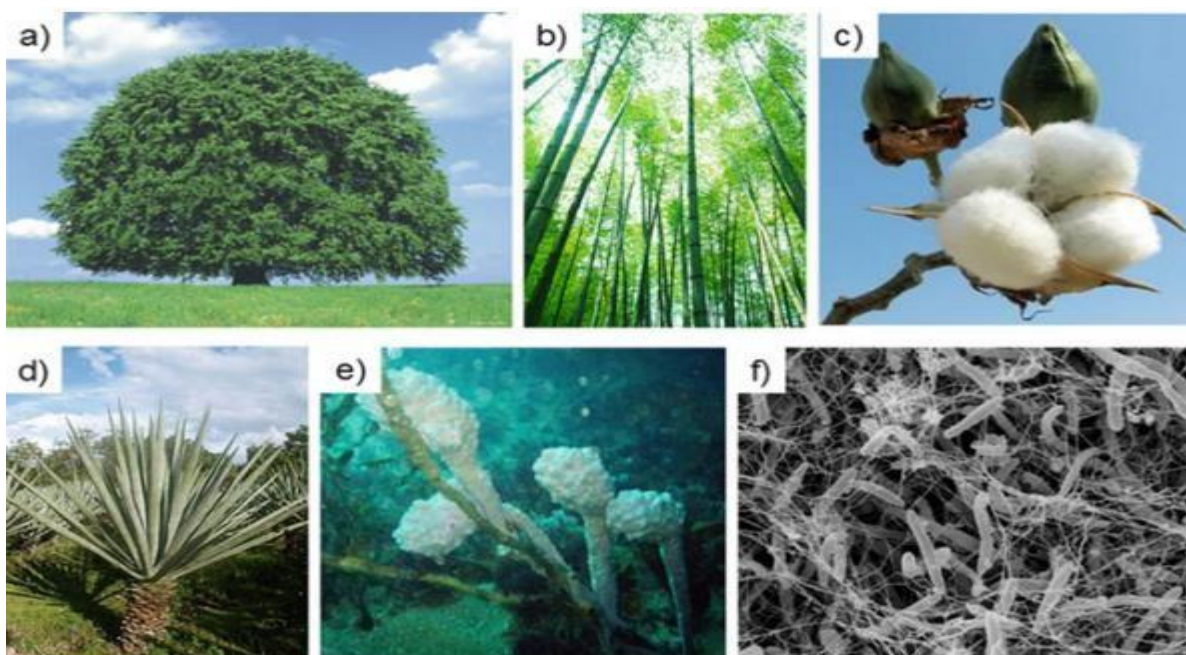
la celulosa, que es uno de los carbohidratos más abundantes en la naturaleza, es soluble en solventes orgánicos. (biology, 2023).

### 1.3 Materiales celulósicos

La celulosa se encuentra distribuida en plantas, animales, algas, hongos y bacterias como se puede observar en la Figura 2

**Figura 2**

*Materiales de origen celulósico*



*Nota.* Selección de fuentes importantes de celulosa: (a) madera dura (haya), (b) bambú, (c) algodón, (d) sisal, (e) tunicine, y (f) *Gluconacetobacter xylinum* Reproducido de Schubert et al. (2011).

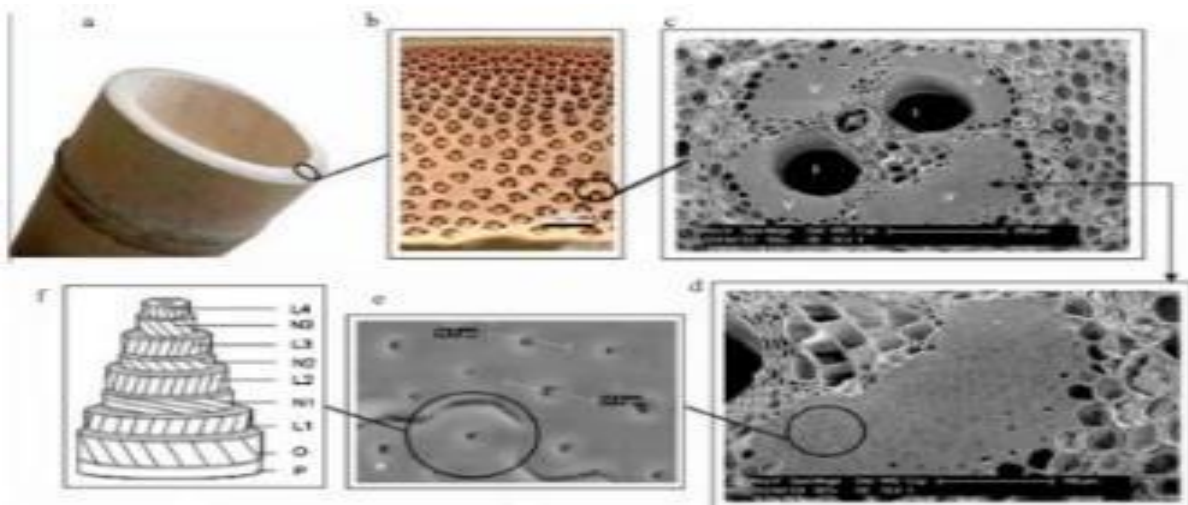
La mayor cantidad de fuentes de celulosa se encuentra en las fibras vegetales, la arquitectura de las paredes vegetales conforma el 40% de la fracción de carbono en las plantas, entre ellas puede estar conformada por hemicelulosa, ligninas y cantidades pequeñas de extractos. La madera puede llegar a contener entre un 40 y 50 % en peso de celulosa, bagazo (35-45 % en peso), cáñamo (75-80%), y ramio (70-75%) siendo el algodón la fuente de celulosa más pura llegando a poseer más 90% en peso (Wondraczek & Heinze, 2015).

#### 1.3.1 *Bambú*

Los materiales de fibra de bambú han tenido mucha acogida debido a las fibras de celulosa que lo conforman, el bambú pertenece a la familia de Gramíneas *Bambusoideae*. Las fibras celulósicas de bambú poseen baja densidad, bajo costo, y alta resistencia mecánica. En la figura 3 se muestra la conformación estructural del bambú que posee un cilindro hueco dividido por varios diafragmas con anillos en el exterior denominados entrenodos, de donde se proyectan las ramas.

**Figura 3**

*Conformación estructural del bambú*



*Nota.* (a) Culmo de bambú, (b) sección transversal del culmo de bambú, (c) haz vascular, (d) hebra de fibra, (e) fibras elementales (f) modelo de estructura de polilamelas de bambú (Zakikhani, 2014).

### **1.3.2 Caña de azúcar**

El bagazo de caña de azúcar es un desecho fibroso abundante que se da en la industria de caña de azúcar. El bagazo de caña de azúcar también es utilizado como fuente de alimento para animales, para la obtención de enzimas y biocombustible, así como para la fabricación de papel. El rendimiento de celulosa en este desecho va del 40 al 50 %, lo cual es bueno para la síntesis de nanocristales de celulosa (NCC) (RZ Khoo, 2018).

### **1.3.3 Cáscara de maíz**

La cáscara de maíz es uno de los residuos agrícolas que posee una facilidad de disponibilidad para obtener biomasa lignocelulósica renovable, posee entre un 30 a 40 % de celulosa de su masa seca. (P. Kampeerappun, 2015).

### **1.3.4 Papel periódico**

Es un material que contiene 40% de celulosa y a su vez es un desecho de biomasa debido a que se produce y desecha en millones de toneladas en todo el mundo, a pesar de los esfuerzos de reciclaje, este material sigue produciendo importantes cantidades de desechos urbanos e industriales. La producción de papel a partir de este desecho produce un producto de menor calidad, por lo que se deben encontrar alternativas para reciclarlo. La producción de NCC ofrece una alternativa al reciclaje y soluciona el problema de los subproductos en el reciclaje de papel (Danial, y otros, 2015).

### **1.3.5 Cáscara de nuez**

Las semillas de nuez constituyen el 50 - 60 % del peso total de la fruta, por lo que la generación de cáscara de nuez por año es inmensa; sin embargo, las semillas pueden ser valiosas para extraer componentes de interés como los NCC y proporcionar una estrategia de valoración a esta biomasa que posee de un 40 a 50% de celulosa. (Morales & Gullón, 2022).

### **1.3.6 Aplicaciones de la celulosa**

El mayor uso que se da a la celulosa es en la elaboración de cartones y papeles, además para obtener fibras textiles y derivados como el acetato y nitrato de celulosa (Tejedor & Sanz, 2023).

## **1.4 Nanopartículas de celulosa**

Las varias formas de nanomateriales que se producen a partir de la celulosa se las considera como nanomateriales celulósicos o de nanocelulosa, los cuales son objeto de

investigaciones en todo el mundo, para poder utilizarlos como materiales de refuerzo debido a su alta resistencia, bajo costo relativo y alta disponibilidad (Thomas, y otros, 2020).

Las nanopartículas de celulosa poseen un alto módulo de Young, elevada cristalinidad y área superficial específica. En la estructura de las diversas fibras vegetales, las fibras de lignocelulosa poseen celulosa semicristalina incrustada en una matriz amorfa que está compuesta de lignina y hemicelulosa, las cuales otorgan resistencia mecánica, biodegradabilidad y son útiles para producir nanocompuestos de baja densidad y propiedades mecánicas, ópticas y de barrera mejoradas y controladas (Mariano & Dufresne, 2014).

### **1.5 Nanocrisales de la celulosa**

Los nanocrisales de celulosa (NCC) son un producto derivado de la celulosa que se obtiene a través de un proceso de hidrólisis ácida. Estos materiales poseen regiones cristalinas que poseen propiedades únicas, además de ser de bajo costo, sostenibles y ecológicos para diversas aplicaciones. Así mismo, estos materiales pueden ser funcionalizados con diversos compuestos para satisfacer requisitos desafiantes (Shankaran, 2018), tales como catalizadores verdes, materiales implantes, materiales de liberación controlada de fármacos, estabilizantes en alimentos para mejorar su vida útil, cosméticos, sensores, dispositivos eléctricos, purificación de agua, etc.

### **1.6 Síntesis de los cristales de celulosa**

Para sintetizar cristales de celulosa, primeramente, se debe realizar la selección de una buena fuente de materia prima que posea porcentajes elevados de celulosa, e identificar la metodología de síntesis más adecuada ya que según la materia prima seleccionada, el procedimiento experimental podría cambiar. A continuación, se presentan las principales etapas para la obtención de cristales de celulosa, las cuales son comunes en la mayoría de los protocolos de síntesis. Cabe mencionar que el proceso es complejo ya que se debe optimizar las condiciones de reacción. Dicho proceso comprende un preparamiento de la

materia prima vegetal, seguido de un proceso de hidrólisis ácida, hidrólisis enzimática y finalmente tratamiento alcalino (Debnath, Haldar, & Purkait, 2021).

### **1.6.1 Pretratamiento de biomasa**

El tratamiento de biomasa es necesario para evitar agentes contaminantes que interfieran en la síntesis de los CC, este proceso puede darse de muchas formas, todo depende de la fibra o material a trabajar. En el grano gastado de cervecería se lava con agua destilada y se deja secar en un horno con circulación al aire por 12 horas a una temperatura de 50 °C, luego se reduce el tamaño de partícula con ayuda de un molinillo y finalmente se tamiza (Matebie B. Y., Tizazu, Prabhu, & Venkatesa, 2021). Otras biomásas como el papel periódico requieren ser sometidos a calentamiento a una temperatura de 90 °C por 12 horas (Van-Pham, Pham, Tran, & Tran-Cong-Miyata, 2020).

### **1.6.2 Blanqueamiento**

El proceso de blanqueo permite eliminar la lignina remanente que contiene la fibra vegetal, este procedimiento puede darse a través de 3 a 5 etapas de blanqueo secuenciales utilizando hidróxido de sodio (NaOH) acuoso o agentes oxidantes, logrando de esta forma precipitar los compuestos solubles en agua y eliminarlos mediante lavado al vacío. Otra forma de blanquear la fibra es empleando dióxido de cloro (ClO<sub>2</sub>), el cual actúa de forma similar al Cl<sub>2</sub> generando una menor cantidad de residuos organoclorados (Shokri & Adibkia, 2013). También se puede emplear peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) o hipoclorito de sodio (NaCl) como agentes blanqueadores de fibra o biomasa. (Busch & Busch, 2019). El blanqueamiento de la fibra es un procedimiento necesario para obtener un mejor índice de cristalinidad en los nanocristales de celulosa.

### **1.6.3 Aislamiento de cristales de celulosa**

Para aislar los cristales de celulosa, se requiere un tratamiento alcalino por medio de una base fuerte como el convencional hidróxido de sodio (NaOH). Seguidamente se debe

extraer y separar los cristales de celulosa mediante la adición de un ácido fuerte para que se realice la hidrólisis. (Mueller, Weder, & Foster, 2013).

#### **1.6.4 Hidrolisis acida asistida por ultrasonido**

Respecto al procedimiento de hidrólisis ácida, se emplean ácidos tales como el nítrico, clorhídrico, sulfúrico entre otros. La mayor parte de las investigaciones científicas emplean el ácido sulfúrico al 64% para eliminar las secciones amorfas del material.

Por medio de la hidrólisis ácida se destruyen los enlaces glicosídicos de las cadenas de celulosa, provocando la pérdida de las regiones amorfas. Al combinar la hidrólisis con la ultrasonificación, las burbujas impactan sobre las partículas de la celulosa suspendidas en medio ácido, provocando la ruptura de enlaces de hidrógeno, exponiendo a los enlaces hidroxilo. Cabe recalcar que al agregar la ultrasonificación es posible reducir la distribución del tamaño de las partículas (Hoo, y otros, 2022).

#### **1.6.5 Liofilización**

La liofilización permite eliminar el agua de la muestra sin dañar la estructura, a fin de obtener cristales secos y facilitar su almacenamiento para su posterior caracterización (Giorgio, Martín, Salgado, & Mauri, 2020).

### **1.7 Técnicas de caracterización fisicoquímicas**

Entre las principales técnicas para la caracterización fisicoquímica de materiales, se encuentran las siguientes:

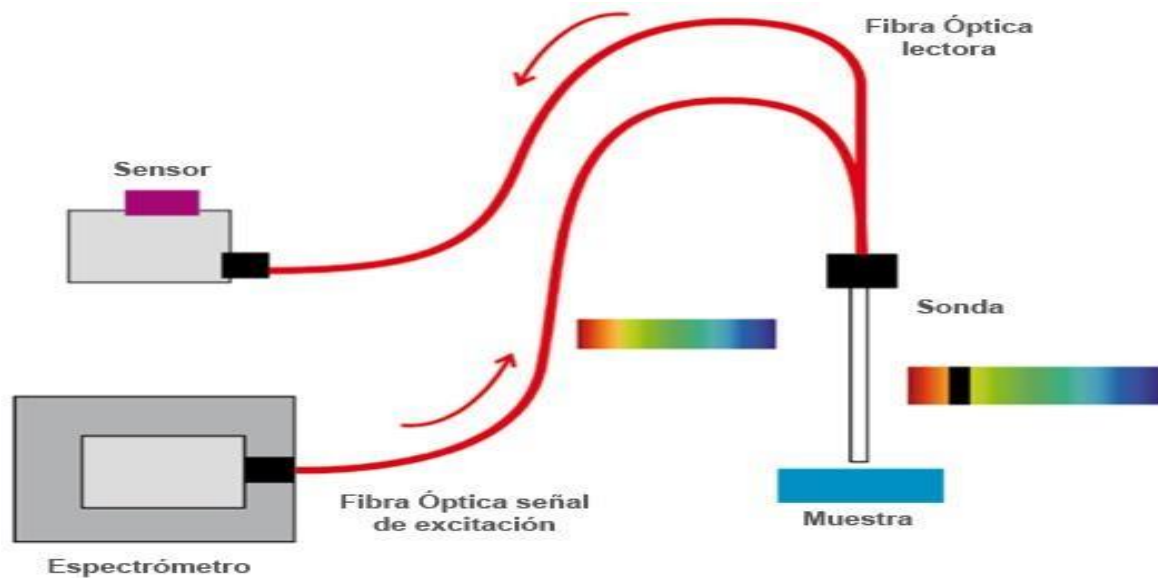
#### **1.7.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (ftir)**

En la figura 4 se puede observar como el equipo de infrarrojo permite identificar varios grupos funcionales por medio de una fibra óptica que discrimina diferentes tipos enlaces químicos, para esclarecer el comportamiento del material (Mekonnen & Lya, 2021). Cabe recalcar que este equipo se lo emplea en diversos materiales como: semiconductores,

polímeros, mineralogía, biomedicina, análisis de gases y para monitoreo del ambiente atmosférico.

**Figura 4**

*Espectrometría infrarroja con transformada de fourier (ftir)*



*Nota.* Adaptado de Análisis no destructivo para el estudio in situ del arte, la arqueología y la historia (2023).

### 1.7.2 Difracción de rayos x (xdr)

Es un método que permite estudiar la estructura, composición, propiedades físicas de los materiales por medio de sus estructuras cristalinas. Esta técnica de caracterización es útil en la ciencia de los materiales ya que permite desarrollar productos y optimizar procesos industriales. Gracias a la difracción de rayos X, es posible cuantificar el grado de cristalinidad, el tamaño y la forma de los cristales de celulosa. (Measurlabs, 2023).

Figura 5

Interior de un difractómetro de rayos x



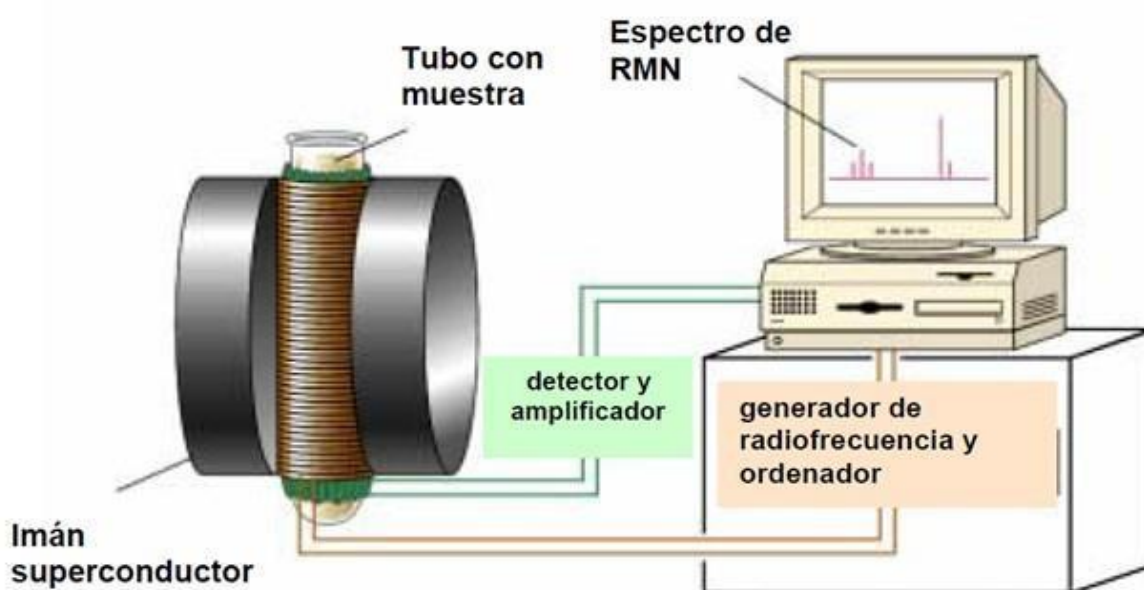
Nota. Adaptado de New Mexico Bureau of Geology & Mineral Resources New Mexico Institute of Mining & Technology. (2022).

### 1.7.3 Resonancia magnética nuclear (rmn)

El equipo de resonancia magnética nuclear permite estudiar las propiedades fisicoquímicas de la materia. En el campo de la investigación se emplea para determinar la identidad y estructura molecular de los compuestos orgánicos.

Figura 6

Equipo rmn



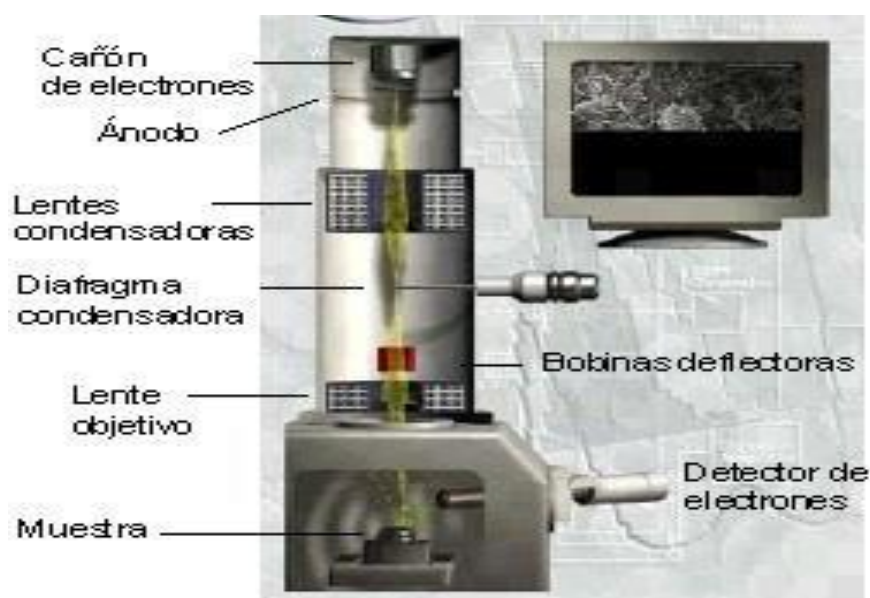
Nota. Adaptado de Sliderplayer Química Analítica III Resonancia Magnética Nuclear .Reina, E. (2014).

### 1.7.4 Microscopía electrónica de barrido (sem)

La microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es un efectivo método de análisis de materiales orgánicos e inorgánicos en una escala nanométrica o micrométrica, Este instrumento de análisis permite la obtención de imágenes con excelente precisión de una amplia gama de materiales. (MOHAMMED & ABDULLAH., 2018). Este equipo es esencial para diversas aplicaciones como el estudio de metales, cerámicas, compuestos orgánicos, etc., convirtiéndolo en una herramienta útil para la investigación científica en análisis de materiales.

**Figura 7**

*Arquitectura de un sem*



*Nota.* Adaptado de BiologíaSur. Microscopio electrónico de barrido. (2023).

## 1.8 Aplicaciones de nanocristales de celulosa

Los cristales de celulosa (cc) poseen un gran potencial para sintetizar diferentes tipos de materiales avanzados con una amplia variedad de aplicaciones.

### 1.8.1 Materiales poliméricos compuestos

Los cristales de celulosa (cc) poseen la capacidad de funcionalizarse con otros polímeros para formar un copolímero con propiedades únicas que serán relevantes según la aplicación que se le desee dar.

### **1.8.2 Catálisis**

Los cc son matrices de soporte ideales para los catalizadores debido a su gran área superficial específica, la cual permite la admisión directa de catalizadores, así como ser funcionalización con otras fracciones para soportar los catalizadores (Shaoqu Xie, 2018).

### **1.8.3 Nanomedicina**

Los materiales de celulosa cristalina, tales como los ncc, han despertado gran interés biomédico en los últimos años debido a su uso potencial en el suministro de medicamentos con resultados clínicos mejorados. (Aziz T. , y otros, 2021).

## Capítulo dos

### Métodos y materiales

#### 2.1 Pretratamiento de Biomasa

##### 2.1.1 Eliminación de grasas e impurezas

Se realizó un proceso de extracción en el equipo soxhlet con una relación biomasa/disolvente de 1:12 g/mL con una mezcla de disolvente de Etanol/Tolueno en relación 2:1 v/v por un tiempo de 6 horas a 77 °C. A continuación, en la figura 2.1 se puede observar el proceso de extracción de la biomasa con el disolvente.

**Figura 8**

*Extracción soxhlet*



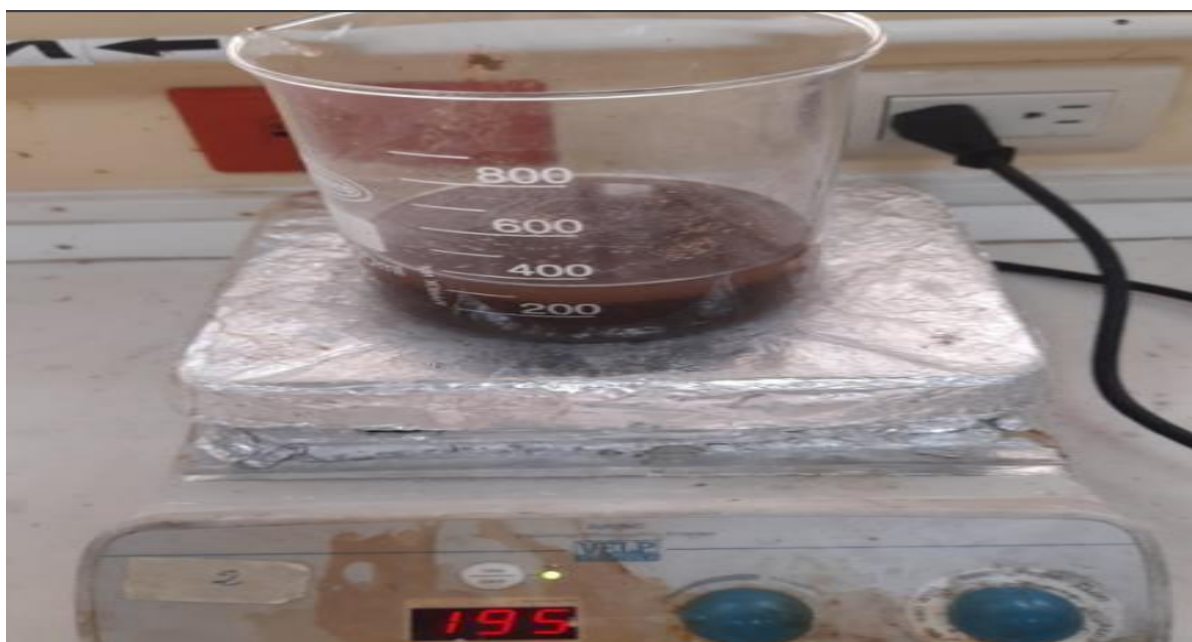
*Nota.* Pretratamiento de biomasa eliminación de impurezas.

##### 2.1.2 Eliminación de exceso de tolueno

Posteriormente la fibra de bambú desparafinada fue lavada con etanol al 96%, utilizando una relación en peso de 1:14 g/mL a 70 °C por 2.5 h para eliminar el tolueno residual y otras impurezas.

**Figura 9**

Eliminación de tolueno



*Nota.* Pretratamiento de biomasa eliminación de exceso de tolueno mediante la adicción de etanol absoluto.

## **2.2 Blanqueamiento y proceso alcalino**

### **2.2.1 Blanqueamiento de fibra de bambú, alcalinización y neutralización de pH**

Posteriormente, se realizó el blanqueo a una temperatura de 75-80 °C agregando la fibra previamente obtenida a una solución precalentada de peróxido de hidrogeno al 24 % e hidróxido de sodio al 4 %. La mezcla preparada, con relación 1:20 g/mL, se mantuvo en agitación mecánica durante 1.5 h, luego de lo cual se dejó enfriar a temperatura ambiente y se lavó mediante filtración a vacío hasta llegar a pH = 7.

El proceso previamente explicado se lo realizo 5 veces hasta obtener una pulpa de color blanco, en la figura 10 se puede observar el proceso de blanqueamiento.

**Figura 10**

*Proceso de blanqueamiento de la fibra de bambú*



*Nota.* Proceso de blanqueamiento de biomasa para la eliminación de la lignina.

Después del proceso de blanqueamiento, la fibra fue tratada con una solución de NaOH al 2 % p/v a 80-89 °C por un tiempo de 2 h bajo agitación magnética con una relación de 1:20 g/mL. Luego se lavó mediante filtración a vacío y de igual forma se llegó a la neutralización para dejarlo en una estufa a 45 °C por 6 horas.

## **2.3 Producción de cristales de celulosa**

### **2.3.1 Aislamiento de cristales de celulosa (cc)**

La fibra fue triturada para obtener un derivado de celulosa al cual se lo denominó celulosa de fibra de bambú (CFB). Este derivado fue almacenado en un desecador al vacío

por 24 horas, luego de lo cual fue colocado en un matraz de dos bocas con una solución de ácido clorhídrico 3 M en relación de 1:20 g/mL y se mantuvo por 3 horas bajo condiciones de reflujo a una temperatura de 75 °C y con agitación magnética como se puede observar en la figura 2.3. Después el proceso se realizó en baño de agua, y al cabo del tiempo establecido, se adicionó dentro del balón agua destilada a 4 °C con una relación 1:20 mL/mL a fin de detener la reacción.

### Figura 11

*Proceso de hidrolisis con ácido clorhídrico 3 molar*



*Nota.* Aplicación de Hidrolisis acida sobre el material celulósico derivado de la fibra de bambú.

#### **2.3.2 Centrifugación y suspensión de (cc)**

El producto obtenido en el paso anterior fue colocado en tubos de centrifugación y se centrifugó a 1000 rpm por 10 minutos luego de lo cual se eliminó el sobrenadante. Este proceso se repitió varias veces, adicionando agua en cada ocasión, hasta llegar a un pH neutro. Finalmente se sometió a ultrasonido por 20 minutos.

**Figura 12**

*Celulosa cristalina (cc)*



*Nota.* Estabilización de pH neutro de la celulosa cristalina por centrifugaciones.

### **2.3.3 Almacenamiento y liofilización**

El producto obtenido fue almacenado a una temperatura de 4 °C. Seguidamente se procedió a secar los cristales mediante liofilización. Para ello se utilizó el liofilizador de marca Labconco modelo 7754047 que opera con una potencia de 5 KW y un voltaje de 220 V, en el cual la muestra fue mantenida por un tiempo de 3 días hasta la obtención de cristales en estado sólido. Finalmente, los cristales fueron sometidos a caracterización.

### **2.4 Caracterización fisicoquímica de los cristales de celulosa**

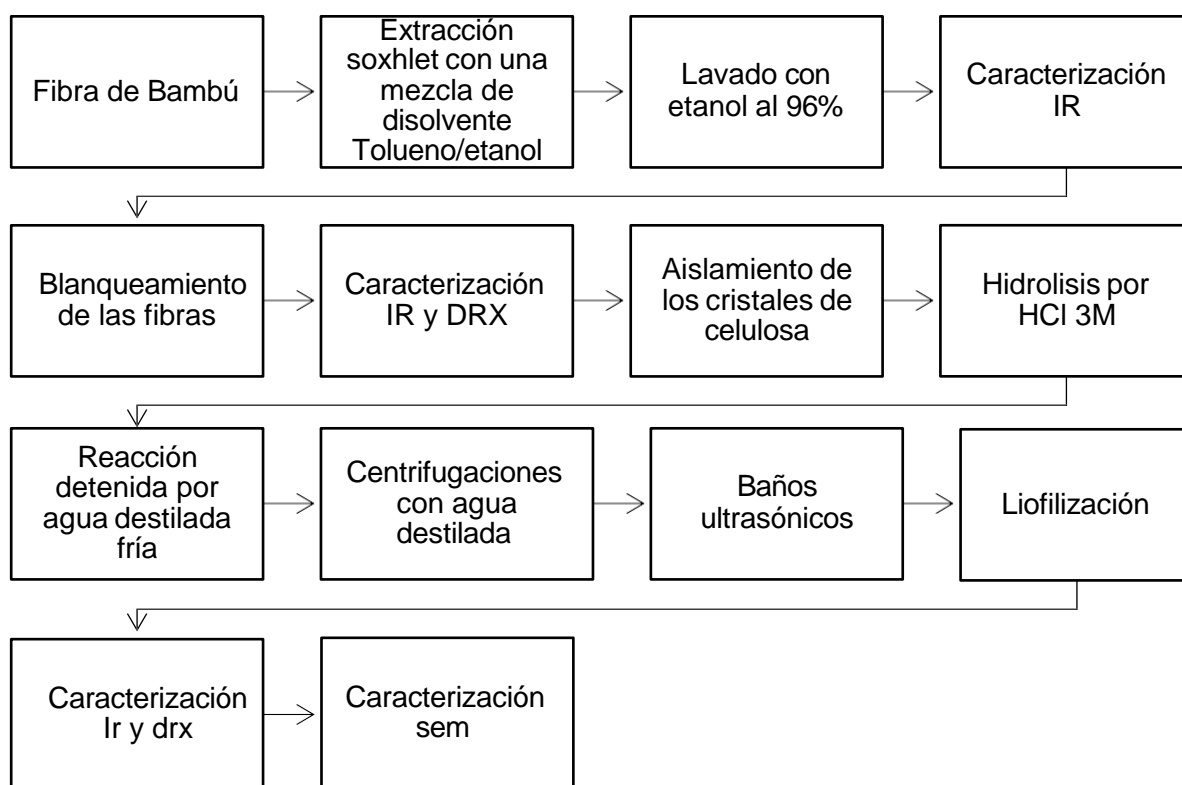
Los espectros infrarrojos fueron obtenidos en el equipo (FTI-R Thermo Scientific TM iS TM 5), en tanto que los difractogramas fueron obtenidos en el Difractómetro de rayos X marca Burker, modelo D8 Advance Eco. Ambos equipos, están ubicados en las instalaciones de la UTPL. Por otra parte, la morfología de los cristales de celulosa se observó mediante

microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizando un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo Tesca Mira 3.

En la figura 12 se encuentra simplificada de mejor forma el proceso realizado para la síntesis de cristales de celulosa.

**Figura 12**

*Diagrama de flujo de la metodología*



*Nota.* Diagrama de flujo sobre el procedimiento realizado para la síntesis de cristales de celulosa.

## Capítulo tres

### Resultados y discusión

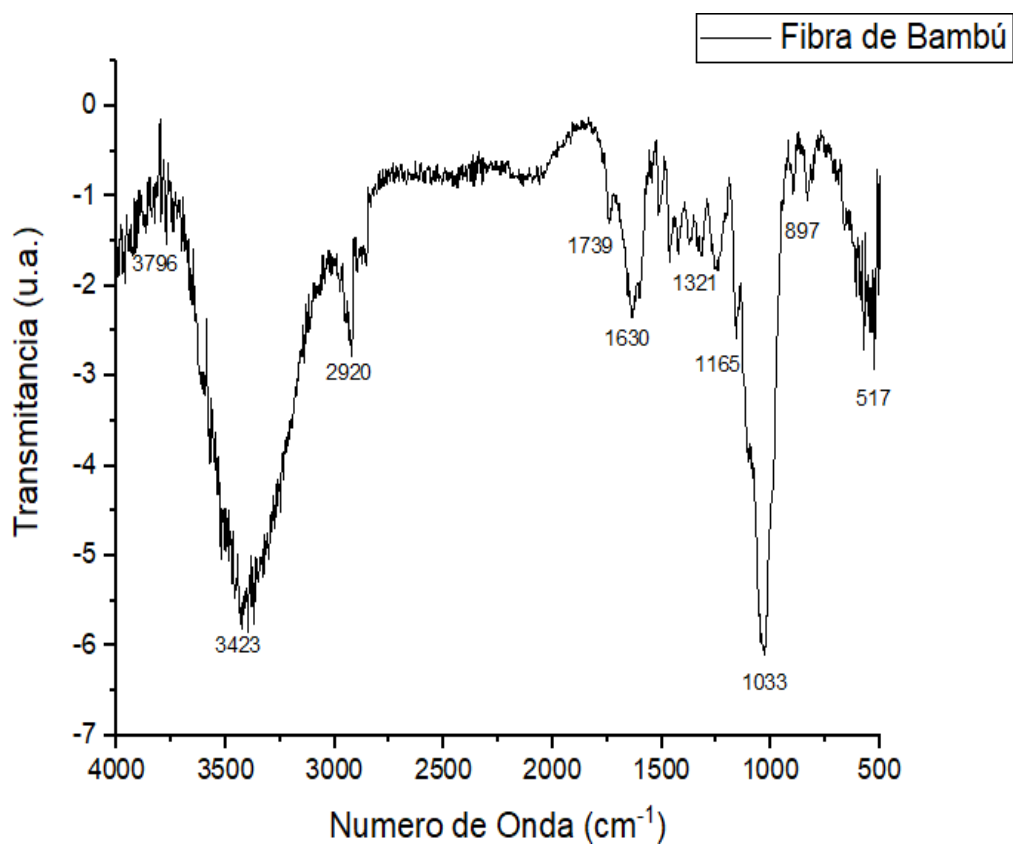
#### 3.1 Caracterización fisicoquímica de los materiales

##### 3.1.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier (fitr)

La fibra de bambú (fb), el material celulósico obtenido de la fibra de bambú (cfb) y los cristales de celulosa (cc) fueron caracterizados por F-TIR. En la figura 13 se puede observar el espectro infrarrojo correspondiente a la fibra de bambú, la cual fue utilizada como materia prima para la extracción de los cristales de celulosa.

Figura 13

*Espectroscopia infrarroja de la fibra de bambú*



Nota. FTIR de la materia prima: fibra de bambú FB.

En la figura 13 se pueden identificar picos en el rango de los 3400 - 3800  $\text{cm}^{-1}$ , así como un pico alrededor de los 2900  $\text{cm}^{-1}$ . Estos picos representan las vibraciones de estiramiento de los grupos O-H y C-H, respectivamente, los cuales son característicos de la molécula de celulosa (Wang, y otros, 2022). Por su parte, los picos ubicados a los 1739, 1630, 1321 y 1165  $\text{cm}^{-1}$ , son característicos de los grupos O- H, N-H, C-H, y C-N que contiene la fibra de bambú y que corresponde a la lignina (Sun, Huang, Wang, & Liu, 2014). El pico ubicado a los 1033  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento C-O y C-C, mientras que el pico ubicado a los 897  $\text{cm}^{-1}$  sugiere una deformación del tipo C(1)-H( $\beta$ ).

**Tabla 1**

*Asignación de grupos funcionales según el número de onda de cada espectro de la fibra de bambú*

<b>Número de onda (<math>\text{cm}^{-1}</math>)</b>	<b>Asignación de grupo funcional</b>
3796	Estiramiento de grupo OH
3423	Estiramiento de enlaces de N-H
2920	Tensión de C-H
1739	Flexión de O-H
1630	Flexión de N-H
1321	Flexión de C-H
1165	Flexión de C-N
1033	Estiramiento C-O y C-C
897	Deformación C (1) –H ( $\beta$ )

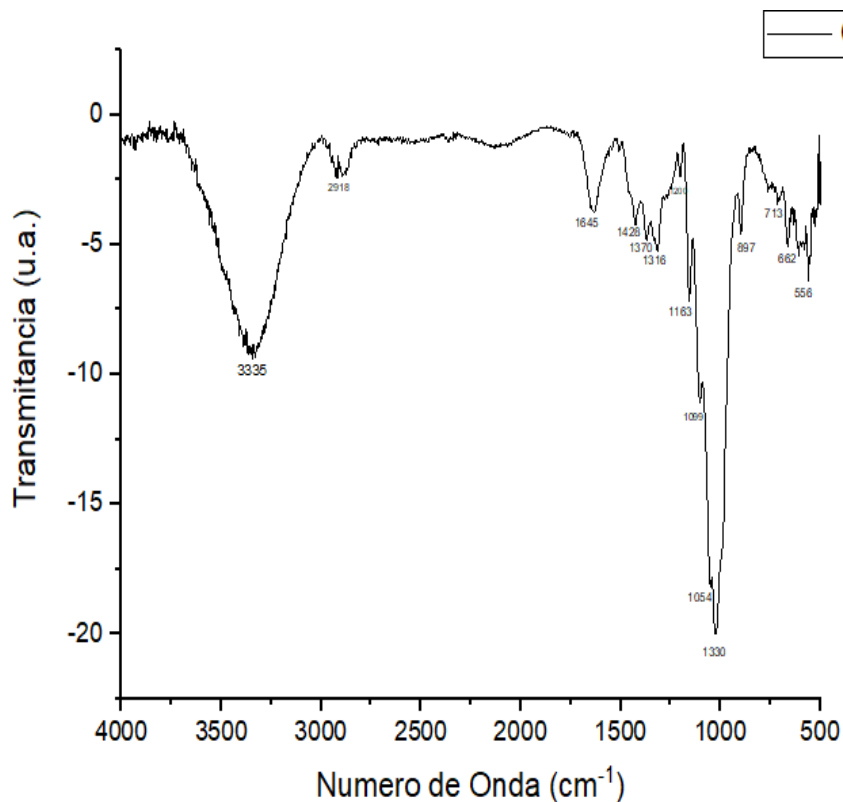
*Nota.* Representación de grupos funcionales según su longitud de onda para el espectro de fibra de bambú.

### **3.1.2 Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier de (cfb)**

En la figura 14 se presenta el espectro infrarrojo correspondiente a la celulosa derivada de la fibra de bambú (CFB).

**Figura 14**

*Espectro infrarrojo de la celulosa derivada del a fibra de bambú*



*Nota.* FTIR de CFB.

En la figura 14 se detectó un pico en  $1645\text{ cm}^{-1}$  que representa las relaciones de vibraciones de flexión de O-H entre la interacción de la celulosa y el agua, las bandas que se encuentran en un rango de 1420, 1430 y  $898\text{ cm}^{-1}$  son representadas como el índice de orden lateral la cual esta relaciona con el grado de orden general de la celulosa (Arbelaiz & Orue, 2023), como se puede observar en el presente espectro la eliminación del pico  $1321\text{ cm}^{-1}$  nos demuestra que el proceso de blanqueo elimina la región de lignina (Wang, y otros, 2022), haciendo que sea eficiente realizar un proceso de blanqueo para eliminar este tipo de grasas.

Tabla 2

Asignación de espectros ir de (cfb)

Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Asignación de grupo funcional
3335	Estiramiento de O-H
2918	Tensión de C-H
1645	Agua absorbida (flexión)
1428	Grupo CHO

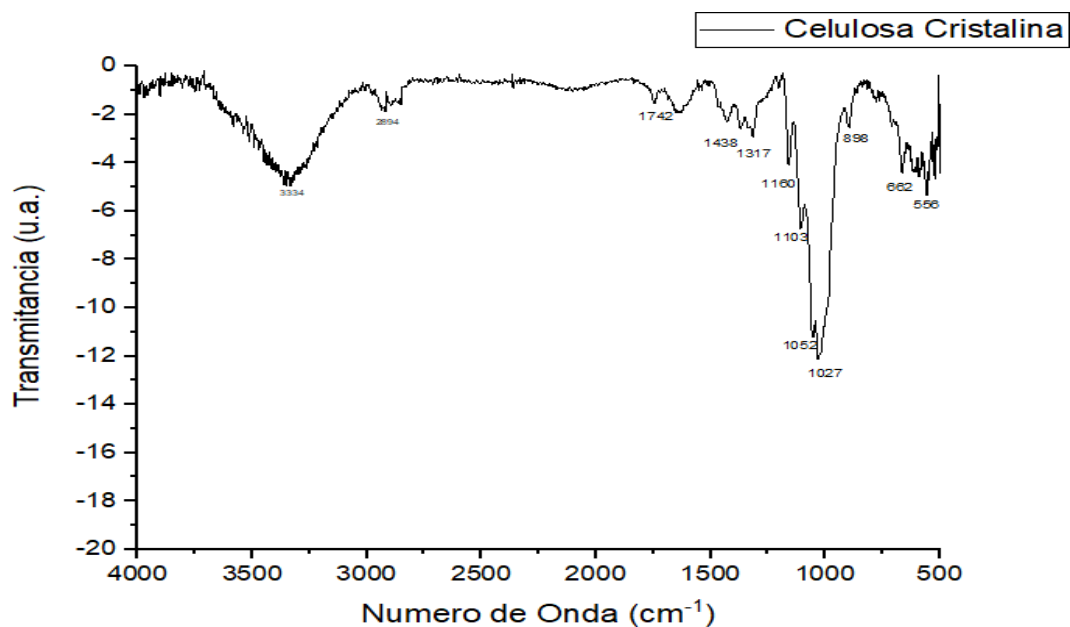
Nota. Representación de grupos funcionales según su longitud de onda para el espectro de fibra de cfb.

### 3.1.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de fourier de la celulosa cristalina (cc)

En la figura 15 se presenta el espectro infrarrojo correspondiente a la celulosa cristalina (cc).

Figura 15

Espectro infrarrojo de la celulosa cristalina (cc)



Nota. FTIR de la celulosa cristalina CC.

Respecto a la figura 13 y 14 todas las muestras poseen un pico intenso que se encuentra cercano a  $3334\text{ cm}^{-1}$  y uno débil de  $2890\text{ cm}^{-1}$ , los cuales reflejan los estiramientos de OH y CH de la molécula de la celulosa (Mohamed, Salleh, Jaafar, Asri, & Ismail, 2015). En la muestra hidrolizada de la figura 15 es posible observar un pico en  $1742\text{ cm}^{-1}$  correspondiente a un enlace carbonilo probablemente de un grupo acetilo, lo que quiere decir que podría haberse formado grupos de ácidos carboxílicos en la superficie de los cristales de celulosa (Lanxing, y otros, 2017). Además, en esta última figura es evidente que se han eliminado las interacciones de la celulosa con agua debido al proceso de liofilización, en la onda  $1160\text{ cm}^{-1}$  esta asociada a el estiramiento de C-O y C-H de los enlaces glucosídicos, siendo típico de la celulosa. (Hastuti, Kanomata, & Kitaoka, Hydrochloric Acid Hydrolysis of Pulps from Oil Palm Empty Fruit, 2018)

**Tabla 3**

*Asignación de espectros ir de la celulosa cristalina (cc)*

Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Asignación de grupo funcional
3334	Estiramiento de O-H
2894	Tensión de C-H
1742	grupos de ácido carboxílico

*Nota.* Representación de grupos funcionales según su longitud de onda para el espectro de la celulosa cristalina.

### 3.1.4 Difracción de Rayos x

El equipo de difracción de rayos X (drx) fue utilizado para caracterizar las muestras de CFB y CC. Este equipo emplea radiación Cu-K $\alpha$  de  $\lambda = 1.54060\text{Å}$ , un voltaje de 40 KV y una intensidad de corriente de 150 mA.

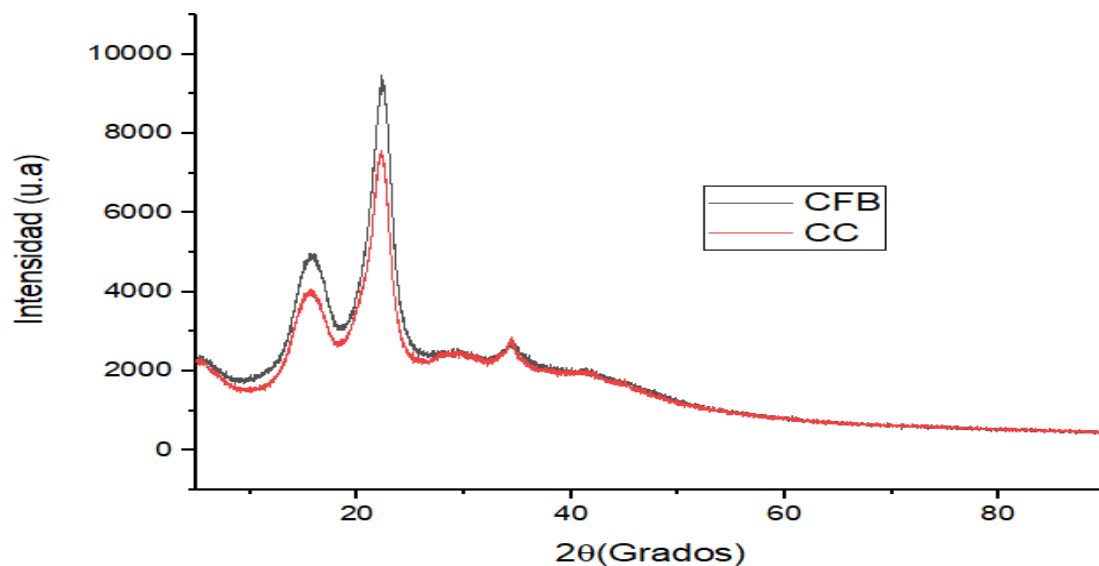
Para poder calcular el índice de cristalinidad se empleó el método Segal (Yu, Qin, Liang, Liu, & Chen, 2013) para un rango  $2\theta$  de 4 a  $90^\circ$  con una frecuencia de 4 grados/min.

Donde  $I_{200}$  es la intensidad del pico cristalino que va de  $22^\circ$  y  $23^\circ$  y  $I_{amorfa}$  es la intensidad de  $2\theta$  sobre  $18^\circ$  y  $19^\circ$ .

$$X_c = \frac{I_{200} - I_{amorfa}}{I_{200}} \times 100$$

**Figura 16**

*Difractogramas de la celulosa derivada de la fibra de bambú en comparación con la celulosa cristalina*



*Nota.* Difractograma sobre las muestras detectadas de cbf y cc.

En la difracción de rayos x que está en la figura 16 se analizaron las muestras de cc y cbf donde hubo tres picos de difracción principales a  $2\theta = 18.3^\circ$ ,  $22.4^\circ$  y  $35^\circ$  los cuales representan los planos cristalina de la estructura característica de la celulosa según los reportes en la literatura (Lu & Hsieh, 2010). El pico a  $18.3^\circ$  representa el pico contorneado de  $I\beta$ , el segundo pico a  $22.4^\circ$  es la distancia de los enlaces hidrogeno y celulosa, y el ultimo pico a  $35^\circ$  corresponde a  $1/4$  de la longitud de una unidad de celobiosa (Prasanna & Mitra, 2020).

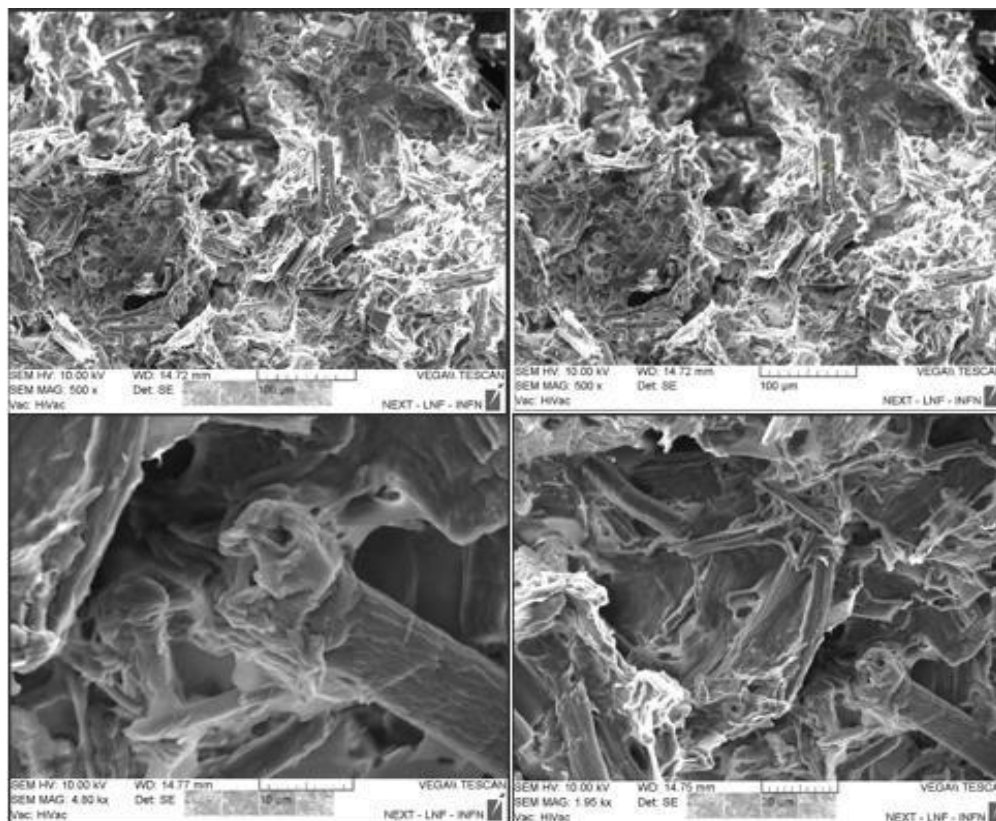
El índice de cristalinidad de cbf fue de 49.42 % y en el CC fue de 49.55 % lo que quiere decir que el proceso de hidrólisis ácida no fue suficiente para la obtención de un material altamente cristalino. Esto probablemente se debe a que se trabajó con una concentración de ácido muy baja en comparación a otras investigaciones (Brito, Pereira, Putaux, & Jean, 2012). Aunque es importante mencionar que la concentración de ácido usada en esta investigación también ha sido reportada en varios estudios (Hastuti, Kanomata, & Kitaoka, Hydrochloric Acid Hydrolysis of Pulps from Oil Palm Empty Fruit, 2018).

### 3.1.5 Microscopia electrónica de barrido (sem)

En la figura 17 Se presenta las imágenes de morfología de tamaño de los cristales de celulosa.

**Figura 17**

*Microscopia electrónica de barrido de los cristales de celulosa*



*Nota.* Morfología sobre la distribución de tamaño y orden de los cristales de celulosa.

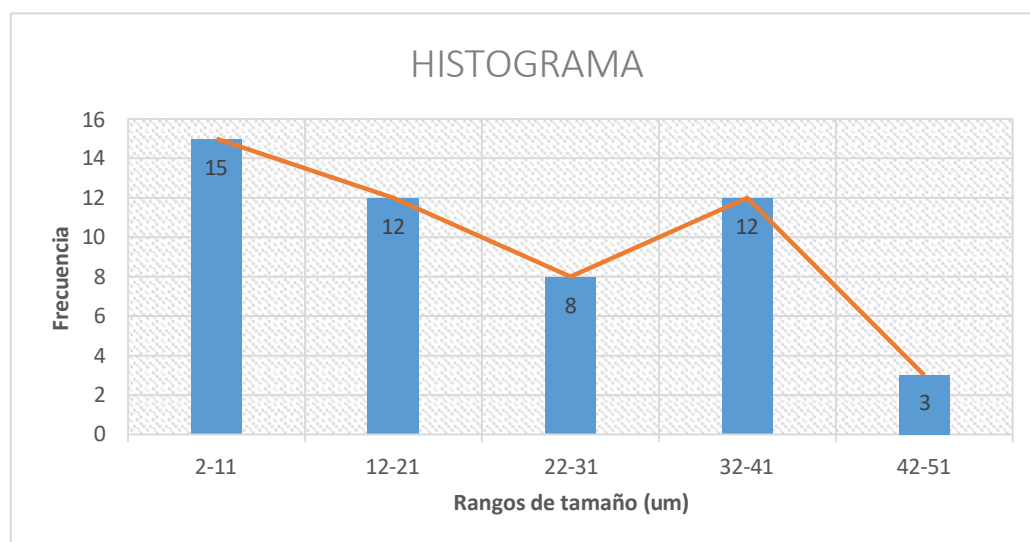
La nucleación es el factor clave para la formación de nuevos núcleos cristalinos y en su morfología como tamaño y orden, por lo que tiene impacto en la distribución de los diferentes tamaños (Benavente, s.f.) Que se pueden observar en la figura 18 donde hay rangos de diferentes tipos de tamaños de cristales que van desde 2-11, 12-21, 22-31, 32-41 y 42, 51  $\mu\text{m}$ .

Dada la heterogeneidad de las imágenes mostradas en la figura 17 se realizó un histograma para determinar la distribución del tamaño de partícula del material obtenido.

Sin embargo debido a que no hay estudios realizados sobre la caracterización de cristales de celulosa a este tamaño, no hubo la posibilidad de poder realizar una comparativa a mayor detalle, a pesar de ello en el transcurso de la síntesis se pudo identificar las variables que pudieron haber afectado a la distribución de tamaño de los cristales.

**Figura 18**

*Histograma sobre la distribución de los tamaños de los cristales de celulosa*



*Nota.* Grafica de frecuencia y distribución de tamaños.

Como se puede observar en la figura 18 la distribución del tamaño de partícula no es uniforme para los rangos considerados en este estudio. Probablemente esta desviación de la normalidad, podría deberse a la falta de precisión durante la adicción del ácido en la CBF, al

igual que el tiempo de reacción y la temperatura en la hidrólisis. Por lo tanto al ser éstas, variables críticas para la obtención de los cristales de celulosa, se debe considerar ajustar el protocolo en la etapa de hidrólisis ácida procurando estandarizar el proceso. (Meija, y otros, 2020).

## Conclusiones

Se pudo llevar a cabo el proceso de síntesis identificando y modificando cada una de las variables de operación basándose en análisis de caracterización, al implementar la espectroscopia infrarrojo por transformada de Fourier se analizó como el tiempo, concentración y temperatura son muy relevantes para poder eliminar las grasas que posee la fibra de bambú.

Al realizar el proceso de blanqueamiento se aplicó la caracterización FTIR y DRX, mediante el cual se analizó la eliminación de las grasas y por difracción de rayos x para saber el tamaño de cristalización, llegando a obtener un 35 % de rendimiento.

Al obtener los cristales de celulosa se comprobó una diferencia en el índice de cristalinidad en comparación con el CFB, dando un índice de un 49.42% para CBF y de 49.55 % para CC esto se debe principalmente por la concentración de ácido clorhídrico que se usó en la operación.

En la caracterización por microscopia electrónica de barrido (SEM) pudo visualizar la morfología de distribución de los cristales, como su tamaño y forma, la distribución de los tamaños no fue uniforme esto se debe principalmente en la adición del ácido clorhídrico ya que es primordial aplicarlo gota a gota para que ocurra de mejor forma correcta la nucleación y se dé mejor la cristalización y no sufra daños el CFB.

Para poder dar una aplicación a los cristales de celulosa se sintetizó un copolímero PVA-g-LA que sirvió como matriz para otorgar propiedades de biodegradación y mejora de propiedades piezoeléctricas dando 1 voltio de voltaje, esto se debió principalmente por la diferencia que hay entre los grupos hidrofílicos del PVA y LA, sin embargo la desventaja que presenta es que se llegó a descomponer en temperatura ambiente, por tal razón se almacena a una temperatura de 4 °C para evitar que se rompan sus monómeros y se dé la degradación.

## Recomendaciones

Al realizar el proceso de eliminación de grasas se recomienda tener en consideración en las proporciones adecuadas de biomasa y disolvente para poder llevar acabo de forma controlada la extracción soxhlet.

En el proceso de deslignificación o blanqueo se recomienda realizar entre 3 a 5 lavados ya que al caracterizarlo por FTIR demuestra que la eliminación de la lignina se da de igual forma, para mejorar la eliminación del resto de las grasas como la pectina al realizar el proceso alcalino es eficiente hacerlo por 3 horas dado a que en horas superiores no hay cambios grandes de eliminación de esta grasa.

Para que se dé una mejor cristalización se recomienda agregar el ácido gota a gota para que tenga una mejor formación de núcleos cristalinos en la celulosa y mejore así su estructura cristalina de manera ordenada.

## Referencias

- Aislá y ahorra*. (2022). Obtenido de VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL AISLAMIENTO DE CELULOSA: <https://aislayahorra.es/ventajas-y-desventajas-celulosa/>
- Arbelaiz, A., & Orue, A. (2023). Walnut shell as a source of cellulose nanocrystals: isolation procedure and property characterization. *SpringerLink*.
- Aziz, T., Ullah, A., Fan, H., Ullah, R., Haq, F., Khan, F. U., Wei, J. (2021). Cellulose Nanocrystals Applications in Health, Medicine and Catalysis. *Journal of Polymers and the Environment*, 2062–2071.
- Benavente, R. (s.f.). *Polímeros amorfos, semicristalinos, polímeros*. Obtenido de Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros: <https://core.ac.uk/download/pdf/61905301.pdf>
- biology, A. L. (2023). *Celulosa*. Obtenido de <https://alevelbiology.co.uk/notes/cellulose/>
- Brito, B. S., Pereira, F. V., Putaux, J.-L., & Jean, B. (2012). Preparation, morphology and structure of cellulose. *SpringerEnlace*, 1527-1536.
- Busch, M. A., & Busch, K. W. (2019). Bleaches and Sterilants. *ScienceDirect*.
- Celulosa*. (2023). Obtenido de A-level Biology: <https://alevelbiology.co.uk/notes/cellulose/>
- Danial, W. H., Majid, Z. A., Muhid, M. N., Triwahyono, S., Bakar, M. B., & Ramli, Z. (2015). The reuse of wastepaper for the extraction of cellulose nanocrystals. *sciencedirect*, 165-169.
- Debnath, B., Haldar, D., & Purkait, M. K. (2021). A critical review on the techniques used for the synthesis and applications of crystalline cellulose derived from agricultural wastes and forest residues. *ScienceDirect*.
- Emenike, E. C., O, K., Iwuozor, D, O., Saliu, J. R., & Adewale George Adeniyi. (2023). Advances in the extraction, classification, modification, emerging and advanced applications of crystalline cellulose: A review. *ScienceDirect*.

- Giorgio, L. D., Martín, L., Salgado, P. R., & Mauri, A. N. (2020). Synthesis and conservation of cellulose nanocrystals. *ScienceDirect*.
- Hastuti, N., Kanomata, . K., & Kitaoka, T. (2018). Hydrochloric Acid Hydrolysis of Pulps from Oil Palm Empty Fruit. *SpringerLink*, 3698–3709.
- Heinze, T. (2015). *Cellulose: Structure and Properties*. Suiza: Springer International Publishing Suiza.
- Heinze, Wondraczek, H., & Thomas. (2015). Cellulosic Biomaterials. *SpringerLink*, 289–328.
- Hoo, D. Y., Low, Z. L., Low, a. Y., Tang, S. Y., Manickam, S., Tan, K. W., & Ba, Z. H. (2022). Ultrasonic cavitation: An effective cleaner and greener intensification technology in the extraction and surface modification of nanocellulose. *National Library of Medicine*.
- Klemm, D., Heublein, B., Fink, H.-P., & Bohn, A. (2005). Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. *Biblioteca en línea Wiley*, 3358 - 3393.
- Lanxing, Wang, J., Zhang, Y., Qi, C., Wolcott, M. P., & Yu, Z. (2017). Preparation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from the Bio-ethanol Residuals. *MDPI*.
- Lu, P., & Hsieh, Y. L. (2010). Preparation and properties of cellulose nanocrystals: rods, spheres, and network. *Carbohydrate polymers*, 329-336.
- Mariano, M., & Dufresne, N. E. (2014). Cellulose nanocrystals and related nanocomposites: Review of some properties and challenges. *Wiley Online Library*.
- Matebie, B. Y., & Belachew Zegale Tizazu, A. A. (2021). Synthesis of Cellulose Nanocrystals (CNCs) from Brewer's Spent Grain Using Acid Hydrolysis: Characterization and Optimization. *Hindawi*.
- Measurlabs*. (2023). Obtenido de X-ray diffraction: <https://measurlabs.com/methods/x-ray-diffraction-xrd/>

- Meija, J., Bushell, M., Couillard, M., Couillard, M., Beck, E., Bonevich, J., . . . Stefan, A. B. (2020). Particle Size Distributions for Cellulose Nanocrystals Measured by Transmission Electron Microscopy: An Interlaboratory Comparison. *ACS Publications*.
- Mekonnen, T. H., & Lya, T. H. (2021). Hydrophobic functionalization of cellulose nanocrystals for enhanced corrosion resistance of polyurethane nanocomposite coatings. *Sciencedirect*.
- Mohamed, M. A., Salleh, W. N., Jaafar, J., Asri, S. E., & Ismail, A. F. (2015). Physicochemical properties of “green” nanocrystalline cellulose isolated from recycled newspaper. *The Royal Society of Chemistry's*.
- MOHAMMED, A., & ABDULLAH., A. (2018). SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM): A REVIEW. *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics*.
- Morales, A., & Gullón, J. L. (2022). Integral valorisation of walnut shells based on a three-step sequential delignification. *Sciencedirect*.
- Mueller, S., Weder, C., & Foster, J. (2013). Isolation of cellulose nanocrystals from pseudostems of banana plants. *Royal society of chemistry*.
- P. Kampeerappun. (2015). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals produced by acid hydrolysis from corn husk. *journal of metals, materials and minerals*.
- Peng Peng Zhang, D. s. ( 2014). Effects of acid treatments on bamboo cellulose nanocrystals. *Biblioteca en línea Wiley*.
- Prasanna, N. S., & Mitra, J. (2020). Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from Cucumis sativus peels. *Carbohydrate Polymers*, 247, 116706.

- Rasheed, M., Jawaid, M., Parveez, B., Zuriyati, A., & Khan, A. (2020). Morphological, chemical and thermal analysis of cellulose nanocrystals extracted from bamboo fibre. *Sciencedirect*, 183-191.
- RZ Khoo, W. C. (2018). Sugarcane bagasse fiber and its cellulose nanocrystals for polymer reinforcement and heavy metal adsorbent: a review. *SpringerLink*, 4303–4330.
- Seddiqi, H., Oliaei, E., Honarkar, H., Jin, J., Geonzón, L. C., Bacabac, R. G., & Klein-Nulend, J. (2021). Cellulose and its derivatives: towards biomedical applications. *SpringerLink*, 1893-1931.
- Shankaran, D. R. (2018). Chapter 14 - Cellulose Nanocrystals for Health Care Applications. *ScienceDirect*, 415-459.
- Shaoqu Xie, X. Z. (18 de Febrero de 2018). Applications of Cellulose Nanocrystals: A Review. *Engineered Science*.
- Shokri, J., & Adibkia, K. (2013). Application of Cellulose and Cellulose Derivatives in Pharmaceutical Industries. *Intechopen*.
- Sun, B., Huang, A., Wang, Y., & Liu, J. (2014). Natural Bamboo (*Neosinocalamus affinis* Keng) Fiber Identification Using FT-IR and 2D-IR Correlation Spectroscopy. *Taylor & Francis Group*, 1-11.
- T Heinze and T Liebert, F. (2012). *Celluloses and Polyoses/Hemicelluloses*. Alemania.
- Tejedor, & Sanz, A. (2023). *Química Orgánica Industrial*.
- Tejedor, A. S. (s.f.). *Tecnología de la celulosa. La industria papelera*. Obtenido de Química Orgánica Industrial: <https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-03.php>
- Thomas, P., Duolikun, T., Rumjit, N. P., Moosavi, S., Lai, C. W., & Fen., M. R. (2020). Comprehensive review on nanocellulose: Recent developments, challenges and future prospects. *ScienceDirect*.

- Vanderfleet, O. M., & Cranston, E. D. (2020). Production routes to tailor the performance of cellulose nanocrystals. *Nature Reviews Materials*, 124–144.
- Van-Pham, D.-T., Pham, T. Y., Tran, M. C., & Tran-Cong-Miyata, C.-N. N. (2020). Extraction of thermally stable cellulose nanocrystals in short processing time from waste newspaper by conventional acid hydrolysis. *Iopscience*.
- Wang, X., H. L., Y. G., Zhao, Y., Deng, X., Zhang, J., & Zhang, L. (2022). Xiaorui Wang ; ,Hao Le 1; ,Yanmei Guo; Yunfeng Zhao; Xiaorong Deng; Jian Zhang; Lianfu Zhang. *MDPI*.
- Wondraczek, H., & Heinze, T. (2015). Cellulosic Biomaterials. *SpringerLink*, 289–328.
- Yu, H., Qin, Z., Liang, a. B., Liu, N., & Chen, Z. Z. (2013). Facile extraction of thermally stable cellulose. *Journal Materials Chemistry A*.
- Zakikhani, Z. S. (2014). Noble materials of nature: case of bamboo cane from Olón province of Santa Elena, Ecuador. *SciELO*, 2218 -3620.

## Apéndice

### Apéndice A. Copolímero

**Figura A1**

*Copolimero PVA-g-LA*



*Nota.* Imagen del copolímero PVA- g- LA