

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO



FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E INDUSTRIAL

MAESTRÍA EN QUÍMICA MENCIÓN QUÍMICA-FÍSICA

Tema: EXTRACCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE LA ESPECIE *CALAMAGROSTIS INTERMEDIA* PARA LA PREPARACIÓN DE COMPUESTOS SEMISINTÉTICOS

Trabajo de titulación previo a la obtención del Grado Académico de
Magíster en Química mención Química-Física

Modalidad de titulación “PROYECTO DE DESARROLLO”

Autor: Dennis Renato Manzano Vela

Director: Dr. Fernando Augusto Novillo Logroño PhD.

Ambato- Ecuador

2021

APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

A la Unidad Académica de Titulación de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial.

El Tribunal receptor de la Defensa del Trabajo de Titulación presidido por la Ingeniera Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Magíster e integrado por los señores: Ingeniero Jean Carlos Pérez Parra, Phd y Química Jeanette Veronica Carrera Cevallos, Magíster, designados por la Unidad Académica de Titulación de Posgrado de la Facultad de Ingeniería en Sistemas, Electrónica e Industrial de la Universidad Técnica de Ambato, para receptor el Trabajo de Titulación con el tema “Extracción de celulosa a partir de la especie *Calamagrostis intermedia* para la preparación de compuestos semisintéticos”, elaborado y presentado por el señor, Ingeniero Dennis Renato Manzano Vela para optar por el Grado Académico de Magister en Química mención Química-Física; una vez escuchada la defensa oral del Trabajo de Titulación el Tribunal aprueba y remite el trabajo para uso y custodia en las bibliotecas de la Universidad Técnica de Ambato.



Firmado electrónicamente por:
**ELSA PILAR
URRUTIA**

Ing. Elsa Pilar Urrutia Urrutia, Mg.
Presidente y Miembro del Tribunal de Defensa



Firmado electrónicamente por:
**JEAN CARLOS
PEREZ PARRA**

Ing. Jean Carlos Pérez Parra, PhD.
Miembro del Tribunal de Defensa

JEANETTE VERONICA CARRERA CEVALLOS
Firmado digitalmente por JEANETTE
VERONICA CARRERA CEVALLOS
Fecha: 2021.05.12 20:26:42 -05'00'

Quím. Jeanette Veronica Carrera Cevallos Mg.
Miembro del Tribunal de Defensa

AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

La responsabilidad de las opiniones, comentarios y críticas emitidas en el Trabajo de Titulación presentado con el tema: “Extracción de celulosa a partir de la especie *Calamagrostis intermedia* para la preparación de compuestos semisintéticos”, le corresponde exclusivamente a: Ing. Dennis Renato Manzano Vela, Autor bajo la Dirección de: Dr. Fernando Augusto Novillo Logroño PhD, Director del Trabajo de Investigación; y el patrimonio intelectual a la Universidad Técnica de Ambato.



Firmado electrónicamente por:
**DENNIS RENATO
MANZANO VELA**

Ing. Dennis Renato Manzano Vela

AUTOR



Firmado electrónicamente por:
**FERNANDO AUGUSTO
NOVILLO LOGROÑO**

Dr. Fernando Augusto Novillo Logroño PhD.

DIRECTOR

DERECHOS DE AUTOR

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que el Trabajo de Titulación, sirva como un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos de mi Trabajo de Titulación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de este, dentro de las regulaciones de la Universidad Técnica de Ambato.



Ing. Dennis Renato Manzano Vela

0603945155

ÍNDICE GENERAL

| | Pág. |
|--|------|
| APROBACIÓN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN | ii |
| AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN | iii |
| DERECHOS DE AUTOR | iv |
| INDICE DE TABLAS | ix |
| INDICE DE FIGURAS..... | xi |
| AGRADECIMIENTO | xiii |
| DEDICATORIA | xiv |
| RESUMEN EJECUTIVO..... | xv |
| EXECUTIVE SUMMARY | xvii |
| CAPÍTULO I | 1 |
| EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN | 1 |
| 1.1. Introducción | 1 |
| 1.2. Justificación..... | 1 |
| 1.3. Objetivos | 2 |
| 1.3.1. General | 2 |
| 1.3.2. Específicos | 3 |
| CAPITULO II | 4 |
| ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS | 4 |
| 2.1. Celulosa..... | 4 |
| 2.1.1. Definición..... | 4 |
| 2.1.2 Propiedades y Características..... | 4 |
| 2.1.3. Tipos y usos | 5 |
| 2.1.1 Técnicas de Caracterización..... | 8 |
| 2.2. Calomagrotis Intermedia..... | 9 |
| 2.2.1 Definición..... | 9 |

| | |
|---|----|
| 2.2.2 Propiedades y características..... | 9 |
| 2.2.3. Mapa agrícola..... | 9 |
| 2.2.4 Taxonomía..... | 11 |
| 2.3. Métodos de extracción de celulosa | 11 |
| 2.3.1. Definición..... | 11 |
| 2.3.2. Tipos y tratamientos de muestra | 11 |
| 2.4. Preparación de compuestos semi sintéticos | 16 |
| 2.4.1. Definición..... | 17 |
| 2.4.2. Tipos y usos según la Composición orgánica y sintética..... | 17 |
| 2.4.3. Métodos de caracterización..... | 19 |
| CAPITULO III..... | 23 |
| MARCO METODOLÓGICO..... | 23 |
| 3.1. Ubicación | 23 |
| 3.2. Equipos y materiales | 23 |
| 3.3. Tipo de investigación | 25 |
| 3.4. Prueba de Hipótesis - pregunta científica – idea a defender | 25 |
| 3.5. Población o muestra | 25 |
| 3.6. Recolección de información..... | 26 |
| 3.6.1. Pretratamiento de la muestra..... | 26 |
| 3.6.2. Extracción de celulosa..... | 27 |
| 3.6.3. Determinación del peso molecular de celulosa extraída | 28 |
| 3.6.4. Determinación del tipo de celulosa obtenida | 29 |
| 3.6.5. Preparación de acetato de celulosa..... | 29 |
| 3.6.6. Determinación del peso molecular del acetato de celulosa..... | 29 |
| 3.6.7. Preparación de Nitrato de celulosa..... | 30 |
| 3.6.8. Análisis FTIR de celulosa, acetato de celulosa y nitrato de celulosa..... | 30 |
| 3.6.9. Microscopia óptica de celulosa, acetato de celulosa y nitrato de celulosa..... | 31 |
| 3.7. Procesamiento de la información y análisis estadístico | 31 |
| 3.8. Variables respuesta o resultados alcanzados | 32 |
| CAPITULO IV | 32 |
| RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 32 |

| | |
|--|----|
| 4.1. Identificación botánica la especie <i>Calamagrostis intermedia</i> | 32 |
| 4.2. Determinación la cantidad de celulosa contenida en la especie <i>Calamagrostis intermedia</i> | 33 |
| 4.2.1 Rendimiento de fibra de celulosa..... | 33 |
| 4.3. Resultados de la extracción de celulosa en la especie <i>Calamagrostis intermedia</i> mediante un proceso de extracción sólido-líquido..... | 33 |
| 4.3.1. Pretratamiento de la muestra..... | 34 |
| 4.3.2. Extracción sólido-líquido..... | 36 |
| 4.4. Identificación de la influencia del tamaño de partícula en la técnica de extracción de celulosa..... | 49 |
| 4.4.1. Comparación del rendimiento en fibra y pulpa de celulosa extraída..... | 51 |
| 4.4.2. Comparación del peso molecular obtenido por viscosimetría en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm | 52 |
| 4.4.3. Comparación análisis FTIR en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm | 53 |
| 4.4.4. Comparación microscopia óptica en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm | 54 |
| 4.5. Preparación de compuestos semisintéticos a nivel de laboratorio con la celulosa extraída..... | 55 |
| 4.5.1. Preparación de nitrado de celulosa..... | 55 |
| 4.5.2. Análisis FTIR Nitrato de celulosa..... | 56 |
| 4.5.3. Microscopia óptica de nitrado de celulosa | 60 |
| 4.6. Preparación de acetato de celulosa..... | 62 |
| 4.6.1. Reacción de formación para el acetato de celulosa..... | 62 |
| 4.6.2. Análisis FTIR Acetato de celulosa..... | 63 |
| 4.6.3. Determinación del peso molecular de Acetato de celulosa..... | 67 |
| 4.6.4. Microscopia óptica de acetato de celulosa | 70 |
| 4.7. Comprobación de Hipótesis | 72 |
| 4.7.1. Análisis prueba de comprobación de hipótesis | 75 |
| CAPÍTULO V | 76 |
| CONCLUSIONES, RECOMENDACIONES, BIBLIOGRAFÍA Y ANEXOS | 76 |

| | |
|---------------------------|----|
| 5.1. Conclusiones | 76 |
| 5.2. Recomendaciones..... | 77 |
| 5.3. BIBLIOGRAFÍA..... | 78 |
| 5.4 ANEXOS..... | 84 |

INDICE DE TABLAS

| | Pág. |
|--|------|
| Tabla 1. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA CON MUESTRAS DE PAJA CON TAMAÑO DE PARTÍCULA 300 μm Y 106 μm . | 33 |
| Tabla 2. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE PULPA DE CELULOSA CON MUESTRAS DE PAJA CON TAMAÑO DE PARTÍCULA 300 MM Y 106 MM. | 33 |
| Tabla 3. PÉRDIDA DE PESO Y TIEMPO DE SECADO | 34 |
| Tabla 4. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DE LA MUESTRA TRITURADA. | 35 |
| Tabla 5. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA LA CELULOSA DE LA MUESTRA DE 106 μm . | 41 |
| Tabla 6. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA LA CELULOSA DE LA MUESTRA DE 300 μm . | 42 |
| Tabla 7. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR CELULOSA EXTRAÍDA DE LA MUESTRA DE 106 mm. | 44 |
| Tabla 8. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR CELULOSA EXTRAÍDA DE LA MUESTRA DE 300 μm . | 46 |
| Tabla 9. SOLUBILIDAD DE LA CELULOSA EXTRAÍDA EN SOLUCIONES DE NaOH. | 48 |
| Tabla 10. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO EN FIBRA Y PULPA DE CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE DIFERENTE TAMAÑO DE PARTÍCULA | 51 |
| Tabla 11. PESOS MOLECULARES DE CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE PAJA 300 μm y 106 μm . | 52 |
| Tabla 12. NÚMEROS DE ONDA OBSERVADOS, GRUPO FUNCIONAL Y VIBRACIÓN EN CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE PAJA 300 Y 106 μm | 53 |
| Tabla 13. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR NITRATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 106 μm | 57 |

| | |
|---|----|
| Tabla 14. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR NITRATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 300 μm , | 59 |
| Tabla 15. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR ACETATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 106 μm | 64 |
| Tabla 16. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR ACETATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 300 μm | 66 |
| Tabla 17. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA ACETATO DE CELULOSA DE LA MUESTRA DE 106 μm | 67 |
| Tabla 18. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA ACETATO DE CELULOSA DE LA MUESTRA DE 300 μm | 69 |
| Tabla 19. DATOS PARA ANÁLISIS ANOVA | 73 |
| Tabla 20. RESUMEN ANÁLISIS ANOVA | 74 |
| Tabla 21. DATOS PARA LA PRUEBA DE TUKEY | 75 |
| Tabla 22. ANÁLISIS PRUEBA DE TUKEY | 75 |

INDICE DE FIGURAS

| | Pág. |
|---|------|
| Figura 1. Estructura química de celulosa. | 4 |
| Figura 2. Estructura química de la glucosa. | 5 |
| Figura 3. Estructura química hemicelulosa. | 6 |
| Figura 4. Mapa de distribución ecológica de la especie <i>Calamagrostis intermedia</i> en el Ecuador | 10 |
| Figura 5. Estructura química del nitrato de celulosa. | 18 |
| Figura 6. Estructura molecular del acetato de celulosa. | 19 |
| Figura 7. Pérdida de masa en el secado vs Tiempo | 35 |
| Figura 8. Masa retenida en cada luz de malla | 36 |
| Figura 9. Determinación de la viscosidad intrínseca en celulosa extraída con muestra de 106 μm | 42 |
| Figura 10. Determinación de la viscosidad intrínseca celulosa con muestra de 300 μm | 43 |
| Figura 11. Análisis FTIR celulosa extraída con muestra de 106 μm | 44 |
| Figura 12. Análisis FTIR celulosa extraída con muestra de 300 μm | 46 |
| Figura 13. Microscopia óptica celulosa extraída con muestra de 106 μm | 48 |
| Figura 14. Microscopia óptica celulosa extraída con muestra de 300 μm | 49 |
| Figura 15. Muestras de paja con diferentes tamaños de partícula. | 50 |
| Figura 16. Pulpa de celulosa regenerada y extraída. | 51 |
| Figura 17. Comparación microscopia óptica en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm | 54 |
| Figura 18. Análisis FTIR Nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm | 57 |
| Figura 19. Análisis FTIR Nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm | 59 |
| Figura 20. Microscopia óptica del nitrato de celulosa con muestra de 106 μm | 61 |
| Figura 21. Microscopia óptica del nitrato de celulosa con muestra de 300 μm | 62 |
| Figura 22. Análisis FTIR acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm | 64 |

| | |
|--|----|
| Figura 23. Análisis FTIR acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm | 66 |
| Figura 24. Determinación de la viscosidad intrínseca de acetato de celulosa extraída con muestra de 106 μm | 68 |
| Figura 25. Determinación de la viscosidad intrínseca de acetato de celulosa extraída con muestra de 300 μm | 70 |
| Figura 26. Microscopia óptica del acetato de celulosa con muestra de 106 μm | 71 |
| Figura 27. Microscopia óptica del acetato de celulosa con muestra de 300 μm | 72 |

AGRADECIMIENTO

Agradezco de a mi tutor, Dr. Novillo por su paciencia, dedicación, motivación, criterio y aliento. Ha sido un privilegio poder contar con su guía y conocimientos.

Además, a mi familia quienes me demostraron la importancia de sobresalir en la adversidad y al mismo tiempo son mi sustento y sentido. Por ultimo a mis amigos quienes siempre han sido incondicionales en cada paso de mi vida

DEDICATORIA

Dedico este proyecto a Dios ya que con su bendición he logrado culminar mi maestría, a mi familia por ser fuente de motivación e inspiración para poder superarme cada día más y así poder prosperar.

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E
INDUSTRIAL
MAESTRÍA EN QUÍMICA MENCIÓN QUÍMICA-FÍSICA

TEMA:

EXTRACCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE LA ESPECIE *CALAMAGROSTIS INTERMEDIA* PARA LA PREPARACIÓN DE COMPUESTOS SEMISINTÉTICOS

AUTOR: Ing. Dennis Renato Manzano Vela

DIRECTOR: Dr. Fernando Augusto Novillo Logroño PhD.

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN:

- Medio ambiente, contaminación ambiental, reciclaje de materiales

FECHA: 07 abril de 2021

RESUMEN EJECUTIVO

El presente trabajo de investigación tuvo como finalidad el extraer celulosa a partir de la especie *Calamagrostis intermedia* para la preparación de compuestos semisintéticos. La especie vegetal se recolectó en el sector Cóndor Sabana, de la parroquia Urbina, perteneciente al cantón Guano en la provincia de Chimborazo a una altura de 4140 m.s.n.m. La identificación taxonómica de la muestra se confirmó en el Herbario QAP de la Universidad Central del Ecuador. La muestra recolectada se secó, molió y tamizó, tras estos procesos se identificó los tamaños de partícula de 106 μm y 300 μm . Mediante una extracción sólido-líquido se determinó el porcentaje de celulosa de 48,80% y 48,06 % para las muestras de tamaños de 106 μm y 300 μm . La celulosa extraída presentó variaciones en el color y en el análisis FTIR se identificaron los números de onda de los grupos funcionales característicos. El peso molecular de la celulosa aislada es de $292,83 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (106 μm) y $419,15 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (300 μm) determinado mediante el método viscosimétrico. La celulosa extraída en ambos casos es del tipo β . Los compuestos semisintéticos preparados fueron nitrato y acetato de celulosa, y sus resultados del análisis FTIR, de la microscopia óptica y del peso molecular, están en

concordancia con los reportados en la literatura. Los resultados destacan la viabilidad de extracción de celulosa y su posterior síntesis de polímeros semisintéticos. En las dos muestras existió una deslignificación completa durante la extracción de celulosa, sin embargo se aprecia que la variación en el contenido de oxígeno impidió el correcto blanqueamiento en la muestra de 300 μm . Con base a los resultados expuestos se recomienda para estudios posteriores el análisis de diferentes tamaños de partícula de la materia prima para establecer la influencia en el rendimiento del aislamiento de la celulosa.

Descriptor: acetato de celulosa, *Calamagrostis intermedia*, celulosa, compuestos semisintéticos, extracción de celulosa, FTIR polímeros, nitrato de celulosa, polímeros, tamaño de partícula, tipo de celulosa.

UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO
FACULTAD DE INGENIERÍA EN SISTEMAS, ELECTRÓNICA E
INDUSTRIAL
MAESTRÍA EN QUÍMICA MENCIÓN QUÍMICA-FÍSICA

THEME:

EXTRACTION OF CELLULOSE FROM *CALAMAGROSTIS INTERMEDIA* SPECIES
FOR THE PREPARATION OF SEMISYNTHETIC COMPOUNDS

AUTHOR: Ing. Dennis Renato Manzano Vela

DIRECTED BY: Dr. Fernando Augusto Novillo Logroño PhD.

LINE OF RESEARCH:

- Environment, environmental pollution, recycling of materials

DATE: 07 April 2021

EXECUTIVE SUMMARY

The purpose of this research work was to extract cellulose from the *Calamagrostis intermedia* species for the preparation of semisynthetic compounds. The plant species was collected in the Cónдор Sabana sector, of the Urbina parish, belonging to the Guano canton in the province of Chimborazo at an altitude of 4140 m a.s.l. The taxonomic identification of the sample was confirmed in the QAP Herbarium of the Central University of Ecuador. The collected sample was dried, ground and sieved, after these processes the particle sizes of 106 μm and 300 μm were identified. By means of a solid-liquid extraction, the percentage of cellulose of 48.80% and 48.06% was determined for the samples with sizes of 106 μm and 300 μm . The extracted cellulose showed variations in color and the wave numbers of the characteristic functional groups were identified in the FTIR analysis. The molecular weight of the isolated cellulose is $292.83 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (106 μm) and $419.15 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (300 μm) determined by the viscometric method. The cellulose extracted in both cases is of the β type. The semisynthetic compounds prepared were cellulose nitrate and cellulose acetate, and their FTIR analysis, optimal microscopy and molecular weight results are in agreement with those reported in the literature. The results highlight the

feasibility of cellulose extraction and subsequent synthesis of semisynthetic polymers. In both samples there was a complete delignification during cellulose extraction, however, it can be seen that the variation in oxygen content prevented the correct bleaching in the 300 μm sample. Based on the exposed results, it is recommended for further studies the analysis of different particle sizes of the raw material to establish the influence on the performance of cellulose isolation.

Keywords: *Calamagrostis intermedia*, cellulose, cellulose acetate, cellulose extraction, cellulose nitrate, cellulose type, FTIR polymers, polymers, particle size, semisynthetic compounds.

CAPÍTULO I

EL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Introducción

En la actualidad, el mundo y la sociedad atraviesan uno de los desafíos más relevantes de la historia moderna, debido al aumento de la crisis ambiental, derivada en su mayor parte por el uso y fabricación de materiales no renovables o no biodegradables. Esto ha impulsado el desarrollo de nuevas investigaciones sobre el remplazo de dichos materiales por materiales que sean rentables, ecológicos y degradables para diversas aplicaciones de ingeniería. Estas alternativas intentan detener la destrucción continua del planeta por las actividades antropogénicas nocivas para el ambiente. Bajo este contexto la celulosa es uno de los biomateriales representativos y abundantes en las plantas, esta forma parte de las fibras celulósicas y es sintetizada en el reino vegetal a través de la fotosíntesis utilizando dióxido de carbono y agua bajo la presencia de energía solar e incrustada en hemicelulosa y lignina [1]. Esta estructura celulósica única se puede extraer de las plantas a manera arquitecturas bien definidas y multifuncionales que están disponibles formando un polímero estructural de la planta [2]. La especie *Calamagrostis intermedia* es una variedad de paja andina abundante en el páramo ecuatoriano [3][4]. Por ello el presente trabajo de titulación tiene como finalidad la extracción de celulosa a partir de esta especie, para la preparación de compuestos semisintéticos. Por lo tanto, se propone la identificación botánica la especie *Calamagrostis intermedia* y con ello un método para la extracción de celulosa del tipo sólido-líquido, tomando en cuenta la influencia del tamaño de partícula en la técnica de extracción para finalmente preparar compuestos semi sintéticos a nivel de laboratorio con la celulosa extraída, que servirán de fundamento científico para la industria orgánica de los polímeros.

1.2. Justificación

En el Ecuador la especie *Calamagrostis intermedia* se considera endémica y se conoce como “paja” o “paja chamik”, ya que se usa como forraje [3][5]. Las hojas y tallos se

emplean en la construcción de techos, cestos y pequeñas chozas. Por otra parte, cuando es considerada por los habitantes como “mala hierba” se quema para limpiar el terreno y dar paso a la agricultura [6][7][8]. El contenido de celulosa en la especie es desconocida, aunque las características biológicas señalan que es alrededor del 50% en peso de la planta[3]. Además, la especie mencionada no se rige a ningún estatuto nacional de bioconservación, sin embargo, en áreas protegidas se prohíbe su recolección o deforestación, así como toda acción que atente contra la biodiversidad de dichas localizaciones, en tal virtud la especie no se encuentra registrada en el “Libro rojo de especies endémicas del Ecuador” [9][10][11]. Por otra parte la industria química orgánica intenta buscar alternativas para la elaboración de los diferentes derivados de la celulosa, y con mayor énfasis los que provienen de fuentes naturales que no incurran en la tala de árboles, ya que la celulosa constituye el principal compuesto químico, del cual se fabrica papel, tejidos de fibras, explosivos, sedas, barnices, aislamientos térmicos y acústicos y en pequeñas cantidades productos como el rayón, películas fotográficas, celofán, explosivos, entre otros [1][2]. La celulosa se considera una materia prima principal en la fabricación de diferentes polímeros, siendo estos termoplásticos, termoestables o elastómeros. En el presente trabajo se determinó una metodología para la extracción de celulosa en la especie mencionada, por lo tanto, se brinda un aporte a la industria de los polímeros, con el uso de una materia prima renovable, que se utilizaría de una manera adecuada generando réditos económicos, al reducir costos de producción, y mitigando en parte la contaminación ambiental, relacionada a la fabricación de plásticos [1][12]. Los resultados del presente trabajo destacan la posibilidad de extracción, así como el manejo adecuado para la síntesis de compuestos semisintéticos.

1.3. Objetivos

1.3.1. General

Extraer celulosa a partir de la especie *Calamagrostis intermedia* para la preparación de compuestos semisintéticos a nivel de laboratorio.

1.3.2. Específicos

- Realizar la identificación botánica de la especie *Calamagrostis intermedia*.
- Determinar la cantidad de celulosa contenida en la especie *Calamagrostis intermedia*.
- Proponer un método para la extracción de celulosa en la especie *Calamagrostis intermedia* mediante un proceso de extracción sólido-líquido.
- Identificar la influencia del tamaño de partícula en la técnica de extracción.
- Preparar compuestos semisintéticos a nivel de laboratorio con la celulosa extraída.

CAPITULO II

ANTECEDENTES INVESTIGATIVOS

2.1. Celulosa

2.1.1. Definición

La celulosa en su estructura orgánica se define como un polímero biomolecular, formado básicamente por beta glucosa, su fórmula molecular es $(C_6H_{10}O_5)_n$ tal como se aprecia en la figura 1, debido a su proceso de formación vegetal es renovable en la naturaleza, además, se considera el compuesto más abundante en la biomasa del planeta [13].

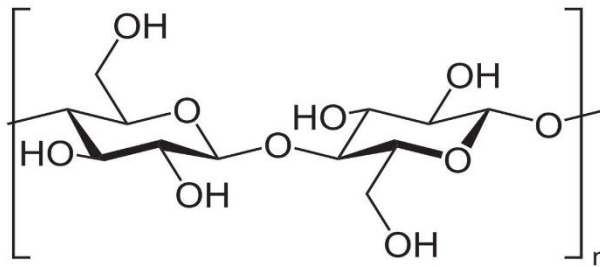


Figura 1. Estructura química de celulosa.

2.1.2 Propiedades y Características

La celulosa no posee color aunque usualmente toma un color blanquecino, no posee una forma definida, no posee sabor, insoluble en agua ya que posee una estructura lineal por los ángulos formados en los puentes de hidrógeno unidos a los grupos hidroxilos, presentes en cada molécula central de glucosa como se aprecia en la figura 2, lo cual genera una repulsión, por otra parte es soluble en solventes orgánicos como los ésteres y alcoholes, aunque la mejor solubilidad de la celulosa se ha determinado con el reactivo de Schweizer que es básicamente una solución de amoníaco y cobre[1]. También se estima que tiene una buena solubilidad en ácido clorhídrico concentrado lo cual genera en una degradación de cadenas de celulosa de baja masa molar en la solución formada. Con

respecto a la masa molar de la celulosa se debe analizar el hecho que las cadenas tienen dependencia a su origen natural, considerando que pueden llegar a ser miles o millones de unidades debido a su cambiante orden en el espacio, haciendo casi imposible el determinar con exactitud cuántas moléculas de glucosa se encuentran unidas entre sí [14][15].

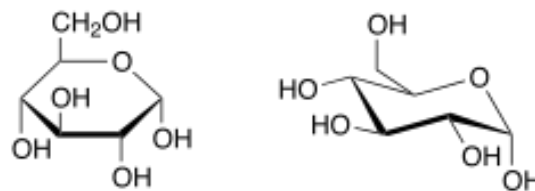


Figura 2. Estructura química de la glucosa.

Se caracteriza por ser parte de las paredes celulares de la materia vegetal y se estima que es el compuesto químico orgánico más abundante en la naturaleza debido a su presencia en las estructuras de las membranas celulares además las cadenas de celulosa unidas entre sí dan lugar a fibras naturales impermeables de alta elasticidad [16]. Además, el porcentaje de celulosa que se puede extraer de las fibras estructurales y no superficiales de la materia vegetal, no se ve alterado por el estado de madurez de la planta, ya que tanto la celulosa y lignina poseen la capacidad de impermeabilizar el tejido vascular, la estructura no lineal y la abundancia de unidades monoméricas excluye la capacidad de cualquier enzima presente en las etapas de crecimiento, para reconocer y degradar las cadenas poliméricas, es por esto que la fracción de la pared celular representa del 60 al 80 por ciento de la materia seca en cualquier etapa de madurez teniendo variaciones entre cada especie [17][18][19][20].

2.1.3. Tipos y usos

La celulosa al ser degradada desde sus fuentes naturales produce diferentes tipos de celulosa que básicamente difieren entre sí por los tipos de puente de hidrógeno formado y el ángulo de la molécula de glucosa con el que se unen, dando lugar a glucosa del tipo alfa (α) y beta (β) y de orientación levógira y dextrógira. El tipo más usual de celulosa al formarse bajo estas características es la hemicelulosa.

- **Hemicelulosa:** la cual es un polisacárido proveniente de la celulosa del tipo vegetal. En la naturaleza es el segundo hidrato de carbono más abundante ya que se considera que su existencia varía entre el 15 al 30 % en peso de la biomasa del planeta. La celulosa se diferencia de la hemicelulosa debido a que en esta última se consideran cadenas cortas del tipo ramificado, con polímeros que van desde los 5 hasta los 6 carbonos en cada unidad de polisacárido, destacando la presencia de la beta glucosa tal como se aprecia en la figura 3[21].

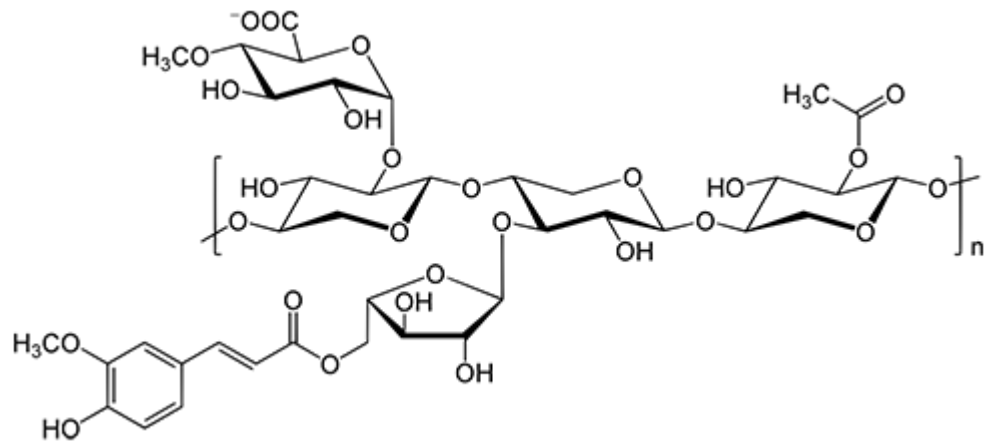


Figura 3. Estructura química hemicelulosa.

En dependencia del lugar en el cual la celulosa esté presente se pueden identificar tres tipos básicos de celulosa las cuales son:

- **Bacteriana:** La celulosa bacteriana se define como los sacáridos de glucosa obtenidos por degradación enzimática o digestiva de las bacterias de compostaje dentro de la materia orgánica [22].
- **Liogocelulósica:** Es el tipo de celulosa que se encuentra presente en la biomasa considerando que la celulosa de este tipo es simplemente la que forma parte de las paredes y estructuras celulares del tipo vegetal brindado una función de soporte [22].
- **Artificial:** Se considera a todo tipo de cadena de celulosa lineal o ramificada obtenida por algún proceso de separación o unión de cadenas lineales de glucosa para generar cualquier tipo de fibra. Además, se estima que la celulosa artificial sufre alguna

variación en su composición en porcentaje en peso y con ello un cambio en sus propiedades físicas, como por ejemplo en la obtención en laboratorio es posible que el producto resultante sea de color blanquecino o amarillento en dependencia del tratamiento básico en la metodología experimental, sin embargo se conoce que la celulosa natural es incolora[23].

La principal finalidad por la cual se extrae celulosa es la producción de cualquier tipo de papel o cartón, ya que es la materia prima principal de esta industria. Por otra parte el análisis de celulosa ha permitido deslumbrar derivados sintéticos en los cuales la porción de celulosa sea la mayor teniendo los siguientes usos: [24]

- **Celulosa regenerada:** Este tipo de celulosa se conoce como regenerada ya que las fibras de las cadenas de celulosa son reorientadas para poder obtener un tipo de fibras llamado rayón, el cual tiene una gran acogida en la industria textil. Cuando las reacciones se dan en sulfuro de carbono la celulosa extraída se coagula en láminas que dan origen al papel del tipo celofán[17].
- **Acetatos:** Los derivados de acetatos de celulosa usualmente con cadenas sustituidas por lo menos tres veces por el grupo acetato, la hidrólisis de las moléculas de glucosa contenidas en las paredes celulares permiten generar hilados que pueden laminarse con las soluciones para poder ser aplicadas en lacas, películas fotográficas, rayos X y fibras sintéticas[2].
- **Nitrocelulosa:** La celulosa separada forma una solución con el ácido nítrico concentrado para presentarse diferentes niveles de nitración. Cuando la solución llega a su relación equimolar es posible obtener una consistencia casi gelatinizada, la cual da lugar a diferentes tipos de plásticos con diferentes grados de dureza y espesor. Inclusive en el proceso de formación es posible obtener pólvora o derivados con un alto grado explosivo, debido a los diferentes niveles de nitración [25].
- **Metilcelulosa, Carboximetilcelulosa y Dietilaminoetilcelulosa:** Son derivados de celulosa obtenidos con un tratamiento básico en altas concentraciones de hidróxido de sodio y los radicales halogenados correspondientes. De las soluciones dispersas en agua se logran obtener soluciones coloidales con viscosidad elevada, sin embargo

dentro de las obtenciones industriales estos compuestos forman intercambiadores catiónicos o aniónicos[26].

2.1.1 Determinación de celulosa en muestras vegetales.

La medición de celulosa en muestras de origen vegetal se encuentra estandarizada mediante el método Kurschner y Hoffer el cual ha sufrido modificaciones específicas en determinaciones analíticas[27]. El método se basa en que a una muestra de madera sin la adición de extractos se la mezcla con etanol y ácido nítrico de elevada pureza en una relación estequiométrica de 4 a 1, dicha solución se lleva a baño de maría para una destilación, el residuo del mismo durante todo el proceso de reflujo se lo lava con agua destilada y acetato de sodio en solución, procurando que la solución quede saturada, después de este procedimiento se seca a una temperatura que no sea mayor a los 105 °C. En base a la relación de 100 partes del peso del residuo y el peso de la muestra, es posible determinar el porcentaje de celulosa digerida en el procedimiento, según la Technical Association for the Pulp and Paper Industries(TAPPI), por lo que se considera la forma más eficiente para realizar una determinación analítica en muestras vegetales, ya que el método sugiere que no van a existir radicales intermedios de moléculas de glucosa[28]. A nivel mundial dependiendo del derivado sintético, que se desee medir en forma de soluto, existen normas para cada producto donde se definen los parámetros a ser analizadas y el método a emplearse en dicha medición[29].

La norma TAPPI T 204 “Extractores solventes de madera y pulpa” establece lo siguiente para el cálculo del rendimiento de extracción de celulosa [30]:

$$\text{Fibra de celulosa} = \frac{X}{P} \times 100 \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde :

$X =$ cantidad de fibra(g)

$P =$ cantidad de paja seca de diámetro determinado (g)

$$\text{Rendimiento de celulosa} = \frac{C}{Z} \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde :

$C =$ cantidad de pulpa (g)

$Z =$ Fibra de celulosa (g)

2.2. Calomagrotis Intermedia

2.2.1 Definición

Es una hierba perenne que crece a partir de un rizoma corto y redondo. Crece en racimos y puede alcanzar una altura de 80 cm (30 pulgadas). No hay regulación, las hojas son erguidas, lineales, con bordes enteros y bordes curvos, dando un efecto cilíndrico y fibroso. Las inflorescencias son panículas terminales de pino, de hasta 90 cm (35 pulgadas) de alto y solo un poco más largas que las hojas. Las flores son bisexuales, con espiguillas moradas, densamente pubescentes y fusiformes estrechas[7].

2.2.2 Propiedades y características

Hierba perenne, que forma matas densas, grupos de 10 a 100 cm de altura. Los tallos son rizomas erectos, herbáceos, redondos y cortos. Las estipulaciones están ausentes. Hoja única; lígula de 7-11 mm de largo; hoja lineal, completamente involuta, generalmente tan larga como la caña de azúcar que sostiene la inflorescencia sea dura, erguida y lampiña; venas paralelas discretas. Panículas terminales sueltas; flores bisexuales; espiguillas moradas, uniformes, estrechas en forma de huso, casi siempre esponjosas, desunidas por encima de las glumas. El color amarillo es densamente pubescente para alcanzar el ápice del tramo exterior; las glumas son iguales, afiladas, más grandes que los flósculos, no se acampan, levemente ásperas hasta el ápice, posee un nervio adventicial, agudo e irregularmente dentado, geniculado, mitad inferior retorcido, Cariópside duradera, lema y pasta.[31]

2.2.3. Mapa agrícola

La especie es originaria y endémica en América del Sur, donde se emplaza en las estribaciones y pastizales de gran altitud de los Andes y otras cadenas montañosas. Es la planta dominante en el páramo herboso del Parque Nacional El Cajas en Ecuador, suele

estar presente en los claros del bosque y en lugares donde el suelo ha sido alterado por actividades antropogénicas. [3]

Principalmente en el Ecuador se encuentra en las provincias de Azuay, Bolívar, Cañar, Pastaza, Pichincha, Sucumbíos, Tungurahua, Imbabura, Loja, Morona Santiago, Napo, Carchi, Chimborazo y Cotopaxi considerando que la altura a la que esta crece y se desarrolla es de 2500–4500 m.s.n.m en un clima frio templado, propio de los andes ecuatorianos. Adicionalmente se ha determinado que la mayor parte de la vegetación constituida por esta especie se localiza en: Bosque Montano Occidental, Bosque Montano Oriental, Matorral Interandino, Bosque Piemontano Occidental y Páramo [3].

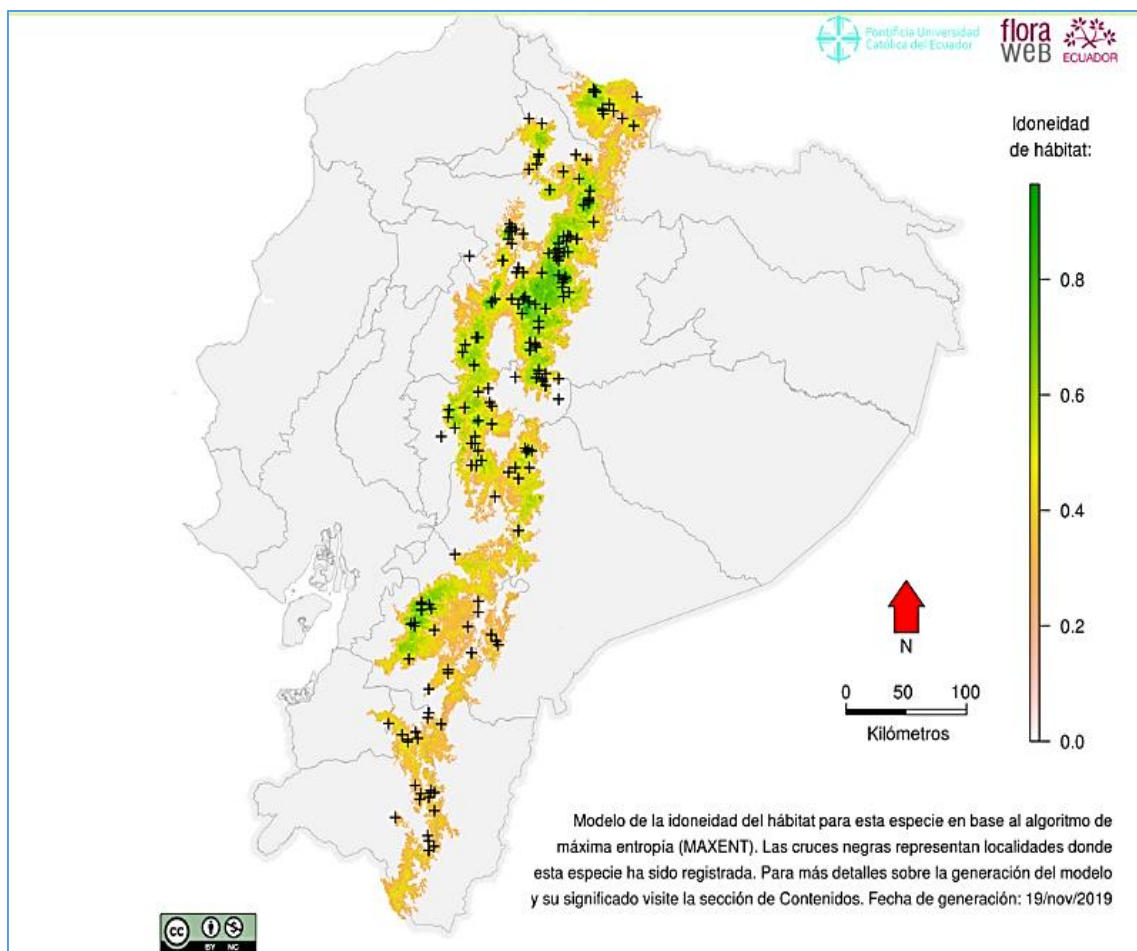


Figura 4. Mapa de distribución ecológica de la especie *Calamagrostis intermedia* en el Ecuador [3].

2.2.4 Taxonomía

- **Reino:** Plantae
- **Phylum:** Magnoliophyta
- **Clase:** Liliopsida
- **Orden:** Cyperales
- **Familia:** Poaceae
- **Género:** *Calamagrostis*
- **Especie:** *C. intermedia*
- **Autor:** (J. Presl) Steud
- **Determinador:** SIN[5]

2.3. Métodos de extracción de celulosa

2.3.1. Definición

La metodología de extracción de celulosa tiene como principal función la separación de los compuestos de ligados a los carbohidratos estructurales de las especies vegetales, teniendo en cuenta que la celulosa, hemicelulosa y lignina son especialmente las que se separan con mayor eficiencia, de esta manera los métodos de extracción más utilizados, son el químico y el mecánico, el primero utiliza fuerzas mecánicas gracias al cizallamiento y alta presión, mientras que en la metodología química se tratan con reactivos en diferente concentración y pH para lograr la separación de fases o precipitados de los principales compuestos estructurales relacionados con la celulosa [32][33],

2.3.2. Tipos y tratamientos de muestra

- **Métodos de aislamiento de la lignina**

Es casi imposible aislar la lignina en forma nativa inalterada, ya que es necesario aplicar métodos drásticos para la separación de la lignina de las paredes celulares y la celulosa, que cambia parcialmente su conformación nativa[32]. Sin embargo, se han hecho esfuerzos para simplificar los métodos de aislamiento de lignina y hacerlos más

ecológicos, así como para obtener un polímero con una estructura nativa más conservada. Este polímero ha mostrado potencial en diversas aplicaciones médicas, como soporte de base biológica para medicamentos y complementos alimenticios, o como agente de curación para ciertas enfermedades[20]. Además, se ha informado del uso de lignina como base para la producción de materiales diseñados para diversas aplicaciones. Estos incluyen materiales para frenos de automóviles, productos de paneles de madera, biodispersantes, espumas de poliuretano y resinas epoxi para placas de circuito impreso[21]. También se utiliza como agente aglutinante y dispersante en diferentes industrias[34].

- **Aislamiento de lignina mediante extracción previa de pulpa**

Este proceso generalmente se aplica a la madera como material de partida, para obtener pulpa que se deslignifica aún más. La composición y el rendimiento de la lignina se ven afectados por el método de extracción, siendo variables importantes el tipo de disolvente, el tiempo y la temperatura[32]. La elección del método de extracción también depende del tipo de material de partida[19].

El método de obtención de pulpa comprende la extracción alcalina del material. Las virutas de madera o el polvo obtenido por molienda de madera se extraen previamente utilizando ciclohexano-etanol (1:1) (v/v), o tolueno-etanol (2:1) en un aparato Soxhlet. La extracción adicional se realiza usando una mezcla de dioxano-agua (9:1) (v/v) usando HCl como catalizador a 90 °C. Después de la extracción, la pulpa se lava extensamente con dioxano-agua. Otro método incluye el procesamiento de agua presurizada de baja polaridad, conocido en inglés como Low Polarity Pressurized Water Processing (PLPW). Las piezas de madera seca se muelen a un tamaño de partícula entre 0,25 y 1 mm y se colocan en la celda de extracción, llenas de agua o NaOH 0,47 M. La temperatura de extracción es de 100, 140 o 180 °C y la presión es de 5,2 MPa. El tiempo total de procesamiento es de 82 min. El pH del extracto de PLPW se reduce a 5,5 mediante la adición de HCl 6N [32].

- **Purificación de lignina con líquidos iónicos**

En la actualidad, el uso de compuestos orgánicos volátiles libres de solventes son cada vez más importantes para evitar el aumento de la contaminación atmosférica [35], la mayoría de las investigaciones en esta área se centran en la minimización del efecto invernadero[20]. Los líquidos iónicos son los solventes verdes más investigados, especialmente en el área de la biomasa[20]. La combinación de la reutilización con su baja volatilidad es la razón por la que los líquidos iónicos se consideran solventes verdes. La lignina obtenida por procesos alcalinos (NaOH al 7,5%, 90 min 90 °C) u organosol y etanol 60%, 90 min 180 °C se purifica combinando el tratamiento con líquido iónico [MeSO₄] como nuevo disolvente verde y radiación de microondas. Se introduce lignina seca en un matraz junto con [MeSO₄] en una relación sólido: líquido de 1:25 a 50°C durante 6 h en una atmósfera inerte. También se puede agregar radiación de microondas. A continuación, se filtra la solución y se seca el residuo del filtro a 50°C. Se añade agua acidificada a pH 2 a la fracción líquida para recuperar la lignina del líquido iónico. Después de la centrifugación, la lignina recuperada se separa, se lava y se seca a 50 °C en un horno. La extracción de lignina asistida por irradiación de microondas a 60, 80, 100 y 120°C, combinada con el uso de sulfato de metilo y LiCl, ha demostrado aumentar el rendimiento de lignina en un 2,4; 8,8; 13,5 y 24,6 por ciento respectivamente. El contenido de azúcares neutros en estas fracciones de lignina fue relativamente menor en comparación con la lignina de madera molida obtenida por el método clásico [34].

- **Métodos de aislamiento de celulosa**

La celulosa en base a sus características estructurales es un potencial candidato para participar en las “nanopartículas” como agente reforzante. La rigidez inherente y el alto grado de cristalinidad la hacen ideal para aplicaciones de refuerzo y soporte de carga en compuestos. Aparte de esto, la celulosa es un tejido seco, por lo cual el polvo fino puede ser tratado con un 80% de metanol y someterse a un proceso de homogeneización (FastPrep) realizada con durante 5–10 min de agitación a una temperatura de 22 °C, después durante 30 min o 1 h se lleva a cabo la centrifugación, de esta manera se logra

mantener a la pared celular seca. En la centrifugación de pellets suele utilizarse un tampón de fosfato de sodio, después el residuo se lava con una concentración 2M de HCl, para proceder al análisis termogravimétrico debe realizarse enfriamiento a temperatura ambiente, el lavado se realiza con agua desionizada, hasta llegar a un pH neutro, los gránulos formados se lavan con NaOH 0,5 M este proceso de extracción es conocido como FastPrep y se aplica para el aislamiento y purificación de paredes celulares libres en la extracción del material vegetal [36].

- **Aislamiento de celulosa mediante el uso de un procedimiento alcalino**

Inicialmente, el tejido vegetal seco se digiere a 80 °C en una solución de hidróxido de sodio al 4% durante 4 h. Esto elimina la mayor parte de lignina y una gran parte de hemicelulosa. Debido a la decoloración persistente, el producto se blanquea posteriormente con una mezcla de clorito de sodio o ácido acético glacial para eliminar cualquier lignina y hemicelulosa residual presente [32]. Las fibras de celulosa blanqueadas se lavan repetidamente, inicialmente con NaOH acuoso al 5% y luego con agua desionizada para alcanzar un pH neutro. En el procedimiento de blanqueo y lavado del material puede intervenir el sistema FastPrep, para obtener material con mayor pureza [33].

- **Aislamiento de celulosa mediante tratamiento con ultrasonidos**

El procedimiento para el aislamiento de celulosa con peróxido alcalino dentro del tratamiento ultrasónico comprende el tratamiento secuencial del material vegetal con agua a 55 °C durante 2 h, luego con irradiación ultrasónica durante 40 min. En los pasos siguientes, el material se trata con NaOH 0,5 M o al 0,5%; 1,0%; 1,5%; 2,0% y 3,0% en NaOH 0,5 M y NaOH 2 M a 55 °C durante 2 h. El residuo insoluble se recoge por filtración, se lava con agua destilada hasta que el pH del filtrado sea neutro y luego se seca a 60 °C. Mediante un procesamiento adicional en las fibras de celulosa aisladas, se pueden obtener nanofibras utilizando métodos mecánicos, químicos, físicos y biológicos. La elección del método depende principalmente de las dimensiones finales previstas de las nanofibras [37].

- **Aislamiento de celulosa mediante el uso de tecnología enzimática**

La aplicación de enzimas en el procesamiento de material vegetal se ha basado en la hidrólisis de varios componentes de la fibra vegetal (hemicelulosa y lignina) mientras se retiene la porción celulósica. En el biotratamiento la pulpa kraft blanqueada secada al horno se utiliza como material de partida. Después de remojar en agua y esterilizar en autoclave, el cultivo de hongos se agrega a la suspensión de fibra con la cantidad apropiada de sacarosa y extracto de levadura para apoyar el crecimiento de hongos. El hongo se deja actuar sobre las fibras a temperatura ambiente con lenta agitación. Posteriormente, las fibras se esterilizan en autoclave, se lavan y se convierten en láminas con una consistencia de fibra del 10%. Estas fibras se cortan en un refinador a 125.000 rpm. Las fibras refinadas se someten a un crio triturado en el que se congelan las fibras, utilizando nitrógeno líquido, y se les aplica un alto cizallamiento, utilizando un mortero. Este paso es fundamental para liberar las microfibras de la pared celular. Las fibras criotrituradas se dispersan luego en una suspensión acuosa usando un desintegrador y se filtran a través de un filtro de malla. El filtrado, una suspensión de agua diluida de microfibras, se utiliza para investigaciones o aplicaciones adicionales [38].

- **Pretratamiento con ácido diluido en el aislamiento de celulosa**

Este pretratamiento se realiza para eliminar de forma más eficaz la lignina y hemicelulosa de la biomasa durante el aislamiento de celulosa. El material vegetal secado al aire se muele para que pase a través de un tamaño de poro de 0,05 mm o una malla 20. El material molido se remoja previamente a temperatura ambiente mientras se agita continuamente en una solución de ácido sulfúrico diluido entre 1% al 5% durante 4 h. El material previamente remojado se filtra y la parte sólida se lava con un exceso de agua desionizada. Este material se transfiere a un reactor de presión donde se mantiene una presión constante en una solución de ácido sulfúrico diluido al 1% al 5% y se sella. El recipiente se calienta a 160 °C durante 30 min. Para detener el proceso de pretratamiento, el reactor se apaga en un baño de hielo, luego, la suspensión previamente tratada se filtra para eliminar el residuo

sólido y se lava con un exceso de agua desionizada. Todos los rendimientos de biomasa recuperada después del pretratamiento oscilan entre el 75 y el 85% en masa del material inicial [36]. El pretratamiento de la biomasa con ácido sulfúrico diluido en caliente aumenta la digestibilidad mediante la redistribución de la lignina y la disolución de hemicelulosa. Un efecto secundario de la eliminación de la hemicelulosa y las condiciones hidrotermales es el aumentar la cristalinidad de la celulosa extraída. Los cambios en la estructura de la lignina durante dicho tratamiento previo son evidentes, pero la red estructural de la celulosa no muestra signos de degradación [35].

- **Alfa, Beta y Gamma celulosa**

Basándose en la solubilidad en plantas de celulosa alcalina, se pueden dividir en tres grupos los tipos de celulosa natural aislada siendo estos alfa, beta y gamma.[39]

La alfa celulosa se utiliza para definir el contenido de celulosa "verdadera" de material vegetal en forma de solubilidad en álcali. Junto con la celulosa beta y gamma la celulosa alfa, fue introducida por primera vez por Cross y Bevan alrededor de 1904. La alfa celulosa no es un tipo de estructura química, sino más bien la parte de las plantas de celulosa que no se puede disolver en soluciones al 17,5% de NaOH a 20 °C. La celulosa beta es una fracción de celulosa disuelta en soluciones al 17,5% de NaOH. Generalmente se cree en la celulosa beta de verdad no está presente en la madera, pero es una forma de producto derivado de la alfa celulosa durante la pulpa. La celulosa gamma es una fracción alcalina soluble con densidades más altas que las anteriores. Se cree que la celulosa gamma no tenía una base real en la madera, en el caso de la pulpa de madera en procesos químicos, la alfa celulosa indica una cantidad normal de celulosa, la celulosa beta muestra el tamaño de la alfa celulosa que se degrada, y la hemicelulosa gamma indica la naturaleza del polímero [40].

2.4. Preparación de compuestos semisintéticos

2.4.1. Definición

Se consideran polímeros semisintéticos a los compuestos formados por una reacción polimérica, en la cual se ha fusionado polímeros aislados de origen natural y se combinan con materiales sintéticos mediante reacciones químicas, denotándose la cadena de monómeros que lo componen, considerando que la estructura macromolecular del polímero natural se mantiene intacta[41].

2.4.2. Tipos y usos según la Composición orgánica y sintética

- **Nitrato de celulosa**

El nitrato de celulosa fue sintetizado en 1845 por Schonbein, quien, debido a que creía que era un compuesto nitro en lugar de un éster de ácido nítrico, lo llamó erróneamente nitrocelulosa. Las soluciones de nitrato de celulosa fueron patentadas por Wilson y Green en 1884. Las lacas modernas, que se introdujeron en 1925, son soluciones de nitrato de celulosa. Estos recubrimientos se secan por evaporación del solvente. Las lacas de nitrocelulosa pigmentadas se utilizaron como acabados para automóviles en 1913 [42]. Lacas de nitrato de celulosa con mayor contenido de sólidos se rociaron en caliente en la década de 1940. Para hacer frente a la competencia de los recubrimientos de resina alquídica-amino, los recubrimientos de nitrato de celulosa se mejoraron en la década de 1950 mediante el desarrollo de lacas multicolores y superlacas basadas en prepolímeros de nitrato-isocianato de celulosa [43]. Dentro de la obtención industrial se mezclan ácido sulfúrico concentrado y ácido nítrico al 70% con celulosa a 0 °C para producir nitrocelulosa.[44]

Por ello cuando una molécula de celulosa se modifica químicamente con ácido nítrico fuerte, ácido sulfúrico y agua, el producto resultante es nitrato de celulosa. Se ha descubierto que el nitrato de celulosa es útil en una variedad de materiales[45]. Algunos de ellos incluyen adhesivos, explosivos, bases de películas, lacas, recubrimientos y plásticos sólidos. Dependiendo del grado de nitración de la molécula de nitrato de celulosa utilizada en la fabricación, se pueden producir diferentes productos. Además, al variar la

proporción de nitrato de celulosa, plastificante y disolvente en la formulación también se puede generar un producto diferente. El nivel de nitración de una molécula de nitrato de celulosa generalmente se expresa como el porcentaje de átomos de nitrógeno por residuo de glucosa en la molécula.[46]

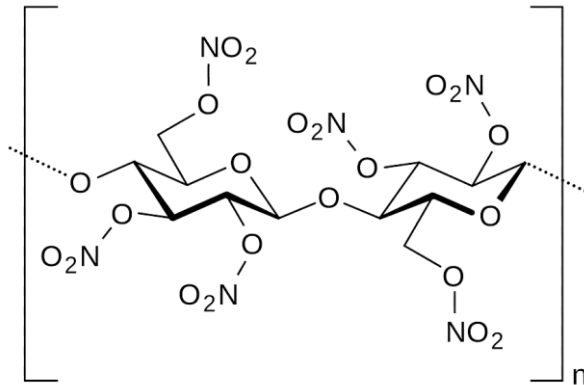


Figura 5. Estructura química del nitrato de celulosa.

Las lacas para madera se basaban en nitrocelulosa, pero ese uso está disminuyendo. Para plastificar lacas de nitrocelulosa se han utilizado resinas alquídicas compatibles con nitrocelulosa. El nitrato de celulosa es inflamable y tiene un bajo rendimiento al calor y la luz solar [44].

- **Acetato de celulosa**

El primer acetato de celulosa fue un triacetato producido por Schutzenberger en 1865. Miles produjo un diacetato de celulosa más fácilmente soluble en 1903, el cual redujo el contenido de acetilo por saponificación parcial del triacetato. El diacetato es soluble en acetona. En los Estados Unidos se comercializan más de 20 ésteres de ácidos orgánicos de celulosa, pero solo el nitrato y el acetato se producen en grandes cantidades[17]. El acetato de celulosa, plastificado con trietilcitrate de acetilo, se utiliza como revestimiento para el tamizado de papel, alambre y como película fundida. El acetato butirato de celulosa (CAB) encuentra un uso generalizado como resina modificadora en revestimientos industriales[47]

El acetato de celulosa se fabrica típicamente a partir de pulpa de madera mediante reacciones con ácido acético y anhídrido acético en presencia de ácido sulfúrico para formar triacetato de celulosa[2]. A continuación, el triacetato se hidroliza parcialmente hasta el grado de sustitución deseado. Recientemente, se han desarrollado otros métodos sintéticos para la esterificación de polisacáridos, incluido el uso de líquidos iónicos[48]. Otro desarrollo reciente es el uso de yodo como catalizador para la esterificación de celulosa y almidón en presencia de anhídrido acético[49][48].

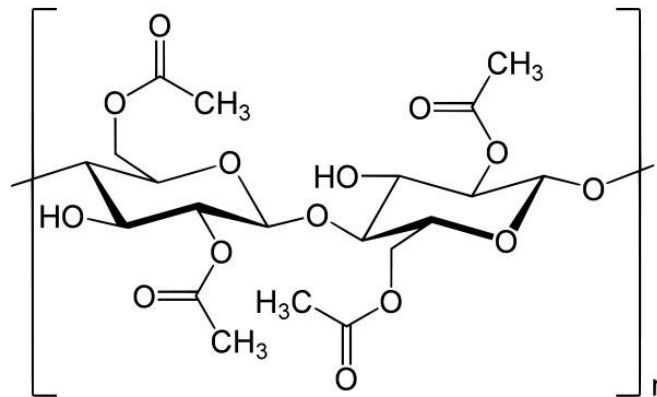


Figura 6. Estructura molecular del acetato de celulosa.

El acetato de celulosa se utiliza como base de película en fotografía, como componente en algunos adhesivos y como material de montura para anteojos. También se utiliza como fibra sintética, en la fabricación de filtros de cigarrillos, esta presente en los mangos de destornilladores, depósitos de tinta y películas de rayos X [50].

2.4.3. Métodos de caracterización

- **Espectroscopía infrarroja**

La espectroscopía infrarroja (espectroscopía IR) ocupa la región infrarroja del espectro electromagnético, es decir, luz con una longitud de onda más larga y una frecuencia más baja que la luz visible. Cubre una variedad de técnicas, principalmente basadas en espectroscopía de absorción. Como ocurre con todas las técnicas espectroscópicas, se

puede utilizar para identificar y estudiar sustancias químicas. Un instrumento de laboratorio común que utiliza esta técnica es un espectrómetro de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR) [51].

La porción infrarroja del espectro electromagnético generalmente se divide en tres regiones; el infrarrojo cercano, medio y lejano, llamado así por su relación con el espectro visible. El infrarrojo cercano de mayor energía, aproximadamente $14000-4000\text{ cm}^{-1}$ (longitud de onda de $0,8-2,5\text{ }\mu\text{m}$) puede excitar vibraciones armónicas. El infrarrojo medio, aproximadamente $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ($2,5-25\text{ }\mu\text{m}$) se puede utilizar para estudiar las vibraciones fundamentales y la estructura rotacional-vibratoria asociada. El infrarrojo lejano, aproximadamente $400-10\text{ cm}^{-1}$ ($25-1000\text{ }\mu\text{m}$), que se encuentra adyacente a la región de microondas, tiene poca energía y puede usarse para espectroscopía rotacional. Los nombres y clasificaciones de estas subregiones son convenciones, y se basan sólo vagamente en las propiedades moleculares o electromagnéticas relativas [52].

La espectroscopia infrarroja aprovecha el hecho de que las moléculas absorben frecuencias específicas que son características de su estructura. Estas absorciones son frecuencias resonantes, es decir, la frecuencia de la radiación absorbida coincide con la frecuencia del enlace o grupo que vibra. Las energías están determinadas por la forma de las superficies de energía potencial molecular, las masas de los átomos y el acoplamiento vibracional asociado [53].

En particular, en las aproximaciones de Born-Oppenheimer y armónicas, es decir, cuando el hamiltoniano molecular correspondiente al estado fundamental electrónico, puede aproximarse mediante un oscilador armónico en la vecindad de la geometría molecular de equilibrio. Las frecuencias de resonancia están determinadas por los modos normales correspondientes a la superficie de energía potencial del estado fundamental electrónico molecular. Sin embargo, las frecuencias de resonancia pueden estar en un primer enfoque relacionadas con la fuerza del enlace y la masa de los átomos en cualquiera de sus extremos. Por tanto, la frecuencia de las vibraciones se puede asociar con un tipo de enlace particular [51].

Para que un modo vibratorio en una molécula sea "IR activo", debe estar asociado con cambios en el dipolo permanente[54][55].

- **Determinación peso molecular polímeros**

El peso molecular de los polímeros es una forma de describir la longitud de las cadenas de los polímeros. Para caracterizar los sistemas macromoleculares en términos de peso molecular, debemos referirnos a los pesos moleculares promedio. El tipo de promedio de peso molecular obtenido depende de la técnica de medición que se utilice. Un polímero no tiene un solo peso molecular (M_w) sino una variedad de parámetros de peso molecular promedio: peso molecular promedio en número (M_n), peso molecular promedio en peso (M_w), peso molecular promedio (M_z), peso molecular promedio más alto ($M_z + 1$). Los polímeros sintéticos y algunos biopolímeros (como el biopolímero polidisverso quitosano) contienen macromoléculas con diferentes pesos moleculares en su estructura. Para la mayoría de los biopolímeros, la biosíntesis se controla mediante un método dirigido por molde en la mayoría de los sistemas in vitro y, por lo tanto, todos tienen la misma masa y contienen secuencias y números de monómeros similares. Es decir, si en el caso de los polímeros sintéticos podemos hablar de índice de polidispersidad al referirse a algunos biopolímeros, el término correcto es monodispersidad, que determina la ausencia de distribución molecular del peso. El índice de polidispersidad es la heterogeneidad de diferentes tamaños de cadenas cuanto mayor es la distribución del peso molecular de las macromoléculas que constituyen el polímero, mayor es la polidispersidad, definida como la relación de M_w a M_n . Por supuesto, existe una excepción a esta regla, a saber, los polímeros naturales, como el quitosano, tienen macromoléculas con diferentes pesos moleculares en su estructura. Para garantizar la funcionalidad adecuada del producto final, se debe determinar la distribución del peso molecular de los polímeros naturales y sintéticos [56].

- **Viscosimetría**

La viscosimetría es un método analítico accesible que puede utilizarse para la caracterización de polímeros. Para este propósito, la solución de polímero se puede definir con respecto a su estructura molecular, fracción de volumen o viscosidad. Además, se puede determinar la masa molar (que tiene el valor numérico igual al peso molecular relativo expresado en unidades de masa atómica) del polímero correspondiente. Es bien sabido que los polímeros aumentan la viscosidad del líquido en el que se disuelven, ya que las grandes macromoléculas fluyen junto con el disolvente. Por tanto, el aumento de la viscosidad depende del tamaño del polímero y, posteriormente, del peso molecular del polímero. Para calcular el peso molecular medio del polímero en función de la viscosidad, se puede utilizar la fórmula de Mark-Houwink [57].

$$[\eta] = K (Mw)^\alpha \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde:

$[\eta]$ = *Viscosidad Intrínseca*

K = *constante para el sistema polímero – solvente – temperatura*

α = *constante para el sistema polímero – solvente – temperatura*

Mw = *peso molecular polímero*

Las determinaciones de estas constantes son experimentales y se encuentran tabuladas en diferentes bibliografías y sistemas. Las constantes de Mark-Houwink se establecen midiendo viscosidades y pesos moleculares de una serie de polímeros, en una amplia gama de pesos moleculares, y ajustando la mejor línea recta a la ecuación de la fórmula de Mark-Houwink. Por ende, se ha demostrado que el exponente α se caracteriza por valores entre 0,5 y 0,8; que rara vez superan estos valores. Para poder calcular la viscosidad intrínseca, es necesario determinar la viscosidad específica, $[\eta_{sp}]$ que se puede conocer en base a la de Einstein y la relación entre la viscosidad intrínseca $[\eta]$ y la viscosidad específica $[\eta_{sp}]$ se expresada en las ecuaciones 2 y 3 donde CA es la concentración de polímero en gramos por unidad de volumen [58]:

$$[\eta_{sp}] = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 \quad \text{Ecuación 4}$$

$$[\eta] = \lim_{CA \rightarrow 0} \frac{[\eta_{sp}]}{CA} \quad \text{Ecuación 5}$$

CAPITULO III MARCO METODOLÓGICO

3.1. Ubicación

La recolección de la muestra de paja (*Calamagrostis intermedia*) se realizó en el sector Cónдор Sabana, de la parroquia Urbina, perteneciente al cantón Guano en la provincia de Chimborazo a una altura de 4140 m.s.n.m en las coordenadas 1°28'13.225"S 78°45'1.001"W. Posteriormente se entregaron las muestras recolectadas al Herbario QAP de la Universidad Central del Ecuador para la determinación taxonómica de la especie botánica. Por otra parte, la extracción y análisis de laboratorio, tanto de la celulosa como de los compuestos semisintéticos, se realizó en el Laboratorio de Polímeros de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Central del Ecuador.

3.2. Equipos y materiales

- **Extracción de celulosa**

| Materiales | Equipos | Reactivos |
|---|-------------------------------|--------------------|
| Torre de Tamices | Secador de bandejas eléctrico | Hidróxido de sodio |
| Vasos de precipitación de 1000, 500, 250 y 100 mL | Balanza | Agua destilada |
| Vidrio reloj | Triturador | Ácido sulfúrico |
| Espátula | Criba | Clorito de sodio |
| Pinza | Reverbero | |
| Termómetro | Temporizador | |
| Filtro de malla | pH metro | |
| Varilla de agitación | Agitador magnético | |
| Piseta | | |
| Matraz aforado de 500mL | | |

| | | |
|----------------------|--|--|
| Pipeta de 10 y 25 mL | | |
| Pera de succión | | |

• **Preparación de compuestos semi sintéticos**

| Materiales | Equipos | Reactivos |
|--|-------------------------------|--------------------|
| Vasos de precipitación de 1000, 500, 250 y 100mL | Secador de bandejas eléctrico | Hidróxido de sodio |
| Probeta de 100 y 250 mL | Balanza | Celulosa aislada |
| Vidrio reloj | Reverbero | Agua destilada |
| Espátula | Temporizador | Ácido Sulfúrico |
| Pinza | pH metro | Ácido Nítrico |
| Termómetro | Agitador magnético | Ácido Acético |
| Filtro de malla | | Anhídrido acético |
| Varilla de agitación | | |
| Piseta | | |
| Matraz aforado de 500 mL | | |
| Pipeta de 10 y 25 mL | | |
| Pera de succión | | |

• **Caracterización de celulosa y compuestos semisintéticos**

| Materiales | Equipos | Reactivos |
|-------------------------|---|--------------------------------|
| Mortero | Balanza | Agua destilada |
| Espátula | Espectrofotómetro IR JASCO FT/IR-4100typeA | Hidróxido de sodio |
| Varilla de Agitación | Microscopio óptico | Sulfato cúprico pentahidratado |
| Vaso precipitación 50mL | Cronómetro | Ácido sulfúrico |

| | | |
|-------------------------|--|---------------------|
| Tubos de ensayo | | Hidróxido de amonio |
| Probeta de 50 mL | | Celulosa aislada |
| Viscosímetro de Ostwald | | Acetona |

3.3. Tipo de investigación

El presente trabajo de titulación responde una tipología de investigación experimental, ya que se relaciona procesos químicos analíticos con enfoque cuantitativo para determinar el rendimiento de la extracción de celulosa a partir de la muestra de paja, y del tipo cualitativo para las determinación y caracterización de la celulosa extraída y los polímeros semi sintéticos formados partir de ella. De esta manera también se emplaza un tipo de investigación correlacional en base a los datos obtenidos y la revisión documental sobre la metodología de extracción y las bases de espectros de polímeros de celulosa, nitrato de celulosa y acetato de celulosa reportadas por diferentes autores, así como la determinación del peso molecular de los polímeros obtenidos.

3.4. Prueba de Hipótesis - pregunta científica – idea a defender

Hipótesis alternativa: Es posible preparar compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída de la especie *Calamagrostis intermedia*.

Hipótesis nula: No es posible preparar compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída de la especie *Calamagrostis intermedia*.

3.5. Población o muestra

En primera instancia dentro del presente estudio la población de la especie analizada es desconocida debido a su magnitud o existencia natural, y por lo tanto no existe un marco muestral. En tal virtud no se cuenta con un listado de las unidades de estudio, no hay forma de conocer e identificar a cada uno de los elementos que conforman la

población, por ende esta es desconocida, recalcando que esto no se da por sus características, sino por su magnitud[59]. Sin embargo las unidades de estudio serán las mismas que las unidades resultantes del muestreo aplicado, siendo este del tipo no probabilístico[60], en tanto la recolección de la muestra se realizó siguiendo los lineamientos para el muestro y análisis de materia vegetal reportados por el Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias, perteneciente al Gobierno Federal de México[61] como se aprecia en el anexo VI.

De este modo, las muestras se tomaron in situ en la localización mencionada anteriormente, de manera al azar, sin embargo, en todas las partes de la experimentación realizada en el trabajo investigativo se resalta la homogenización de la muestra para los tratamientos experimentales. Por lo tanto, se recolectaron 150 g de paja de paramo.

3.6. Recolección de información

Se utilizaron fichas de observación en todas las etapas de investigación, desde la toma de muestra donde se registró el peso, color y tamaño de la paja, en la etapa de extracción se consideró el peso, el color, pH, y las líneas espectrales del análisis FTIR, determinación de peso molecular, tipo de celulosa, por último, para la preparación de los compuestos semi sintéticos se reportó el volumen, peso, pH, color, las líneas espectrales del análisis FTIR y determinación del peso molecular. De esta manera se utilizó la siguiente metodología experimental:

3.6.1. Pretratamiento de la muestra

- Se pesaron 100 g de paja de paramo de la especie *Calamagrostis intermedia*
- Se colocó la paja en la bandeja del secador y pesar.
- Se introdujeron la bandeja en el secador a una temperatura de 65°C.
- Se registró el peso de la bandeja cada hora hasta que sea constante.
- Se colocó la paja seca en el equipo de molienda y triturado.
- La paja seca y molida se colocó en la torre de tamices desde 0 a 450 µm.
- Se colocó la paja y los tamices en la criba durante 15 minutos a velocidad media.

- Se registró el peso de los tamices y seleccionar 2 en los cuales exista mayor cantidad de paja.

3.6.2. Extracción de celulosa

- Se preparó 500 mL de una solución al 10% de NaOH.
- Se colocó la paja de tamaño de partícula definido en un vaso de precipitación.
- Se cubrió la paja con suficiente volumen de la solución de NaOH al 10%.
- Se colocó el vaso con la paja y la solución en una plancha de calentamiento.
- Se calentó y cuando apareció la primera burbuja de ebullición se realizó la decocción por 10 minutos a 90°C.
- Después del tiempo indicado se dejó enfriar por 20 minutos a temperatura ambiente.
- Se lavó y filtro con suficiente agua destilada hasta llegar a un pH de 7.
- La muestra lavada se secó a 65°C hasta que el peso sea constante.
- Se preparó 500 mL una solución de ácido sulfúrico al 4%.
- Se colocó la muestra seca en un vaso de precipitación y se agregó suficiente solución de ácido sulfúrico hasta cubrir la muestra.
- Se puso el vaso con la solución de ácido y la muestra en la plancha de calentamiento y se calentó, manteniéndose la mezcla en ebullición por una hora.
- Transcurrido el tiempo la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente.
- Se lavó y filtro con suficiente agua destilada hasta llegar a un pH de 7.
- Se preparó 500 mL de una solución al 3,5% de clorito de sodio.
- Se colocó la muestra lavada en un vaso de precipitación, se agregó suficiente solución de clorito de sodio y se dejó en reposo por 3 horas.
- Se llevó el vaso con la muestra y la solución a baño de María hasta los 95°C y se mantuvo la temperatura por 40 minutos.
- Se dejó enfriar, lavo y filtró con suficiente agua destilada hasta llegar a un pH de 7.
- Se preparó 500 mL de una solución al 20% de NaOH.
- Se colocó la muestra lavada en un vaso de precipitación y cubrió con suficiente solución al 20% de NaOH.

- Se colocó el vaso con la muestra y la solución en un agitador magnético con agitación constante durante 1 hora.
- Se lavó y filtró con suficiente agua destilada hasta llegar a un pH de 7.
- Se preparó 350 mL de una solución al 0,5% de clorito de sodio.
- Se colocó el vaso con la muestra y la solución en un agitador magnético con agitación constante durante 1 hora.
- Se lavó y filtró con suficiente agua destilada hasta llegar a un pH de 7.
- La muestra lavada se llevó secar a 65 °C hasta que el peso sea constante.
- Se registró el peso de la celulosa seca extraída.

3.6.3. Determinación del peso molecular de celulosa extraída

- Se preparó una solución con 20 g de sulfato cúprico pentahidratado, 100 mL de agua destilada y 15 mL de ácido sulfúrico al 50%.
- Se agitó hasta que se disolvió completamente la solución y se agregó 11 mL de hidróxido de amonio.
- Se agitó y dejó en reposo durante 2 horas para la formación de precipitado.
- Se lavó y filtró con suficiente agua destilada hasta llegar a pH 8.
- Se secó el precipitado a 70 °C hasta obtener un peso constante.
- Se agregó 100 mL de hidróxido de amonio y se agitó la solución.
- Se colocó 0,035 g de celulosa aislada con tamaño de partícula determinado en un vaso de precipitación y se agregó 50 mL de la solución preparada.
- Se prepararon soluciones con la mezcla anterior con una concentración de 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 g/L.
- Se colocaron 15 mL del estándar cuprietilendiemina para el viscosímetro de Ostwald manteniendo una temperatura a 25 °C y se registró el tiempo que tarda en recorrer la capilaridad del equipo hasta las líneas marcadas en el lado A y B.
- Se colocó 15 mL de las soluciones preparadas de cada concentración dentro del viscosímetro de Ostwald, manteniendo una temperatura de 25 °C y registró el tiempo que tarda en recorrer la capilaridad del equipo hasta las líneas marcadas en el lado A y B.

3.6.4. Determinación del tipo de celulosa obtenida

- Se preparó 30 mL de 2 soluciones al 17,5% y 8% de hidróxido de sodio.
- En un tubo de ensayo se colocaron 0,1g de celulosa aislada con tamaño de partícula determinado y 10 mL de la solución de hidróxido de sodio al 17,5%.
- Se colocó la tapa en el tubo de ensayo y se agitó impidiendo el ingreso de aire.
- Se dejó el tubo de ensayo en reposo y se registró la solubilidad de la celulosa.
- En un tubo de ensayo se colocaron 0,1g de celulosa aislada con tamaño de partícula determinado y 10 mL de la solución de hidróxido de sodio al 8%.
- Se colocó la tapa en el tubo de ensayo y se agitó impidiendo el ingreso de aire.
- Se dejó el tubo de ensayo en reposo y se registró la solubilidad de la celulosa.

3.6.5. Preparación de acetato de celulosa

- Se colocaron 2 g de celulosa aislada con tamaño de partícula determinado en un vaso de precipitación.
- Se preparó una solución de 100 mL con una concentración 4:6 de ácido acético y anhídrido acético y 0,5 mL de ácido sulfúrico al 95%.
- Se agregó la solución preparada poco a poco al vaso con celulosa en un agitador magnético.
- Tras la agitación y adición de la solución se retiró la mezcla del agitador.
- Se colocó el vaso en un microondas durante 10 segundos y se agitó lentamente.
- Se repitió el paso anterior hasta completar 2 minutos.
- Se dejó en reposo la mezcla hasta que se enfrió a temperatura ambiente.
- Se agregó 100 mL de agua destilada helada.
- Se lavó y filtró el precipitado con suficiente agua destilada.
- Se secó el precipitado a 60 °C hasta obtener un peso constante.

3.6.6. Determinación del peso molecular del acetato de celulosa

- Se colocaron 0,035 g de acetato de celulosa preparado en un balón aforado de 50 mL.
- Se aforó agregando acetona.
- Se prepararon soluciones con la mezcla anterior de una concentración de 0,1; 0,3; 0,5; 0,7 g/L.
- Se colocaron 15 mL del estándar de acetona para el viscosímetro de Ostwald manteniendo una temperatura 30 °C y se registró el tiempo que tarda en recorrer la capilaridad del equipo hasta las líneas marcadas en el lado A y B.
- Se colocaron 15 mL de las soluciones preparadas en cada concentración dentro del viscosímetro de Ostwald manteniendo una temperatura de 30 °C y se registró el tiempo que tarda en recorrer la capilaridad del equipo hasta las líneas marcadas en el lado A y B.

3.6.7. Preparación de Nitrato de celulosa

- Se colocó en un vaso de precipitación 50 mL de ácido nítrico en un baño de hielo, hasta llegar a 8 °C.
- Se agregó 40 mL de ácido sulfúrico en el ácido nítrico mientras se agita y agrega poco a poco.
- Se dejó en reposo la mezcla hasta que llegue a temperatura ambiente.
- Se agregó 1 g de celulosa aislada con tamaño de partícula determinado en la mezcla preparada.
- Se colocó la mezcla con celulosa en un agitador magnético a 40 °C durante 2 horas con agitación rápida.
- Transcurrido el tiempo se dejó en reposo la mezcla hasta que llegue a temperatura ambiente.
- Se agregó 100 mL de agua destilada.
- Se lavó y filtró el precipitado con suficiente agua destilada.
- Se secó el precipitado a 60 °C hasta obtener un peso constante.

3.6.8. Análisis FTIR de celulosa, acetato de celulosa y nitrato de celulosa

- En un mortero se molió la muestra a analizar.
- Se colocó la muestra sólida en el equipo y analizó en la zona de 600 a 4000 cm^{-1} .
- Se reportaron los espectros en el software ESPECTRAL MANNAGER.

3.6.9. Microscopia óptica de celulosa, acetato de celulosa y nitrato de celulosa

- En un mortero molió la muestra a analizar.
- Se colocó la celulosa aislada con tamaño de partícula determinado en el cubre objetos y se analizó por microscopia óptica.
- Se preparó una solución de nitrato de celulosa y acetona.
- Se secó la solución a 90 °C hasta evaporar la acetona de la solución.
- Se colocó una gota del extracto residual del paso anterior, en el cubre objetos y se analizó por microscopia óptica.
- Se preparó una solución acetato de celulosa-acetona.
- Se secó a temperatura ambiente hasta evaporar la acetona de la solución.
- Se colocó una gota del extracto residual del paso anterior, en el cubre objetos y se analizó por microscopia óptica

3.7. Procesamiento de la información y análisis estadístico

El propósito de este estudio es estudiar la relación entre los factores de investigación y las reacciones inmersas en la extracción y preparación de compuestos semisintéticos con el fin de establecer una metodología adecuada para la extracción de celulosa. De esta manera se determinó que los factores a analizar con mayor influencia son el tamaño de partícula, el pH óptimo para la extracción, el peso molecular y los espectros FTIR. Los datos experimentales se recolectaron en una ficha de observación y reporte

Se planteó una prueba Tukey ya que se tiene la misma cantidad de muestra y un análisis estadístico ANOVA debido a que análisis de varianza permite comparar la hipótesis nula con la hipótesis alternativa. Esta comparación es fundamental a la hora de analizar

resultados experimentales, pues nos facilitará adquirir diferentes factores relacionados con la variable dependiente.

3.8. Variables respuesta o resultados alcanzados

- Las variables de medida son el tamaño de partícula, peso molecular, los espectros FTIR en dependencia de la metodología de extracción seleccionada.
- El tamaño de partícula se determinó en base a un estudio de molienda y tamizaje seleccionando, la luz de malla con mayor retención de partículas.
- El peso molecular de los polímeros se midió bajo un estudio de viscosimetría en dependencia de la ecuación y constantes de Mark-Houwink.
- Los espectros FTIR se midieron y analizaron en la zona de 600 a 4000 cm^{-1} .

CAPITULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Identificación botánica la especie *Calamagrostis intermedia*

Se recolectaron 150 g de paja de páramo en la localización señalada anteriormente, de los cuales 50 g se enviaron al Herbario QAP de la Universidad Central del Ecuador para la determinación taxonómica y botánica de la especie, en tal virtud el informe del herbario reporta: Una vez revisadas las características morfológicas del ejemplar y comparando con los existentes registros en el Herbario, la muestra corresponde a la especie *Calamagrostis intermedia* (J. Presl) Steud Familia Poaceae, especie nativa del Ecuador como se expresa en el anexo 1.

4.2. Determinación la cantidad de celulosa contenida en la especie *Calamagrostis intermedia*

4.2.1 Rendimiento de fibra de celulosa

En la tabla 1 se aprecia el porcentaje de fibra celulósica obtenida y recuperada tras la extracción con NaOH.

Tabla 1. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA CON MUESTRAS DE PAJA CON TAMAÑO DE PARTÍCULA 300 μm Y 106 μm .

| Descripción | Tamaño de partícula (300 μm) | Tamaño de partícula (106 μm) |
|-----------------------|--|--|
| Cantidad de fibra | 21,24 g | 19,16 g |
| Cantidad de paja seca | 40 g | 40 g |
| Fibra de celulosa | 53,1% | 47,9% |

4.2.2 Rendimiento de pulpa de celulosa

En la tabla 2 se emplaza el porcentaje de celulosa recuperada tras el blanqueamiento, se considera el porcentaje total de celulosa en la paja.

Tabla 2. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO DE EXTRACCIÓN DE PULPA DE CELULOSA CON MUESTRAS DE PAJA CON TAMAÑO DE PARTÍCULA 300 MM Y 106 MM.

| Descripción | Tamaño de partícula (300 μm) | Tamaño de partícula (106 μm) |
|------------------------------|--|--|
| Cantidad de fibra | 21,24 g | 19,16 g |
| Cantidad de pulpa | 10,21 g | 9,35 g |
| Pulpa de celulosa Blanqueada | 48,06% | 48,80% |

4.3. Resultados de la extracción de celulosa en la especie *Calamagrostis intermedia* mediante un proceso de extracción sólido-líquido.

4.3.1. Pretratamiento de la muestra

- **Secado de paja a 65°C**

En la Tabla 3, se aprecia la pérdida de peso de la muestra inicial de paja, sometida a secado en un secador de convección forzada, en tanto se determina que en un tiempo de 12 horas el peso o contenido de humedad de estabiliza perdiendo en total 9 gramos de agua.

Tabla 3. PÉRDIDA DE PESO Y TIEMPO DE SECADO

| Tiempo (h) | Bandeja y Muestra(g) | Diferencia(g) | Peso muestra(g) |
|-------------------|-----------------------------|----------------------|------------------------|
| 0 | 242,5 | | 100 |
| 1 | 240,8 | 1,7 | 98,3 |
| 2 | 239,1 | 1,7 | 96,6 |
| 3 | 238,3 | 0,8 | 95,8 |
| 4 | 237,5 | 0,8 | 95 |
| 5 | 236 | 1,5 | 93,5 |
| 6 | 235,3 | 0,7 | 92,8 |
| 7 | 234,8 | 0,5 | 92,3 |
| 8 | 234,7 | 0,1 | 92,2 |
| 9 | 233,7 | 1 | 91,2 |
| 10 | 233,6 | 0,1 | 91,1 |
| 11 | 233,5 | 0,1 | 91 |
| 12 | 233,5 | 0 | 91 |

En la Figura 7, se muestra la pérdida de peso de la muestra de paja sometida a secado en relación a la cantidad de gramos que se pierden en cada hora de un total de 12h, se debe considerar que existe variación en la cantidad de agua eliminada y una estabilización de pérdida a partir de las 10 horas por el calor debido a la humedad ligada a la muestra o del sólido, este tipo de humedad estará dentro de la estructura intermolecular y no se perderá en adelante, por ende se considera que el tiempo de secado es de 12 horas.

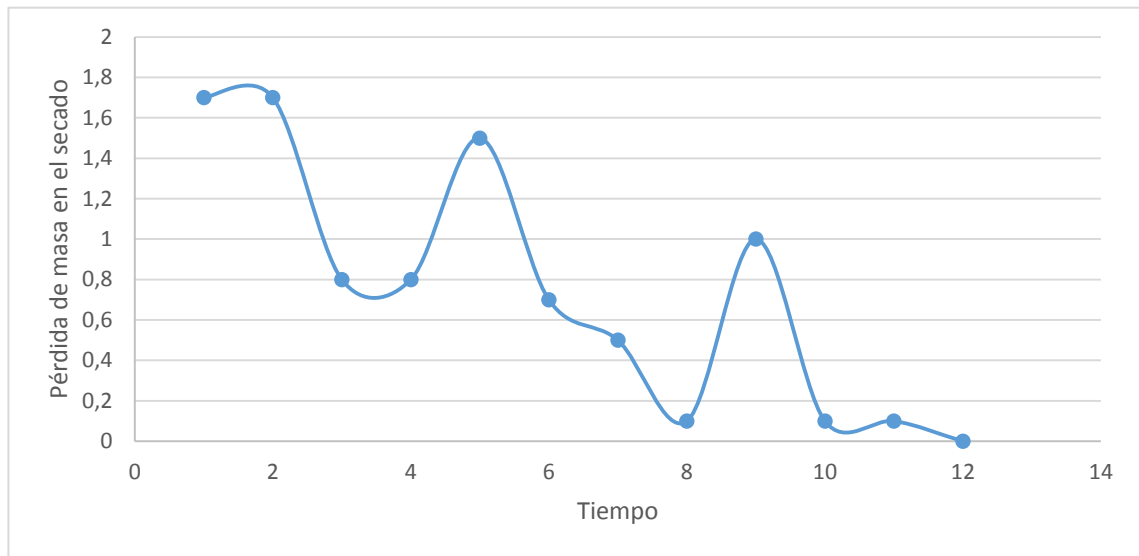


Figura 7. Pérdida de masa en el secado vs Tiempo

- **Determinación del tamaño de partícula de la muestra triturada**

Tabla 4. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DE LA MUESTRA TRITURADA

En la tabla 4, se presentan los pesos y porcentajes retenidos en cada luz de malla, de una torre de 7 tamices colocados en una criba, además se aprecian los porcentajes de cada retención en su luz de malla respectiva, de esta manera se determina que los tamices de 300 y 106 μm son los que retienen una mayor cantidad de muestra triturada, mientras que los tamices 212 y 38 son los que retienen menor cantidad.

| Luz de malla (μm) | Peso de los tamices (g) | Peso de los tamices con la muestra (g) | Peso retenido en cada tamiz (g) | Porcentaje retenido (%) |
|--------------------------------|-------------------------|--|---------------------------------|-------------------------|
| 425 | 313,4 | 314,9 | 1,5 | 1,65 |
| 300 | 295,7 | 337,5 | 41,8 | 45,93 |
| 212 | 284 | 285,1 | 1,1 | 1,21 |
| 150 | 282,5 | 283,8 | 1,3 | 1,43 |
| 106 | 278 | 319,7 | 40,2 | 44,18 |
| 53 | 270,8 | 272,4 | 1,6 | 1,76 |
| 38 | 273,4 | 274,3 | 0,9 | 0,99 |
| Base | 245 | 246,1 | 2,6 | 2,86 |

| |
|--------------|
| TOTAL |
|--------------|

| | |
|----|-----|
| 91 | 100 |
|----|-----|

En la Figura 8, se aprecia la cantidad de muestra triturada en cada luz de malla de una torre de 7 tamices, identificando que los tamices 300 y 106 μm se retiene una cantidad de 41,8 g y 40,2 g respectivamente, de este modo la luz de malla de 300 μm se considera de granulometría fina y la de 106 μm muy fina, en tal virtud los dos tamices con mayor retención representan el 90,11 % del peso total triturado y serán las muestras seleccionadas para la extracción.

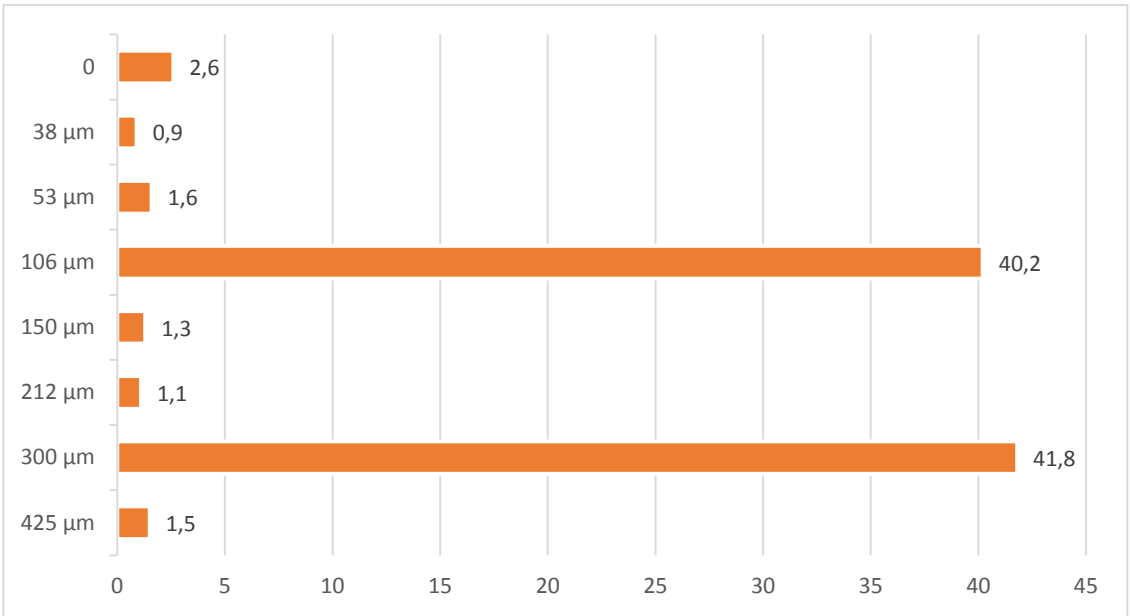


Figura 8. Masa retenida en cada luz de malla

4.3.2. Extracción sólido-líquido

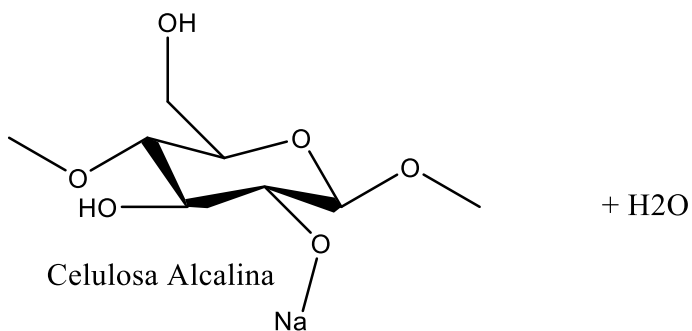
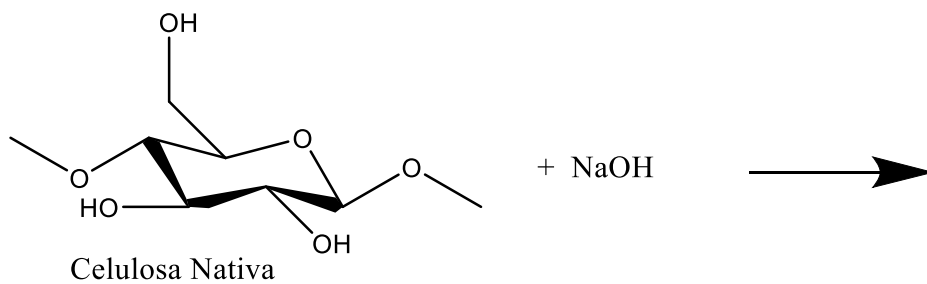
- **Extracción fibra de celulosa**

Primero, las fibras de celulosa de paja se cocinan en una solución de NaOH al 10% a una temperatura de 90 °C para convertir la celulosa nativa en celulosa alcalina. Considerando que cuando se coloca en un agente de hinchamiento o en un solvente, las fibras de celulosa natural muestran un hinchamiento no homogéneo. El fenómeno de hinchamiento tiene lugar en algunas zonas seleccionadas a lo largo de las fibras. Una explicación de la hinchazón es que la celulosa presente en la pared secundaria hace que la pared primaria

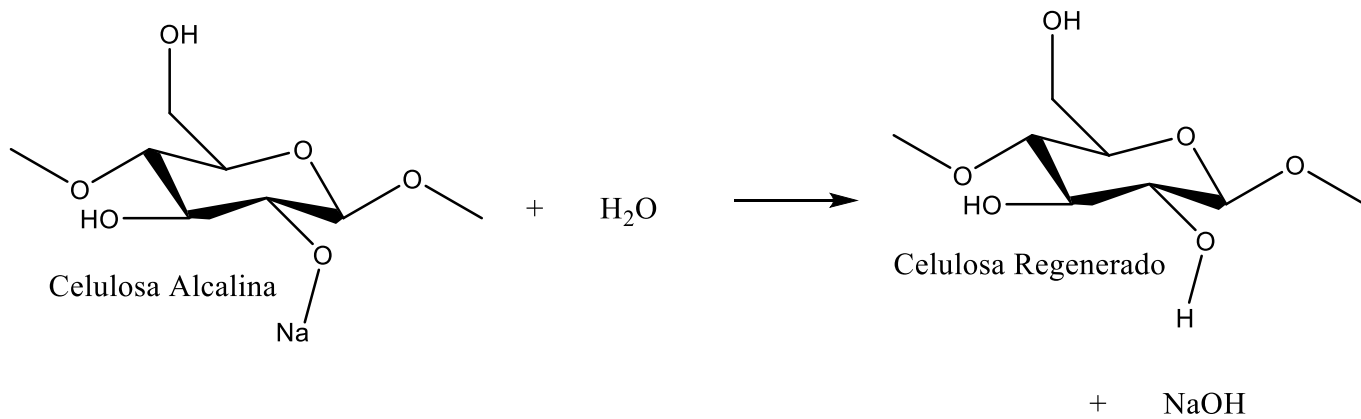
se extienda y explote. Según esta visión, la celulosa hinchada en expansión se abre paso a través de los desgarros en la pared primaria, la tipología de los mecanismos de disolución es universal, dependiendo solo de la calidad del solvente siendo en el presente caso agua con NaOH sin aditivos, debido a la falta del estudio morfológico se consideró la disolución y no la hinchazón como un factor determinante para la extracción. El análisis se basó en el hecho de que la solución de hidróxido de sodio en la región de baja concentración de NaOH tiene un comportamiento eutéctico, de este modo la mezcla eutéctica todavía está presente cuando se agrega celulosa en la solución de NaOH por ende la presencia de celulosa disminuye drásticamente la cantidad de esta mezcla eutéctica. Cuanto mayor sea la concentración de celulosa, menor será la cantidad de la solución eutéctica. El carácter anfifílico de la celulosa es evidente, estando presentes carbonos alifáticos en los bordes de los anillos de piranosa junto con grupos altamente polares en el lado de la cadena. La disolución en NaOH-agua a bajas concentraciones de NaOH significa que hay mucha agua alrededor de las cadenas de celulosa. En tanto la polarización mutua entre el agua y los grupos hidroxilo de la celulosa es importante y puede inducir correlaciones de orientación de especies cercanas a la cadena de celulosa, lo que influye en cómo la celulosa interactúa con los solutos como el NaOH. Los efectos de polarización podrían explicar en parte la influencia de la temperatura de disolución reportada en algunos los estudios debido a la posible estructura variable de los iones hidratados en contacto con las cadenas de celulosa[17]. Finalmente, esta solución de álcali permite el desengrasado y limpieza de la muestra de paja, ya que estos compuestos se quedan ligados a la fase líquida de la mezcla.

-Reacción de conversión de celulosa nativa a celulosa alcalina

La solución de hidróxido de sodio presenta un carácter electrofílico para la reacción con las fibras de celulosa. Es una reacción de sustitución orgánica, en la cual el sodio se une a la molécula mediante el oxígeno, produciendo una celulosa alcalina.

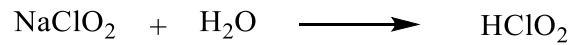


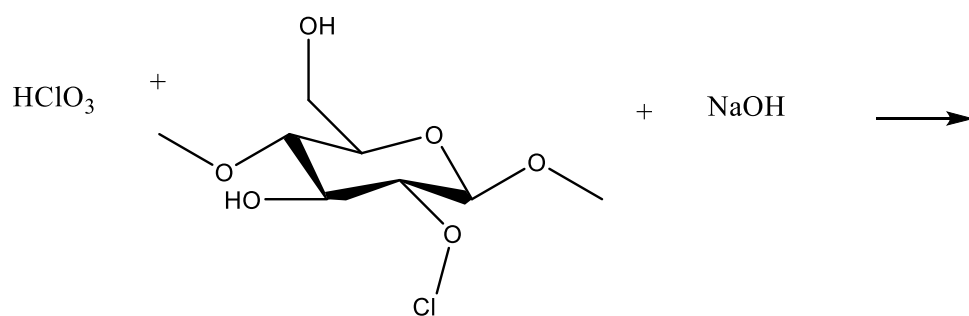
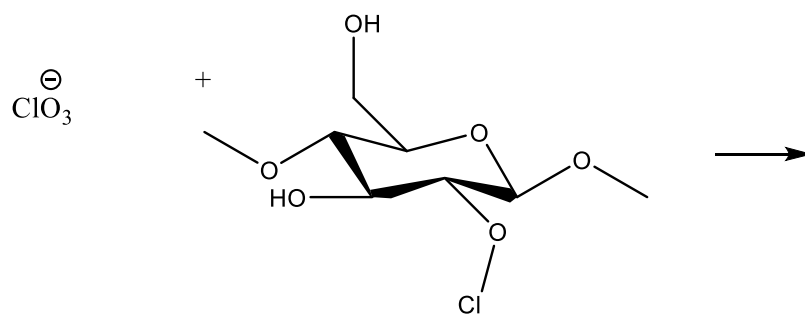
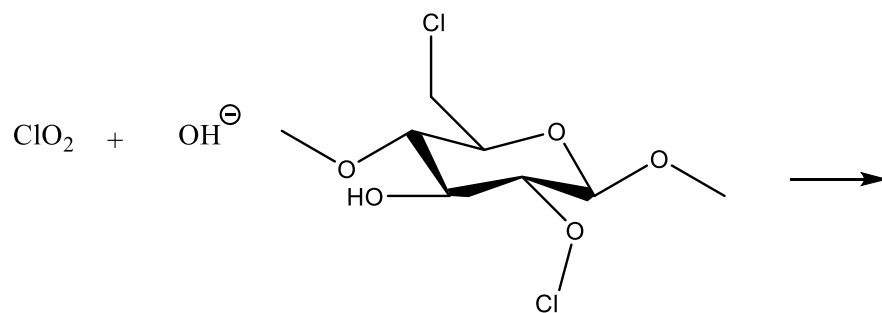
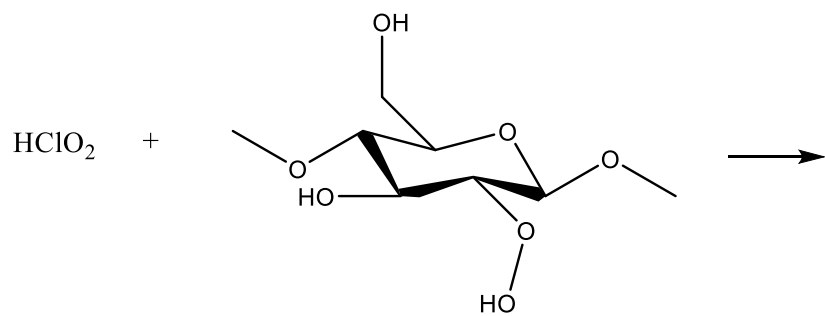
- Regeneración de celulosa alcalina tras lavado

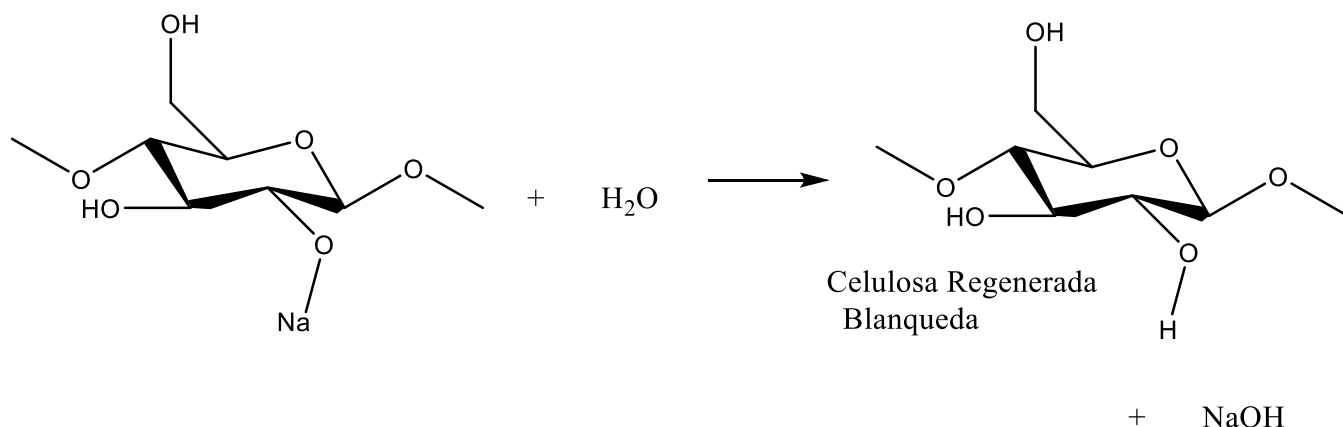


- **Reacción extracción de pulpa y blanqueado**

A pH 4, el contenido de clorito del baño de oxidación mostró una rápida disminución inicial, seguida de una disminución más lenta, acompañada de un aumento en el contenido de clorato. En el medio de reacción aparecieron diversas cantidades de dióxido de cloro o cloro en estado gaseoso. Dado que casi todo el clorito se convirtió en clorato, la medición del consumo real del oxidante fue muy difícil a este pH en particular.







- **Determinación del peso molecular de celulosa**

En la tabla 5, se aprecian las diferentes concentraciones de celulosa en 5 ensayos, considerando que el primero es el estándar de solvente con el equipo calibrado, de este modo es posible calcular en base al tiempo cronometrado y el estándar las diferentes viscosidades.

Tabla 5. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA LA CELULOSA DE LA MUESTRA DE 106 μm .

| Ensayo | Concentración(mo l/L) | Tiempo(s) | Viscosidad relativa(t/t_0) | Viscosidad específica(η_{rel}) | Viscosidad reducida($\eta_{sp}/concentración$) |
|--------|-----------------------|-----------|--------------------------------|---------------------------------------|--|
| 1 | 0 | 5 | X | x | x |
| 2 | 0,00204 | 13 | 2,6 | 1,6 | 784,313725 |
| 3 | 0,00506 | 22 | 4,4 | 3,4 | 671,936759 |
| 4 | 0,00606 | 24 | 4,8 | 3,8 | 627,062706 |
| 5 | 0,01412 | 32 | 6,4 | 5,4 | 382,436261 |

En la Figura 9, se observa la aproximación de la concentración y la viscosidad reducida cuando la concentración tiende a cero, de esta manera se logró determinar la viscosidad intrínseca en base a la figura. Por tanto con la ecuación 3., se ha determinado un valor $[\eta] = 840$, ahora bien el valor de K es de $10,1 \times 10^{-3} \text{ g/ml}$ y un valor α de 0,9 en

Encyclopedia of Polymer Science and Technology [62] a una temperatura de 25 °C como se aprecia en el anexo II, por tal se obtiene un peso molecular de $292,83 \times 10^3 \text{ g/mol}$ peso que es congruente con el que se reporta en Handbook of Polymers [63]

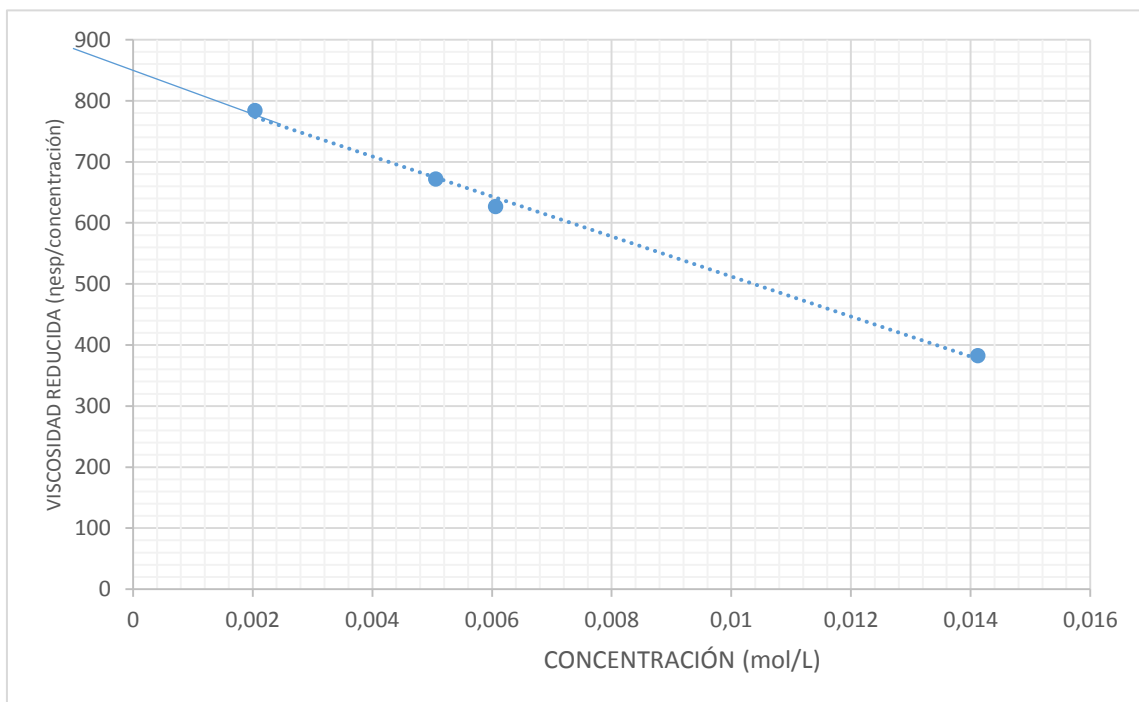


Figura 9. Determinación de la viscosidad intrínseca en celulosa extraída con muestra de 106 μm .

En la tabla 6, se aprecian las diferentes concentraciones de celulosa en 5 ensayos, considerando que el primero es el estándar de solvente con el equipo calibrado

Tabla 6. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA LA CELULOSA DE LA MUESTRA DE 300 μm .

| Ensayo | Concentración(mol/L) | Tiempo (s) | Viscosidad relativa(t/t_0) | Viscosidad específica(η_{rel-1}) | Viscosidad reducida($\eta_{esp}/concentración$) |
|--------|----------------------|------------|--------------------------------|---|---|
| 1 | 0 | 5 | X | X | X |
| 2 | 0,00204 | 16 | 3,2 | 2,2 | 1078,43137 |
| 3 | 0,00506 | 27 | 5,4 | 4,4 | 869,565217 |
| 4 | 0,00606 | 31 | 6,2 | 5,2 | 858,085809 |

| | | | | | |
|---|---------|----|-----|-----|-----------|
| 5 | 0,01412 | 37 | 7,4 | 6,4 | 453,25779 |
|---|---------|----|-----|-----|-----------|

En la Figura 10, se observa la aproximación de la concentración y la viscosidad reducida cuando la concentración tiende a cero, de esta manera se logró determinar la viscosidad intrínseca en base a la figura. Por tanto con la ecuación 3, se ha determinado un valor $[\eta] = 1160$, ahora bien el valor de K es de $10,1 \times 10^{-3} \text{ g/ml}$ y un valor α de 0,9 en Encyclopedia of Polymer Science and Technology [62] a una temperatura de 25 °C como se aprecia en el Anexo II, por tal se obtiene un peso molecular de $419,15 \times 10^3 \text{ g/mol}$ peso que es congruente con el que se reporta en Handbook of Polymers. [63]

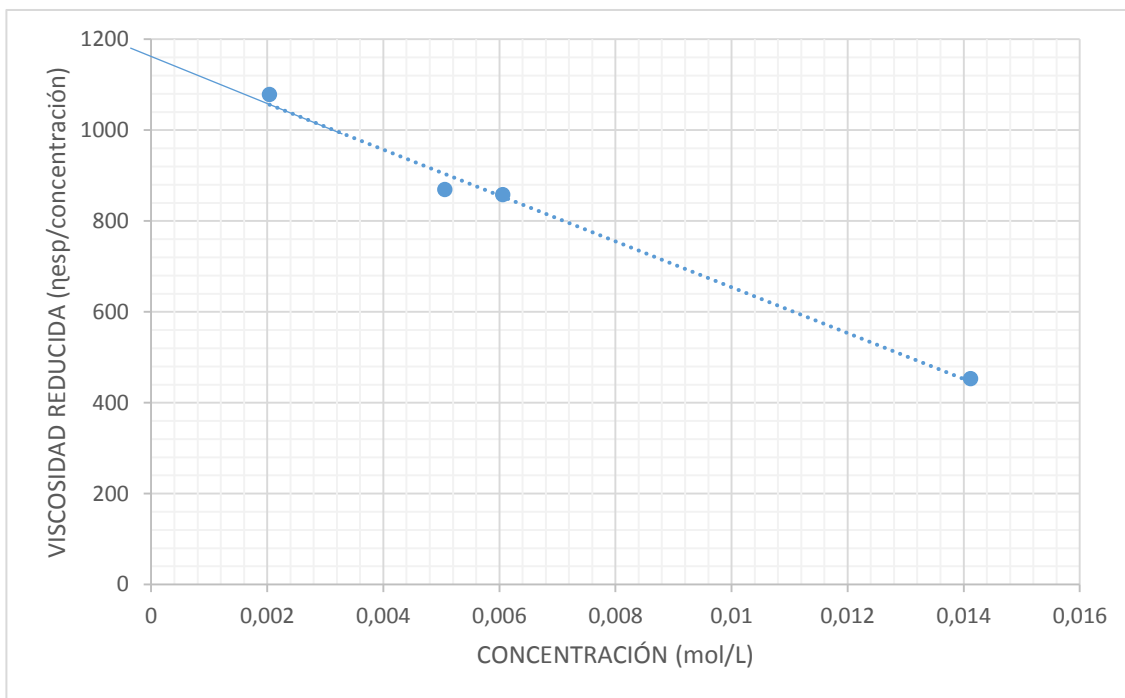


Figura 10. Determinación de la viscosidad intrínseca celulosa con muestra de 300 μm

- **Análisis FTIR de la celulosa extraída**

En la Figura 11, se parecían los picos de las líneas espectrales de la celulosa extraída a partir de la muestra de paja de 106 μm, se debe considerar en todos los resultados reportados en el presente trabajo, dentro del análisis FTIR que al utilizar un equipo muestreador que no se requiere de ningún tratamiento adicional de muestra además de la

molienda, además que existen o se aprecia picos al azar conocidos como ruido, sin embargo, evidencia estrechamientos y vibraciones claramente definidos

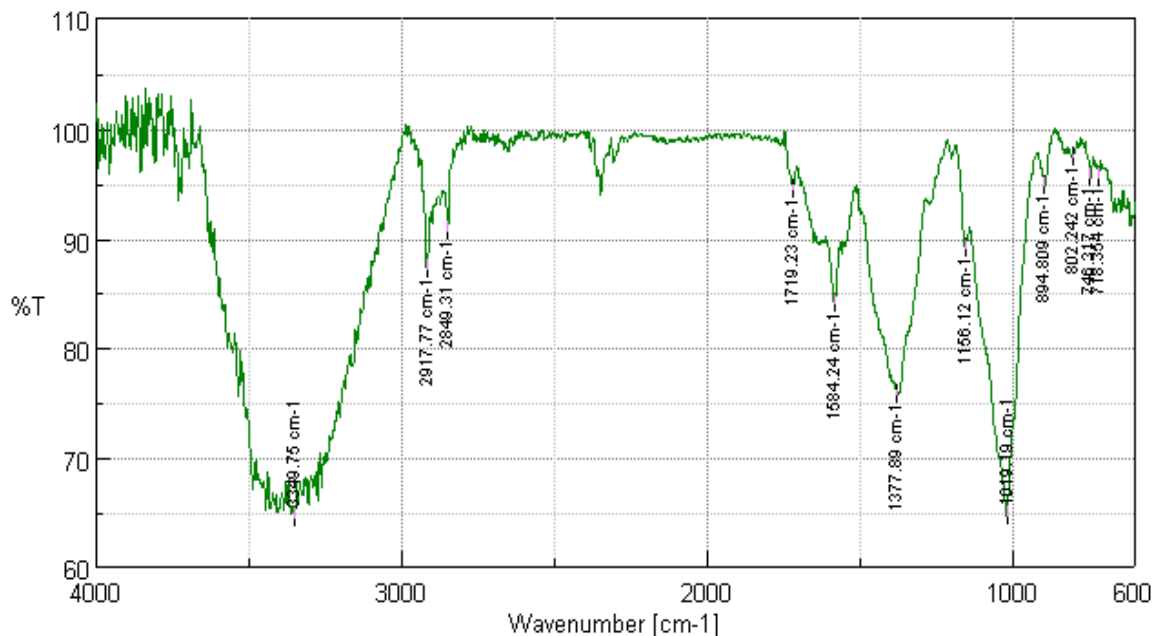


Figura 11. Análisis FTIR celulosa extraída con muestra de 106 μm .

En la tabla 7, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar[64], pero partiendo de una muestra estándar de celulosa, en base a la similitud de los números de onda se puede determinar que la muestra analizada corresponde a celulosa de alta pureza.

Tabla 7. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR CELULOSA EXTRAÍDA DE LA MUESTRA DE 106 mm.

| Números de onda observados (cm^{-1}) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm^{-1}) reportados por Oktay Gonultas y Zeki Candan en 2018. [64] |
|---|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|---|
| | | | | |

| | | | | |
|----------------|---------|--------------------|--|------|
| 3349.75 | 64.5362 | Estiramiento OH | Hidroxilo | 3342 |
| 2849.31 | 90.6048 | C-H | Estiramiento C-H en grupos metilo y metileno | 2820 |
| 1719.23 | 94.3908 | C=O | Estiramiento en cetonas, carbonilos, aldehídos y grupos éster no conjugados | 1720 |
| 1584.24 | 84.0667 | | Estiramiento de anillos aromáticos en lignina | 1598 |
| 1377.89 | 75.7594 | CH ₂ | Doblado en celulosa y hemicelulosa | 1370 |
| 1156.12 | 89.1344 | C-O-C | Vibración en celulosa y hemicelulosa | 1157 |
| 1019.19 | 64.627 | CH y C-O- | Deformaciones | 1029 |
| 894.809 | 94.8307 | CH ₂ | Deformación C-H de celulosa y hemicelulosa | 897 |

En la figura 12 se parecían los picos de las líneas espectrales de la celulosa extraída a partir de la muestra de paja de 300 µm en relación a su porcentaje de transmitancia.

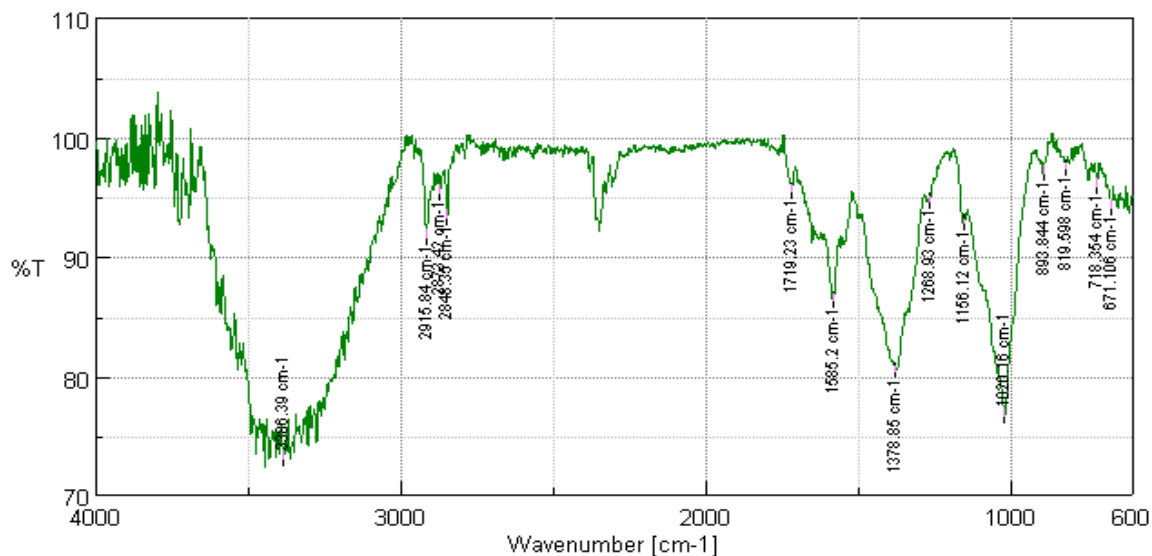


Figura 12. Análisis FTIR celulosa extraída con muestra de 300 μm .

En la tabla 8, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar[64], pero partiendo de una muestra estándar de celulosa, en base a la similitud de los números de onda donde además se aprecian vibraciones claras para lignina dentro de celulosa en la muestra analizada.

Tabla 8. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR CELULOSA EXTRAÍDA DE LA MUESTRA DE 300 μm .

| Números de onda observados (cm^{-1}) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm^{-1}) reportados por Oktay Gonultas, y Zeki Candan en 2018[64] |
|---|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|--|
| 3386.39 | 73.0176 | Estiramiento OH | Hidroxilo | 3342 |

| | | | | |
|---------|---------|-----------------|---|------|
| 2848.35 | 93.3055 | C-H | Estiramiento C-H en grupos metilo y metileno | 2820 |
| 1719.23 | 95.5076 | C=O | Estiramiento en cetonas, carbonilos, aldehídos y grupos éster no conjugados | 1720 |
| 1585.2 | 86.2979 | C=C | Estiramiento de anillos aromáticos en lignina | 1598 |
| 1377.89 | 75.7594 | CH ₂ | Doblado en celulosa y hemicelulosa | 1370 |
| 1268.93 | 94.6727 | C-O | Anillo de siringilo y estiramiento C-O en lignina y xilano | 1240 |
| 1156.12 | 92.8341 | C-O-C | Vibración en celulosa y hemicelulosa | 1157 |
| 1020.16 | 76.6961 | CH y C-O- | Deformaciones | 1029 |
| 893.844 | 96.9318 | CH ₂ | Deformación C-H de celulosa y hemicelulosa | 897 |

4.3.2.4 Determinación del tipo de celulosa obtenida

En la tabla 9, se presentan los resultados de solubilidad de celulosa extraída en soluciones de hidróxido de sodio, en base a los resultados presentados es posible decir que la celulosa extraída es del tipo beta, ya que, la celulosa nativa de elevado peso molecular, insoluble en una solución de NaOH al 17.5%, se denomina α -celulosa. La fracción soluble en una solución de NaOH al 17.5%, pero insoluble en una al 8%, se llama β -celulosa, y la que es soluble en una solución de NaOH al 8% se llama γ -celulosa. [15]

Tabla 9. SOLUBILIDAD DE LA CELULOSA EXTRAÍDA EN SOLUCIONES DE NaOH.

| Tamaño de muestra para celulosa extraída | Soluble Solución 17,5% NaOH | Soluble Solución 8% NaOH |
|---|------------------------------------|---------------------------------|
| 106 μm | SI | NO |
| 300 μm | SI | NO |

- **Determinación de la estructura morfológica de la celulosa extraída a través de microscopía óptica**

En la Figura 13, se aprecia la microscopía óptica de la celulosa extraída a partir de una muestra de 106 μm , se evidencia fibras y vellosidades con una forma cilíndrica bien formada y estrías bien definidas, lo cual es congruente con lo reportado por C. Vanderghem, N. Jacquet et al.[65] para una microscopía óptica en una muestra de celulosa extraída de algodón.

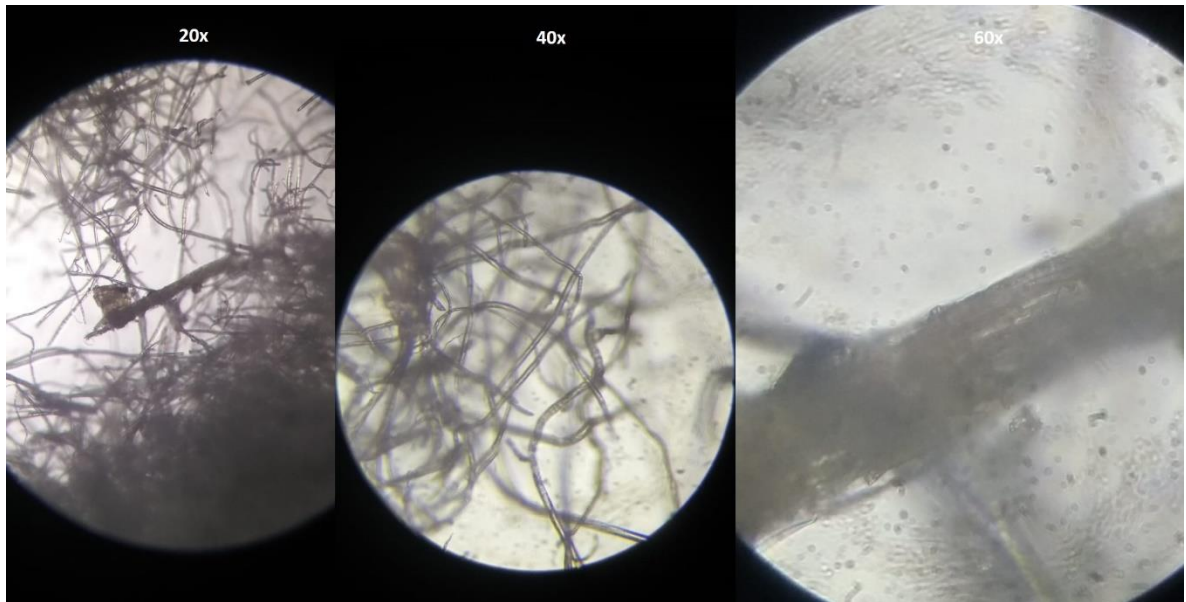


Figura 13. Microscopía óptica celulosa extraída con muestra de 106 μm

En la Figura 14, se aprecia la microscopía óptica de la celulosa extraída a partir de una muestra de 300 μm , se notan fibras y vellosidades con una forma cilíndrica bien formada

y estrías bien definidas, lo cual es congruente con lo reportado por C. Vanderghem, N. Jacquet et al.[65] para una microscopia óptica en una muestra de celulosa extraída de algodón.

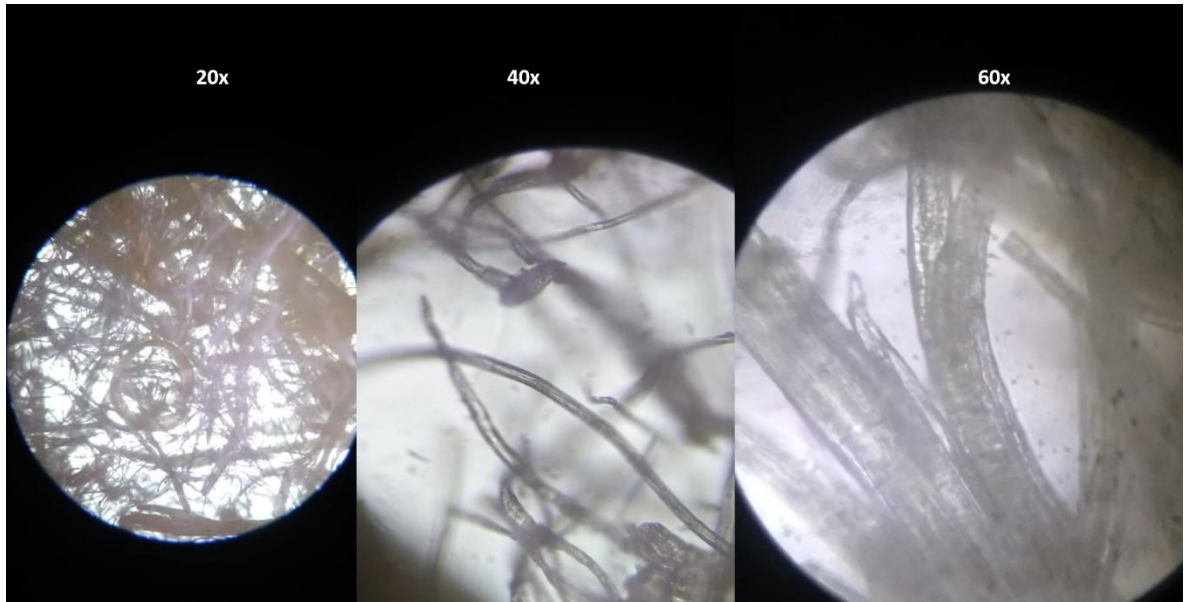


Figura 14. Microscopia óptica celulosa extraída con muestra de 300 µm.

4.4. Identificación de la influencia del tamaño de partícula en la técnica de extracción de celulosa

Las muestras de paja se dividieron en dos grupos con diferente tamaño de partícula siendo estas de 106 µm y 300 µm, todas las muestras se trataron con el mismo método de extracción siendo así se utilizaron las mismas cantidades de muestra, soluciones, temperatura y tiempo. De este modo se presentan las muestras con diferentes tamaños de partícula en la figura 15.

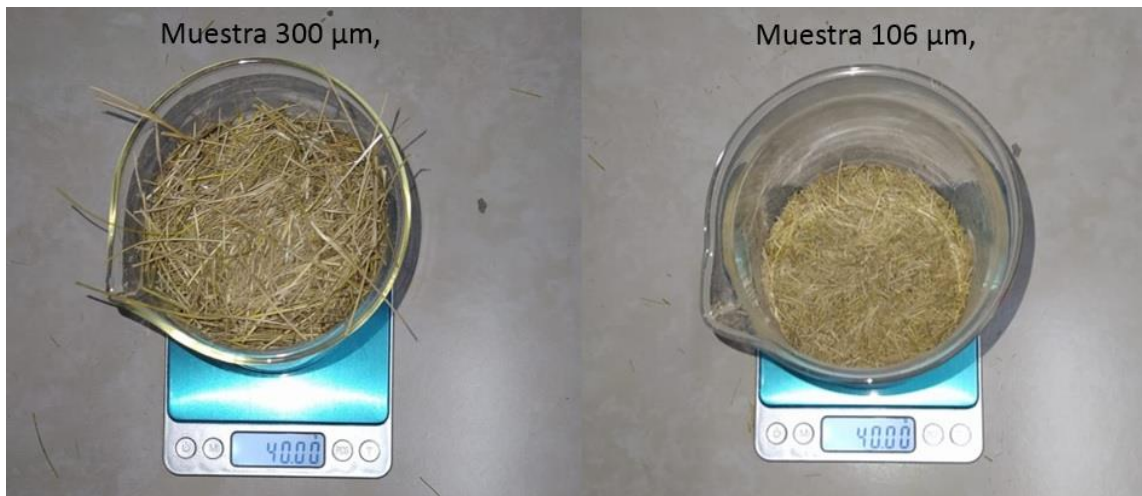


Figura 15. Muestras de paja con diferentes tamaños de partícula.

Tras las etapas de extracción fibra y pulpa blanqueada se apreció una notable diferencia entre la celulosa regenerada y extraída, en especial en el color de la celulosa extraída, ya que la de la muestra de 300 μm , se ve oscura y de color amarillento, este fenómeno suele deberse a que la pulpa en el proceso de blanqueamiento se encuentra deslignificada pero existió y existe oxígeno en la misma, lo que entorpece la formación de cloratos y dióxido de cloro necesarios para un blanqueamiento óptimo. La pulpa de celulosa regenerada y extraída de la paja a diferentes tamaños de partícula se puede observar en la figura 16:



Figura 16. Pulpa de celulosa regenerada y extraída.

4.4.1. Comparación del rendimiento en fibra y pulpa de celulosa extraída

El contenido de pulpa de celulosa regenerada en la especie *Calamagrostis intermedia*, determina la cantidad de celulosa presente en la planta, sin embargo, el método de extracción puede generar diferentes resultados con base en las condiciones de reacción, y de esta manera alterar la concepción de los datos obtenidos, por ello el análisis de tamaño de partícula en el presente estudio reveló diferencias bajo las mismas implicaciones metodológicas.

Tabla 10. COMPARACIÓN DEL RENDIMIENTO EN FIBRA Y PULPA DE CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE DIFERENTE TAMAÑO DE PARTÍCULA

| Descripción | Tamaño de partícula (300 µm) | Tamaño de partícula (106 µm) | Diferencia |
|---|---|---|-------------------|
| Cantidad de fibra | 21,24 g | 19,16 g | 2,08 g |
| Cantidad de paja seca | 40 g | 40 g | 0 g |
| Fibra de celulosa | 53,1% | 47,9% | 5,2 % |
| Cantidad de pulpa | 10,21 g | 9,35 g | 0,86 |
| Pulpa de celulosa blanqueada | 48,06% | 48,80% | 0,74% |

En la tabla 10, se evidencia la diferencia en masa y porcentual de la celulosa extraída a partir de muestras de paja de 300 µm y 106 µm, los resultados demuestran que utilizando la misma cantidad de paja existe 2,08 g más de fibra y 5,2% más de fibra de celulosa antes del blanqueamiento, así como 0,86 g más de pulpa de celulosa en la celulosa extraída a partir de muestra de 300 µm, sin embargo pese a una mayor cantidad de fibra y pulpa, existe un 0,74% menos de pulpa de celulosa blanqueada y regenerada en relación a la de 106 µm.

4.4.2. Comparación del peso molecular obtenido por viscosimetría en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 µm y 106 µm

Tabla 11. PESOS MOLECULARES DE CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE PAJA 300 µm y 106 µm.

| Tamaño de partícula muestra de paja | 300 µm | 106 µm | Diferencia |
|--|----------------------|----------------------|----------------------|
| Peso Molecular (<i>g/mol</i>) | $419,15 \times 10^3$ | $292,83 \times 10^3$ | $126,32 \times 10^3$ |

En la tabla 11 se aprecia los resultados del peso molecular obtenido a partir de muestras de diferente tamaño de partícula, presentando una diferencia de $126,32 \times 10^3 \text{ g/mol}$, de celulosa extraída de la muestra de paja de 300 µm, sobre la muestra de 106 µm, este cambio de peso molecular se debe a que la celulosa de 300 µm no logró un blanqueamiento

adecuado y posee un porcentaje elevado de lignina con respecto a la de 106 μm , además la muestra de 300 μm se aprecia claramente en forma de fibras y no de pulpa como la de 106 μm .

4.4.3. Comparación análisis FTIR en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm

Tabla 12. NÚMEROS DE ONDA OBSERVADOS, GRUPO FUNCIONAL Y VIBRACIÓN EN CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE MUESTRAS DE PAJA 300 Y 106 μm

| | 300 μm | 106 μm |
|---|---|---|
| Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm^{-1}) | Números de onda observados (cm^{-1}) |
| Hidroxilo | 3386.39 | 3349.75 |
| Estiramiento C-H en grupos metilo y metileno | 2848.35 | 2849.31 |
| estiramiento en cetonas, carbonilos, aldehídos y grupos éster no conjugados | 1719.23 | 1719.23 |
| Estiramiento de anillos aromáticos en lignina | 1585.2 | 1584.24 |
| doblado en celulosa y hemicelulosa | 1377.89 | 1377.89 |
| Anillo de siringilo y estiramiento C-O en lignina y xilano | 1268.93 | ----- -- |
| vibración en celulosa y hemicelulosa C-O-C | 1156.12 | 1156.12 |
| Deformaciones CH y C-O- | 1020.16 | 1019.19 |
| Deformación C-H de celulosa y hemicelulosa | 893.844 | 894.809 |

En la tabla 12, se aprecia la comparación de los resultados FTIR entre la celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm , los números de onda observados son muy cercanos entre sí, con la particularidad de que en la celulosa extraída a partir de la muestra de paja a los 300 μm , presenta un pico o número de onda de 1268.93 correspondiente a

el anillo de siringilo y estiramiento C-O en lignina y xilano, lo cual no se evidencia en la celulosa extraída en muestra de paja de 106 μm , este fenómeno se debe a que la celulosa extraída a partir de la muestra de 300 μm sufrió una etapa de blanqueamiento imperfecta, por ende la fibra de celulosa se encuentra deslignificada pero de manera parcial, el resultado es una aparición del número de onda característico de la cantidad de lignina aun contenida, por tal este pico no se presenta en la pulpa de la muestra de 106 μm correctamente blanqueada.

4.4.4. Comparación microscopia óptica en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm

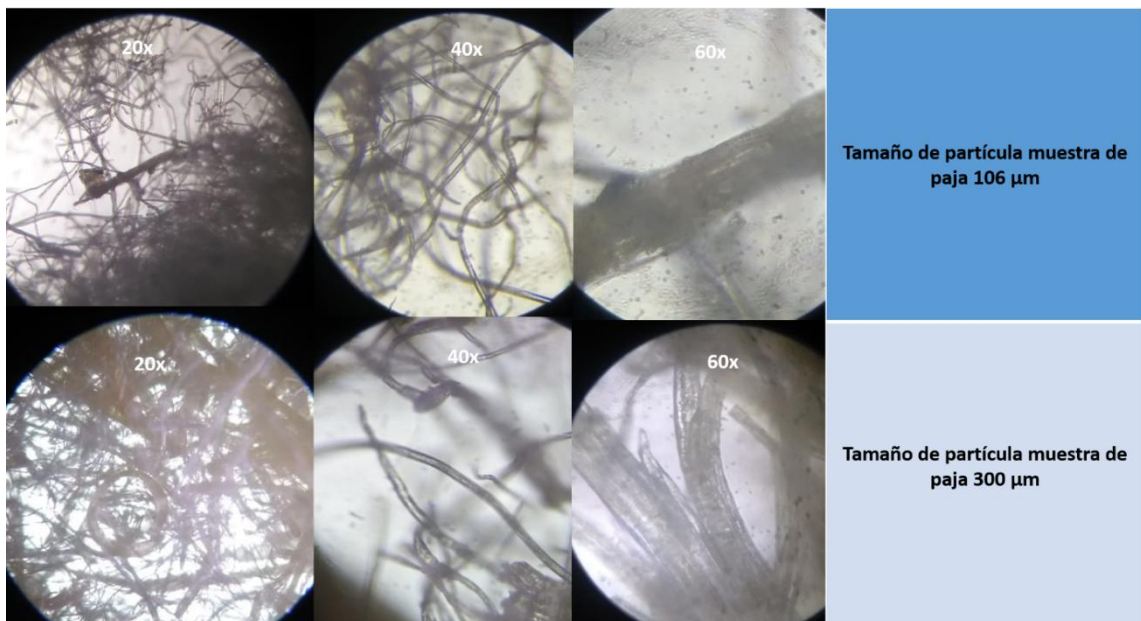


Figura 17. Comparación microscopia óptica en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm .

En la figura 17, se aprecia la comparación entre la microscopia óptica en celulosa extraída a partir de muestras de paja 300 μm y 106 μm , determinándose que en la microscopia de 20 x se notan fibras de celulosa más anchas y largadas en la muestra de 300 μm , en la microscopia de 40 x se aprecian más fibras entrelazadas en la muestra de 106 μm , por último en la microscopia 60 x se evidencia una sola fibra completamente cilíndrica recta

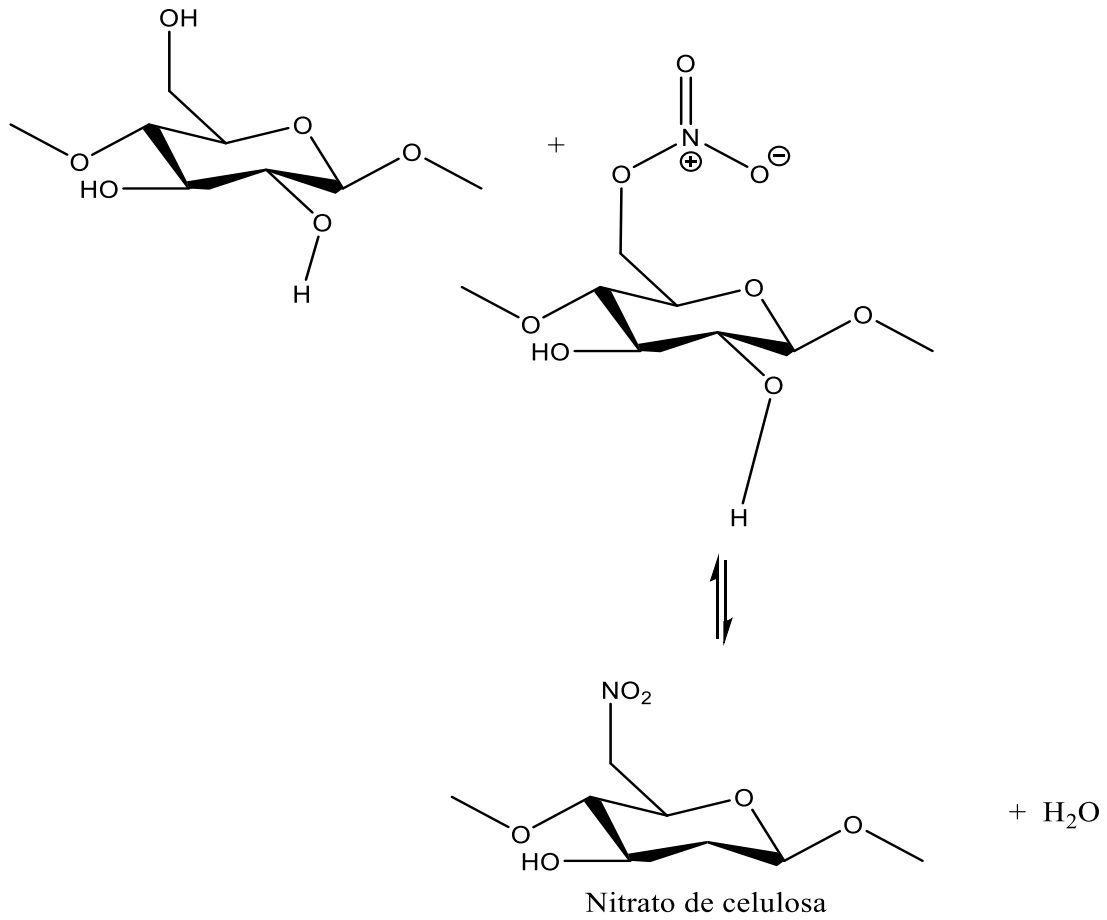
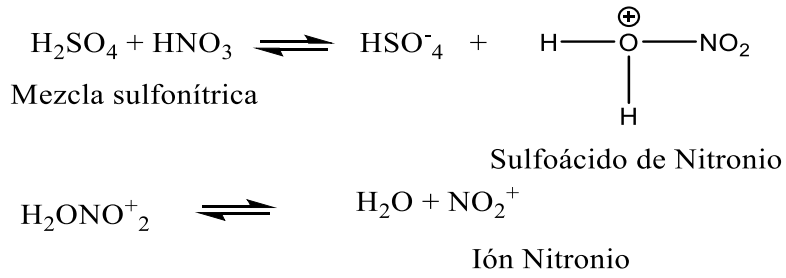
en la muestra de 106 μm mientras que en la de 300 μm se aprecian de mejor manera las estrías de las fibras.

4.5. Preparación de compuestos semisintéticos a nivel de laboratorio con la celulosa extraída

4.5.1. Preparación de nitrado de celulosa

La celulosa regenerada contiene grupos hidroxilo (OH), los cuales presentan enlaces de hidrógeno entre las moléculas de celulosa, haciendo que la celulosa no puede ablandarse con el calor ni disolverse con disolventes sin provocar una descomposición química. Sin embargo, tras el tratamiento con ácido nítrico en presencia de ácido sulfúrico como catalizador y agua, los grupos OH se reemplazan por grupos nitro (NO_2). El grado de nitración determina la solubilidad e inflamabilidad del producto final.

- **Reacción de formación para el nitrato de celulosa**



4.5.2. Análisis FTIR Nitrato de celulosa

- **Análisis FTIR Nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm**

En la Figura 18, se denota los picos de las líneas espectrales en nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm , existen o se aprecia picos al azar conocidos como ruido, sin embargo, se aprecia estrechamientos y vibraciones claramente definidos, así como el porcentaje de transmitancia correspondiente.

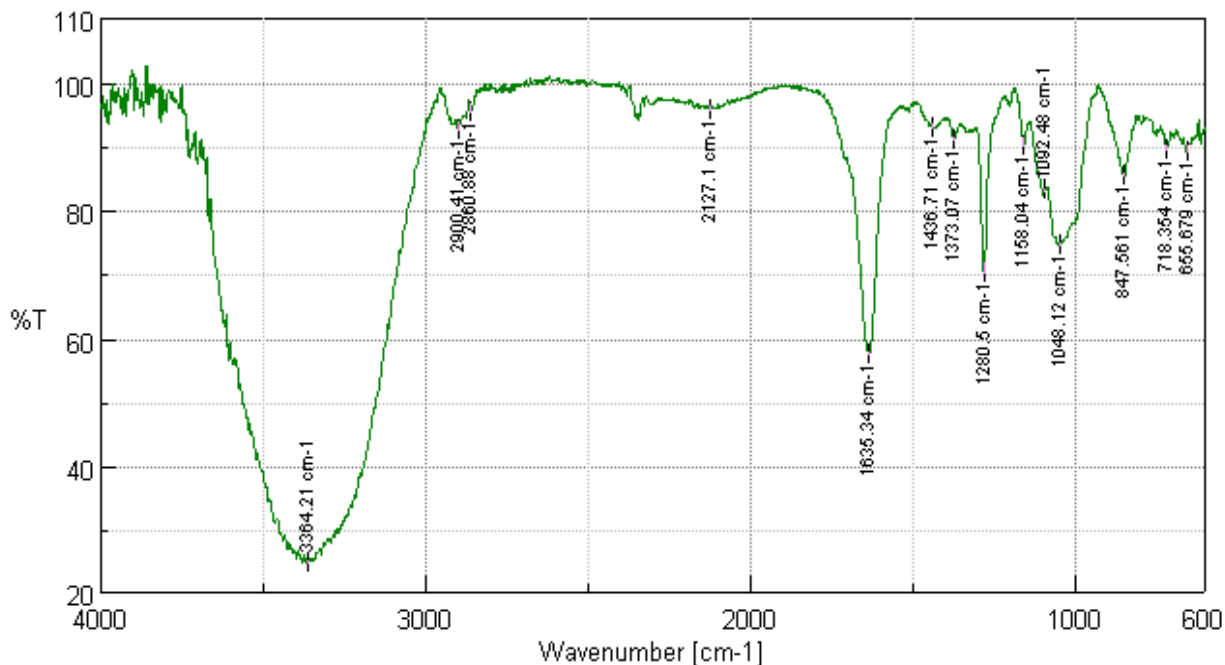


Figura 18. Análisis FTIR Nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm

En la tabla 13, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar pero partiendo de una muestra estándar de nitrato celulosa[44], en base a la similitud de los números de onda se puede determinar que la muestra analizada corresponde a nitrato de celulosa.

Tabla 13. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR NITRATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 106 μm

| Números de onda observados (cm ⁻¹) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm ⁻¹) reportados por S. Berthumeyrie, S. Collin- et al.[44] |
|--|-------------------------------|----------------------------------|--|--|
| 3364.21 | 24.6055 | OH | Estiramiento Hidroxilo | 3480 |
| 2900.41 | 92.5992 | C-H | Estiramiento anti simétrico CH en CH ₂ en la columna vertebral celulósica | 2905 |
| 2860.88 | 95.4513 | C-H | Estiramiento anti simétrico CH en CH ₃ de grupos etoxi | 2870 |
| 1635.34 | 57.37 | NO ₂ | Estiramiento anti simétrico grupos nitro | 1650 |
| 1436.71 | 92.7737 | CH ₂ | Deformación CH ₂ en la columna vertebral celulósica | 1460 |
| 1373.07 | 91.0973 | C-H | Deformación CH en la columna vertebral celulósica | 1375 |
| 1280.5 | 70.0778 | NO ₂ | Estiramiento grupos nitro | 1280 |
| 1158.04 | 90.2065 | C ₅ OCOC ₄ | Estructura acetal de polisacáridos | 1160 |
| 847.561 | 85.5139 | NO | Estiramiento grupo nitro | 897 |
| 718.354 | 89.4547 | NO ₂ | Deformación grupo nitro | 750 |
| 655.679 | 89.0962 | NO ₂ | Deformación grupo nitro | 690 |

- **Análisis FTIR nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 µm**

En la figura 19, se aprecia los picos de las líneas espectrales en nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm , se aprecia estrechamientos y vibraciones claramente definidos, así como el porcentaje de transmitancia correspondiente

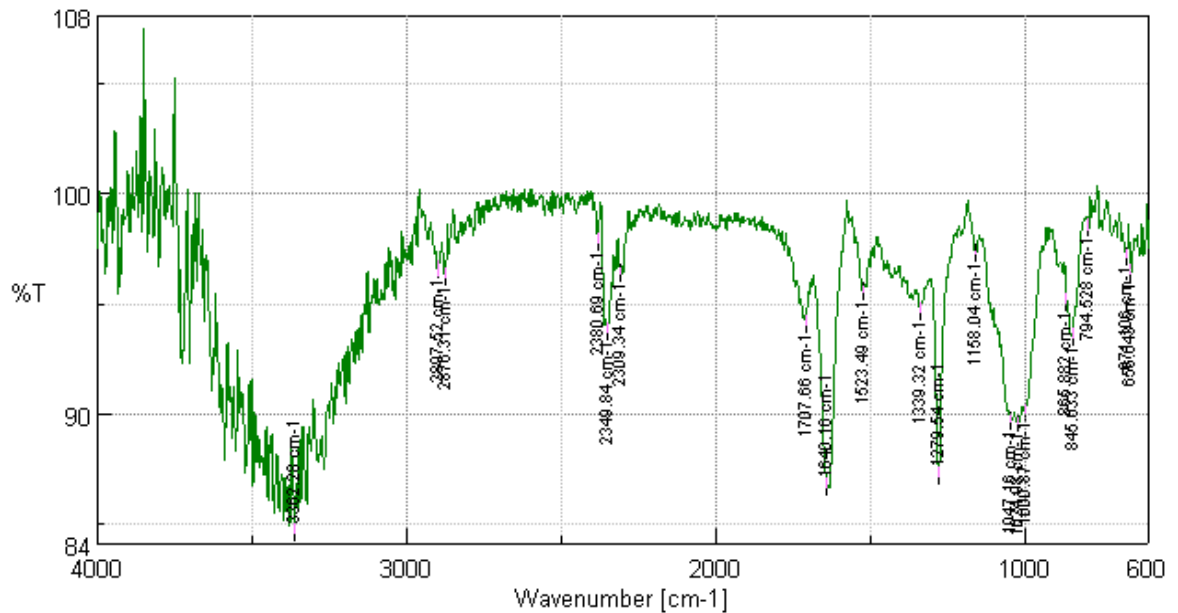


Figura 19. Análisis FTIR Nitrato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm .

En la tabla 14, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar[44], pero partiendo de una muestra estándar de nitrato celulosa, con base en la similitud de los números de onda se puede determinar que la muestra analizada corresponde a nitrato de celulosa.

Tabla 14. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR NITRATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 300 μm ,

| Números de onda observados (cm⁻¹) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm⁻¹) reportados por S. Berthumeyrie, S. Collin- et al.[44] |
|---|--------------------------------------|----------------------------------|--|---|
| 3362.28 | 84.4631 | OH | Estiramiento Hidroxilo | 3480 |
| 2897.52 | 96.4295 | C-H | Estiramiento anti simétrico CH en CH ₂ en la columna vertebral celulósica | 2905 |
| 2876.31 | 96.1464 | C-H | Estiramiento anti simétrico CH en CH ₃ de grupos etoxi | 2870 |
| 1640.16 | 86.5553 | NO ₂ | Estiramiento anti simétrico grupos nitro | 1650 |
| 1523.49 | 95.4451 | CH ₂ | Deformación CH ₂ en la columna vertebral celulósica | 1460 |
| 1339.32 | 94.5189 | C-H | Deformación CH en la columna vertebral celulósica | 1375 |
| 1279.54 | 87.0785 | NO ₂ | Estiramiento grupos nitro | 1280 |
| 1158.04 | 97.2092 | C ₅ OCOC ₄ | Estructura acetal de polisacáridos | 1160 |
| 865.882 | 94.9806 | NO | Estiramiento grupo nitro | 897 |
| 794.528 | 98.3319 | NO ₂ | Deformación grupo nitro | 750 |
| 671.106 | 97.0034 | NO ₂ | Deformación grupo nitro | 690 |

4.5.3. Microscopia óptica de nitrado de celulosa

- **Determinación de la estructura morfológica del nitrato de celulosa a través de microscopia óptica**

Para la determinación de la estructura morfológica del nitrato de celulosa a base de las muestras de tamaño de partícula determinado, se utilizó un microscopio óptico utilizando lentes de 20, 40 y 60x de ampliación en una solución de la muestra en acetona.

En la figura 20, se observa las imágenes de microscopia óptica del nitrato de celulosa preparado de celulosa extraído de una muestra de 106 μm de paja, en la imagen 20x se observa una película casi granular con textura amorfa, imagen 60x se observa el ordenamiento de micro partículas en la película formando una red cristalina blanquecina, lo que concuerda con lo reportado por E.Ciliberio, P.Gemmellaro, V.Iannuso et al. [45]



Figura 20. Microscopia óptica del nitrato de celulosa con muestra de 106 μm

En la Figura 21, se observa las imágenes de microscopia óptica del nitrato de celulosa preparado de celulosa extraído de una muestra de 106 μm de paja, en la imagen 20x se observa una película semi uniforme con textura amorfa, imagen 60x se observa el ordenamiento de

micro partículas en la película formando una red cristalina trasparente o blanquecina, lo que concuerda con lo reportado por E.Ciliberio, P.Gemmellaro, V.Iannuso et al. [45]

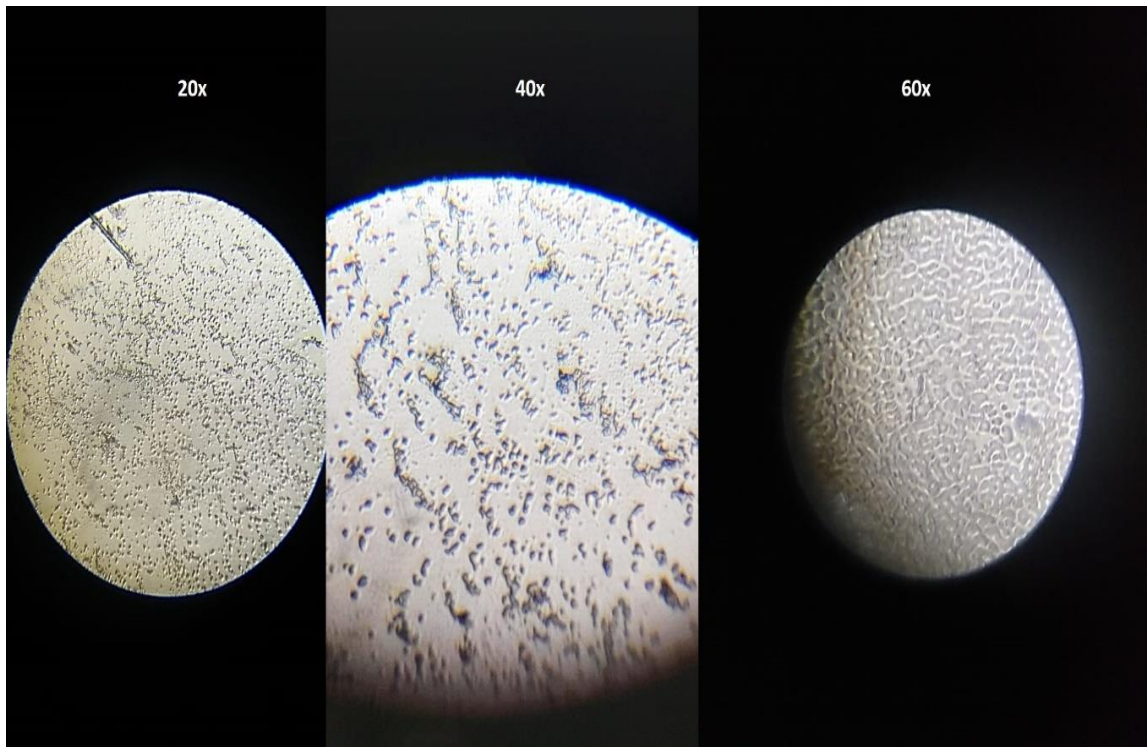


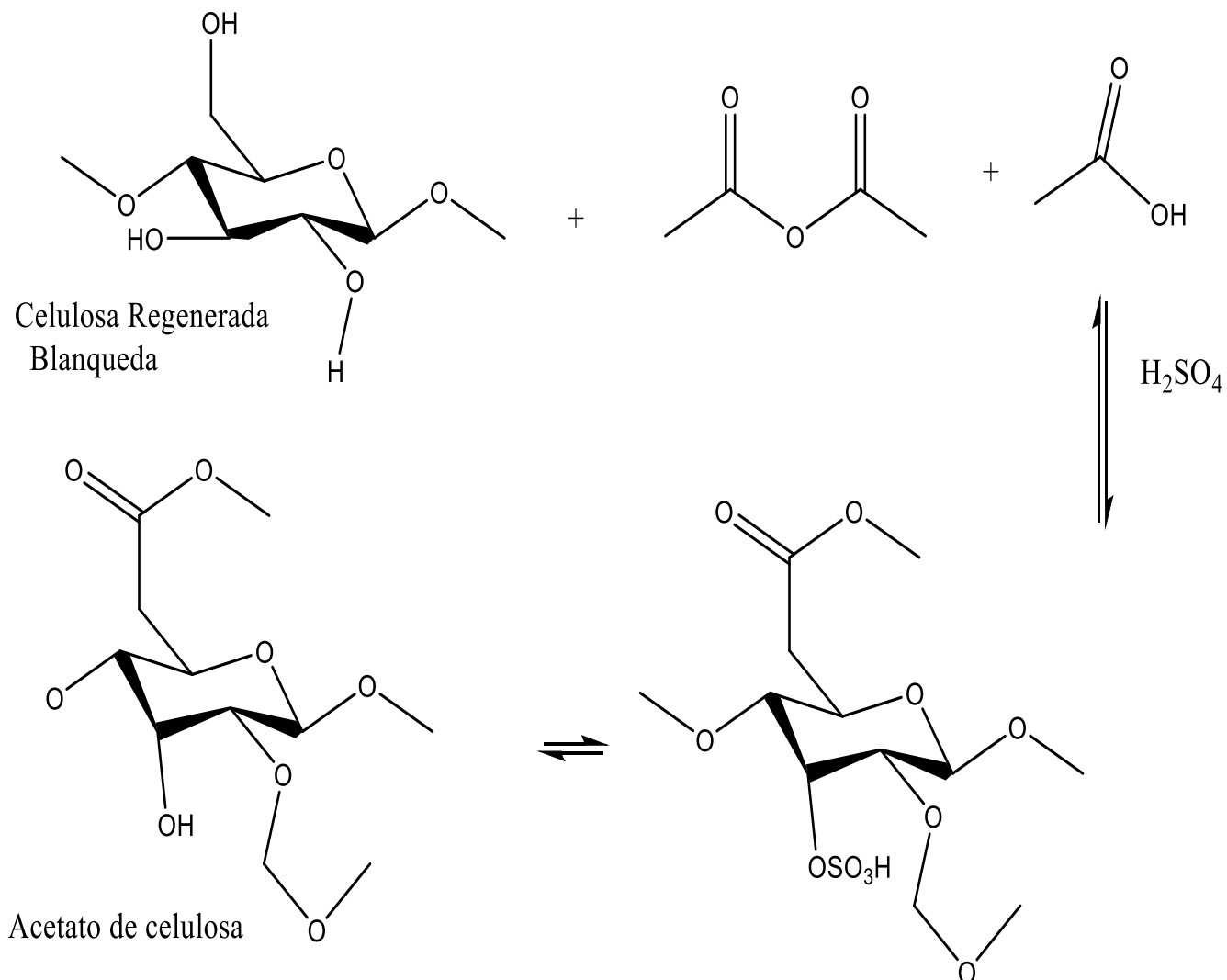
Figura 21. Microscopia óptica del nitrato de celulosa con muestra de 300 μm

4.6. Preparación de acetato de celulosa

4.6.1. Reacción de formación para el acetato de celulosa

La síntesis de acetato de celulosa comenzó con la activación de la celulosa regenerada por el ácido acético glacial. Durante el proceso de activación, la estructura de celulosa se hincho y por ende disminuyeron los enlaces de hidrógeno intermoleculares. Por lo tanto, la celulosa reaccionó más fácilmente y unió grupos acetilo durante el proceso de acetilación. Cuando se agregó el anhídrido acético y ácido sulfúrico como catalizador, se produce la acetilación formando acetilsulfato, luego reacciona con la celulosa para producir acetato de celulosa. Por tanto, el grupo hidroxilo celulósico sería reemplazado por un grupo acetilo. La hidrólisis, que se inició cuando se añadió el agua, esto provoca

que el color de la solución cambie de marrón claro a blanco turbio, este color indica que el acetato de celulosa que se formó en la fase sólida de la mezcla.



4.6.2. Análisis FTIR acetato de celulosa

- **Análisis FTIR Acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm .**

En la Figura 22, se aprecian los picos de las líneas espectrales en acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 μm , se denota

estrechamientos y vibraciones claramente definidos así como los porcentajes de transmitancia correspondientes.

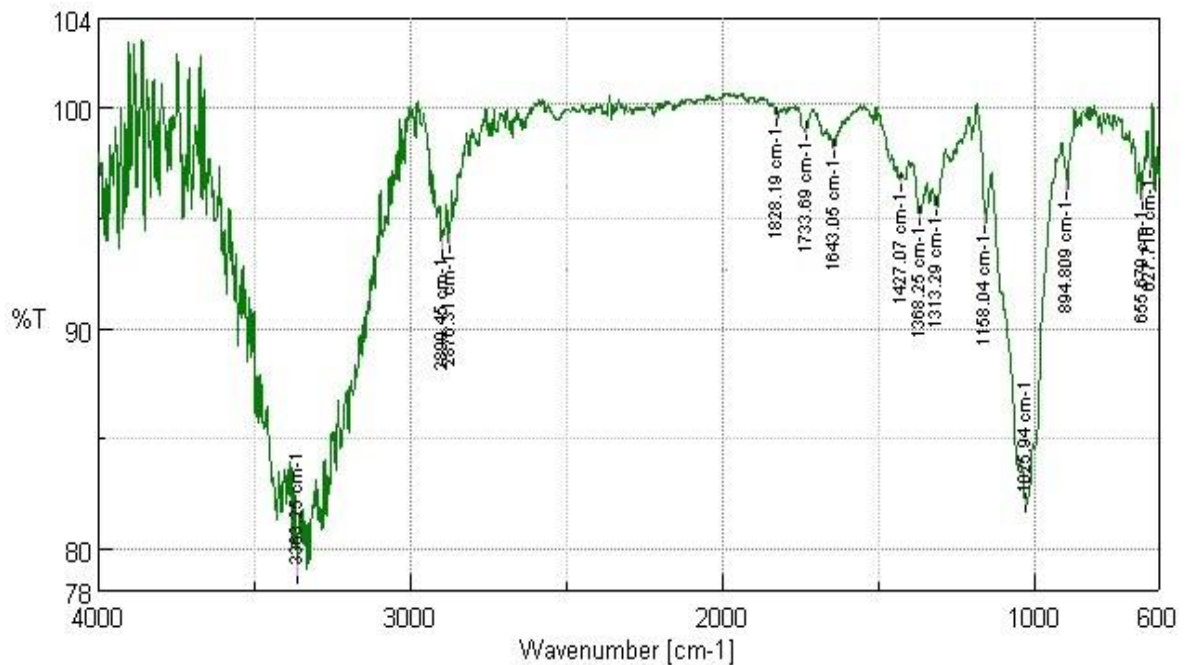


Figura 22. Análisis FTIR acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 106 µm

En la tabla 15, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar pero partiendo de una muestra estándar de acetato de celulosa [49], en base a la similitud de los números de onda se puede determinar que la muestra analizada corresponde a acetato de celulosa n base con datos bibliográficos.[41][66][67].

Tabla 15. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR ACETATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 106 µm.

| Números de onda observados (cm⁻¹) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm⁻¹) reportados por M. Ibrahim,T. Fahmy, E. Salaheldin et al.[49] |
|---|--------------------------------------|----------------------------|--|--|
| 3363.25 | 78.7089 | OH | Vibración Hidroxilo | 3376 |
| 2899.45 | 93.5485 | C-H | Vibración CH en la columna vertebral celulósica | 2902 |
| 1733.69 | 96.3751 | C=O | Estiramiento grupo funcional de acetato de celulosa, éster carbonilo | 1753 |
| 1643.05 | 94.2964 | C=C | estiramiento anti simétrico y pico C=C | 1631 |
| 1427.07 | 96.516 | CH ₂ | Vibración CH ₂ | 1428 |
| 1025.94 | 81.9546 | C-O | Vibración C-O | 1041 |
| 627.716 | 97.1534 | O-.C-C | estiramiento de C-O del grupo acetilo | 607 |

- **Análisis FTIR Acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm**

En la figura 23, se observan los picos de las líneas espectrales en acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm, existen o se aprecian estrechamientos y vibraciones claramente definidos, así como los porcentaje de transmitancia correspondientes.

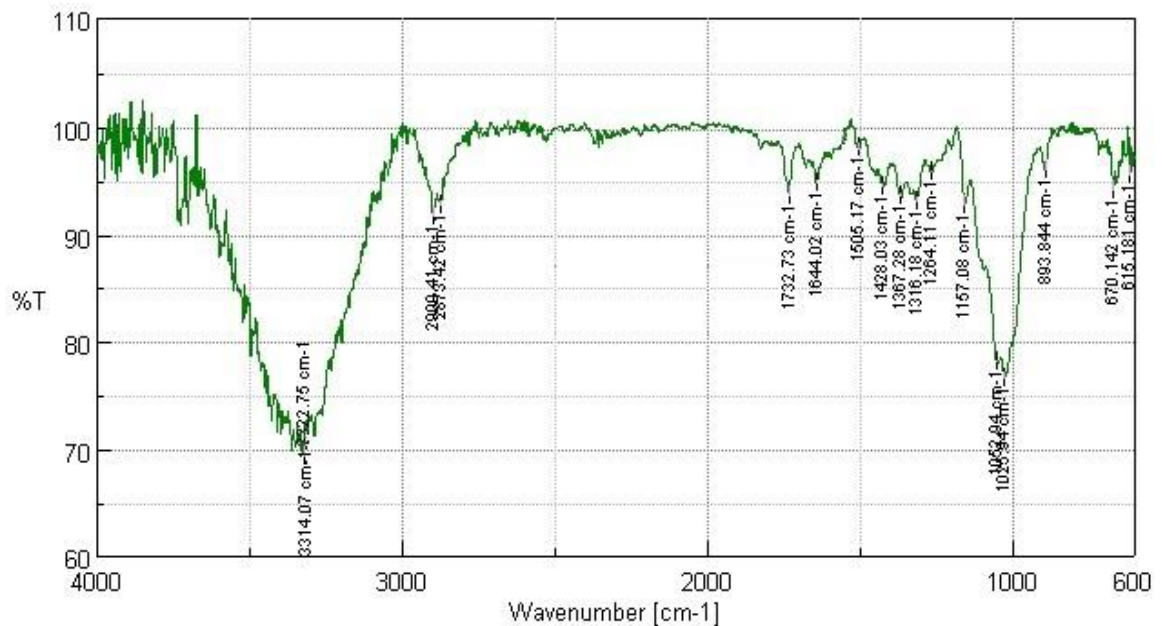


Figura 23. Análisis FTIR acetato de celulosa preparado con celulosa extraída a partir de una muestra de paja de 300 μm

En la tabla 16, se identifican las vibraciones de cada grupo funcional que compone la muestra, además se comparan los números de onda de los picos con los reportados en un estudio similar pero partiendo de una muestra estándar de acetato de celulosa[49], en base a la similitud de los números de onda se puede determinar que la muestra analizada corresponde a acetato de celulosa en base con datos bibliográficos [41][66][67].

Tabla 16. INTERPRETACIÓN DE ANÁLISIS FTIR ACETATO DE CELULOSA PREPARADO CON CELULOSA EXTRAÍDA A PARTIR DE UNA MUESTRA DE PAJA DE 300 μm

| Números de onda observados (cm^{-1}) | Porcentaje de transmisión (%) | Asignación de picos | Grupo funcional y Vibración | Números de onda observados (cm^{-1}) reportados por M. Ibrahim,T. Fahmy, E. |
|---|-------------------------------|---------------------|-----------------------------|--|
| | | | | |

| | | | | Salaheldin et al.[49] |
|----------------|---------|-----------------|--|------------------------------|
| 3322.75 | 69.3866 | OH | Vibración Hidroxilo | 3376 |
| 2900.41 | 91.659 | C-H | Vibración CH en la columna vertebral celulósica | 2902 |
| 1732.73 | 90.1087 | C=O | Estiramiento grupo funcional de acetato de celulosa, éster carbonilo | 1753 |
| 1644.02 | 91.9236 | C=C | estiramiento anti simétrico y pico C=C | 1631 |
| 1428.03 | 94.3623 | CH ₂ | Vibración CH ₂ | 1428 |
| 1052.94 | 78.1837 | C-O | Vibración C-O | 1041 |
| 615.181 | 95.4191 | O-C-C | Estiramiento de C-O del grupo acetilo | 607 |

4.6.3. Determinación del peso molecular de Acetato de celulosa

En la tabla 17, se aprecian las diferentes concentraciones de acetato de celulosa en 5 ensayos, considerando que el primero es el estándar de solvente con el equipo calibrado, de este modo es posible calcular en base al tiempo cronometrado y el estándar las diferentes viscosidades.

Tabla 17. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA ACETATO DE CELULOSA DE LA MUESTRA DE 106 μm

| Ensayo | Concentración(mol/L) | Tiempo (s) | Viscosidad relativa(t/t₀) | Viscosidad específica($\eta_{\text{rel}}-1$) | Viscosidad reducida($\eta_{\text{sp}}/\text{concentración}$) |
|---------------|------------------------------|-------------------|---|---|--|
| 1 | 0 | 8 | x | x | x |

| | | | | | |
|---|---------|----|------|------|------------|
| 2 | 0,00202 | 14 | 1,75 | 0,75 | 371,287129 |
| 3 | 0,00606 | 24 | 3 | 2 | 330,033003 |
| 4 | 0,01012 | 32 | 4 | 3 | 296,442688 |
| 5 | 0,0142 | 36 | 4,5 | 3,5 | 246,478873 |

En la Figura 24, se observa la aproximación de la concentración y la viscosidad reducida cuando la concentración tiende a cero, de esta manera se logró determinar la viscosidad intrínseca en la base a la figura. Por tanto con la ecuación 3, se ha determinado un valor $[\eta] = 385$, ahora bien el valor de K es de $16 \times 10^{-3} \text{ g/ml}$ y un valor α de 0,82 en Encyclopedia of Polymer Science and Technology [62] a una temperatura de 30 °C como se aprecia en el ANEXO II, por tal se obtiene un peso molecular de $220,34 \times 10^3 \text{ g/mol}$ peso que es congruente con el que se reporta en Handbook of Polymers [63]

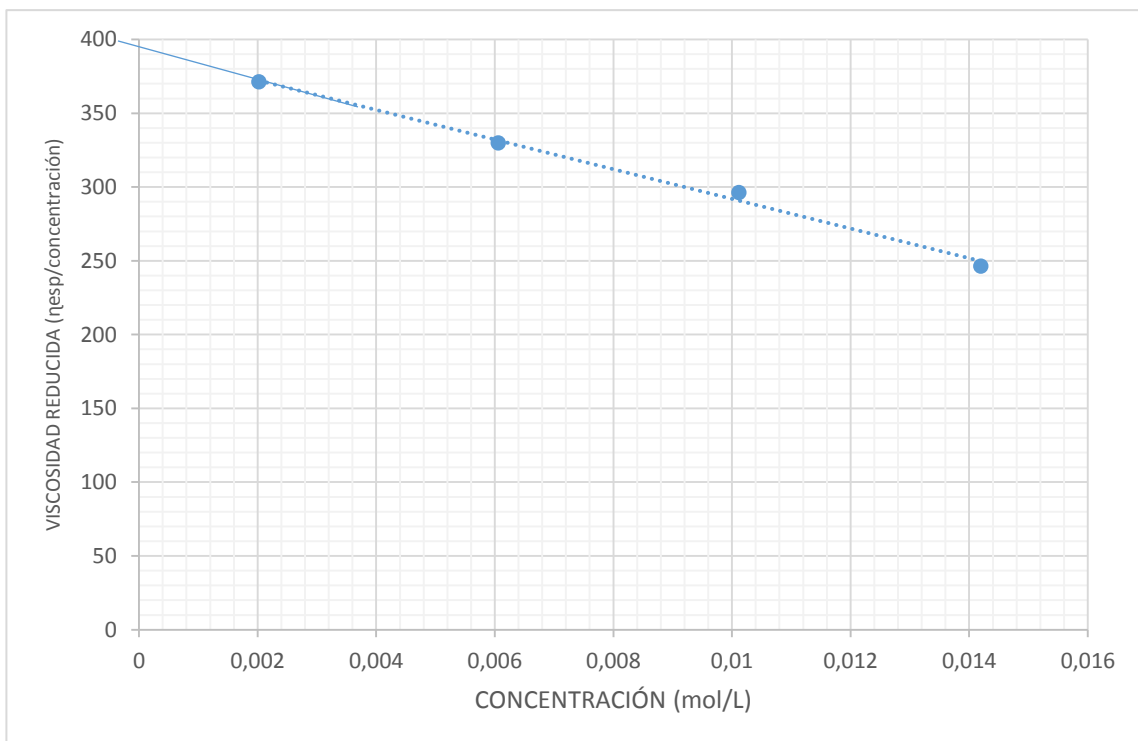


Figura 24. Determinación de la viscosidad intrínseca de acetato de celulosa extraída con muestra de 106 μm

En la tabla 18 se observa las diferentes concentraciones de acetato de celulosa en 5 ensayos, considerando que el primero es el estándar de solvente con el equipo calibrado,

de este modo es posible calcular en base al tiempo cronometrado y el estándar las diferentes viscosidades.

Tabla 18. DETERMINACIÓN DE VISCOSIDADES PARA ACETATO DE CELULOSA DE LA MUESTRA DE 300 μm

| Ensayo | Concentración(mol/L) | Tiempo (s) | Viscosidad relativa(t/t_0) | Viscosidad específica(η_{rel-1}) | Viscosidad reducida($\eta_{sp}/concentración$) |
|--------|-----------------------|------------|--------------------------------|---|--|
| 1 | 0 | 8 | X | x | x |
| 2 | 0,00202 | 17 | 2,125 | 1,125 | 556,930693 |
| 3 | 0,00606 | 29 | 3,625 | 2,625 | 433,168317 |
| 4 | 0,01012 | 35 | 4,375 | 3,375 | 333,498024 |
| 5 | 0,0142 | 38 | 4,75 | 3,75 | 264,084507 |

En la Figura 25, se observa la aproximación de la concentración y la viscosidad reducida cuando la concentración tiende a cero, de esta manera se logró determinar la viscosidad intrínseca en la base a la figura. Por tanto con la ecuación 3 se ha determinado un valor $[\eta] = 385$, ahora bien el valor de K es de $16 \times 10^{-3} \text{ g/ml}$ y un valor α de 0,82 en Encyclopedia of Polymer Science and Technology [62] a una temperatura de 30 °C como se aprecia en el anexo II, por tal se obtiene un peso molecular de $370,83 \times 10^3 \text{ g/mol}$ peso que es congruente con el que se reporta en Handbook of Polymers [63]

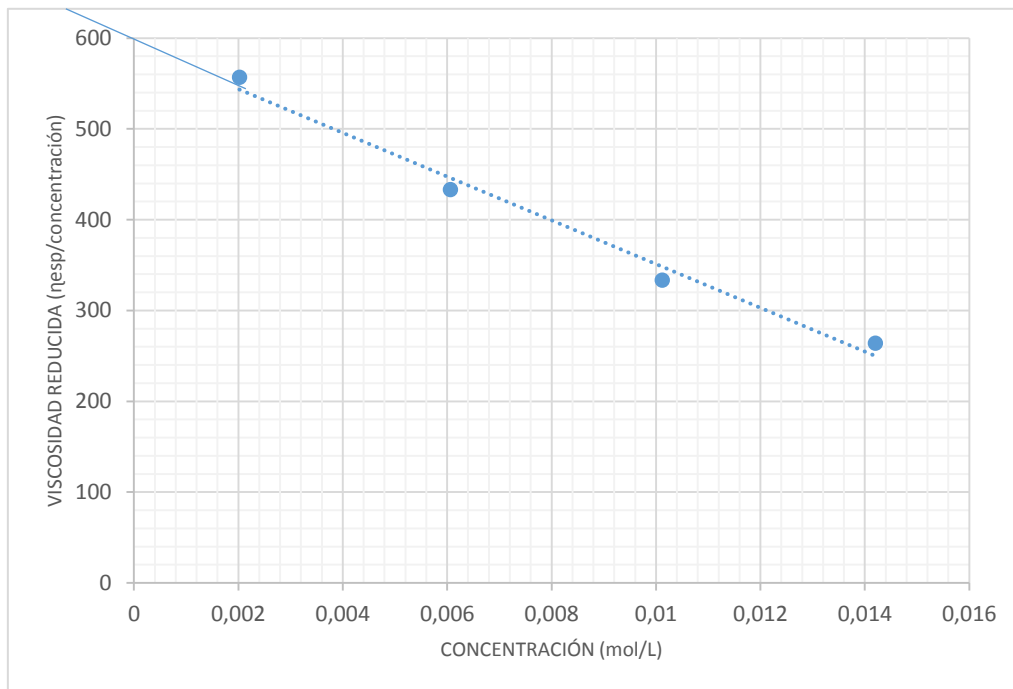


Figura 25. Determinación de la viscosidad intrínseca de acetato de celulosa extraída con muestra de 300 μm

4.6.4. Microscopia óptica de acetato de celulosa

- **Determinación de la estructura morfológica del acetato de celulosa a través de microscopia óptica**

Para la determinación de la estructura morfológica del acetato de celulosa con base en las muestras de tamaño de partícula determinado, se utilizó un microscopio óptico con lentes de 20, 40 y 60x de ampliación en una solución de la muestra con acetona.

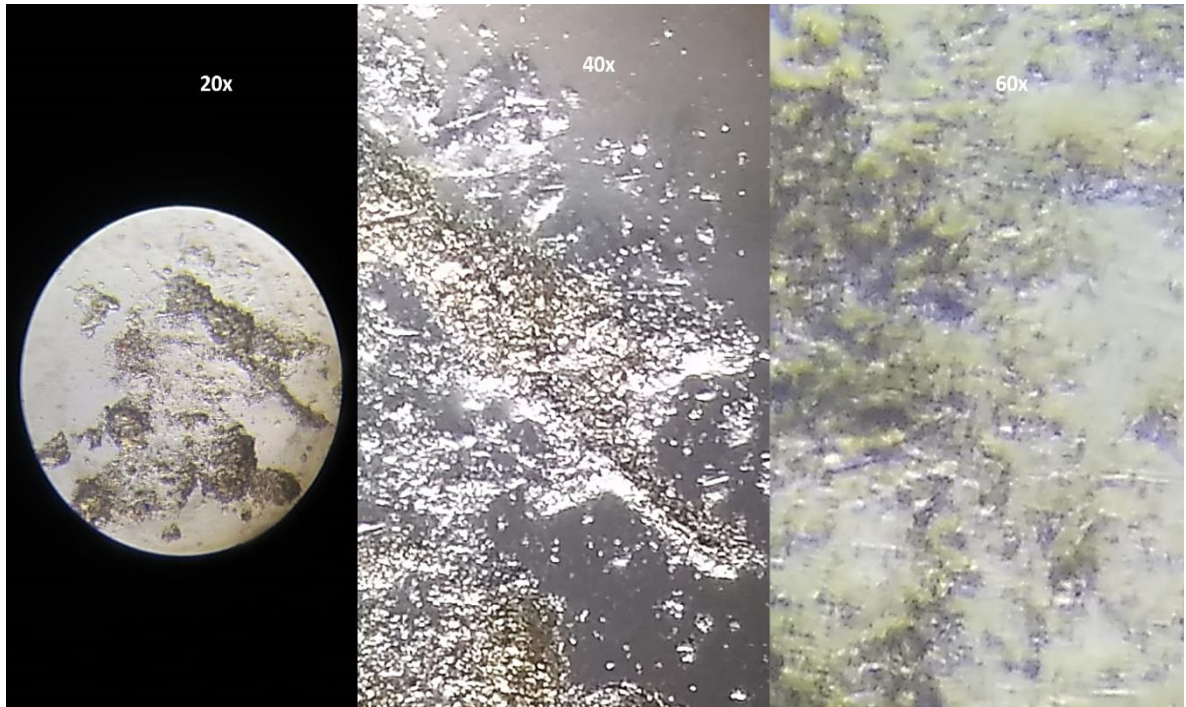


Figura 26. Microscopia óptica del acetato de celulosa con muestra de 106 μm

En la Figura 26, se aprecian regiones cristalinas dispersas en la muestra, y formación polimérica de dichas redes, así como una estructura amorfa dispersa por toda el área de la muestra, lo cual es congruente con lo reportado por R.Sataloff, M.Johns y K.Kost. [2][12][68]

- **Determinación de la estructura morfológica del acetato de celulosa a través de microscopia óptica**

En la figura 27, se aprecian regiones cristalinas uniformes en la muestra, y formación polimérica de dichas redes, así como una estructura amorfa dispersa por toda el área de la muestra, lo cual es congruente con lo reportado por R.Sataloff, M.Johns y K.Kost. [2][12][68]

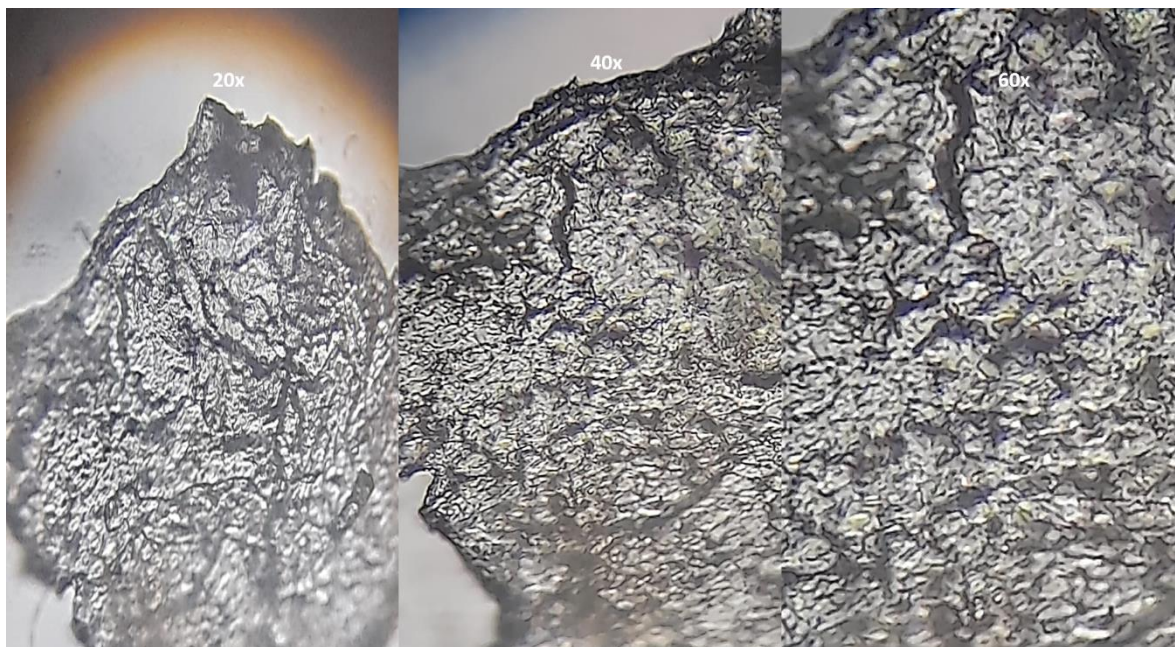


Figura 27. Microscopia óptica del acetato de celulosa con muestra de 300 μm

4.7. Comprobación de Hipótesis

Para la comprobación de hipótesis en el presente trabajo se ha utilizado una prueba Tukey, ya que se utilizaron 2 tamaños de partícula determinados para la extracción a partir de una misma muestra, el proceso de extracción fue idéntico en ambos casos

Al igual que la preparación de compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída, de esta manera se analiza la varianza en las técnicas de caracterización y rendimiento de celulosa extraída, para comprobar la factibilidad de extracción y preparación de acetato y nitrato de celulosa

Hipótesis alternativa: Es posible preparar compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída de la especie *Calamagrostis intermedia*

Hipótesis nula: No es posible preparar compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída de la especie *Calamagrostis intermedia*

Tabla 19. DATOS PARA ANÁLISIS ANOVA

| Muestra | Fibra | Cantidad extraída celulosa blanqueada | peso molecular | Asignación de número de onda Celulosa | | | | Acetato de celulosa Peso molecular | Asignación de número de onda Acetato de Celulosa | | | | Asignación de número de onda Nitrato de Celulosa | | | PROMEDIO |
|------------------------------|-------|--|----------------|--|---------|---------|-----------------|---------------------------------------|---|---------|---------|---------|---|-----------------|---------|------------|
| | | | | CH | OH | C-O-C | CH ₂ | | OH | C=O | C=C | O-C-C | OH | NO ₂ | NO | |
| Tamaño de partícula (300 μm) | 21,24 | 10,21 | 2,93E+05 | 2849,31 | 3349,75 | 1156,12 | 1377,89 | 2,20E+05 | 3322,75 | 1732,73 | 1644,02 | 615,181 | 3362,28 | 1640,16 | 865,882 | 35667,8349 |
| Tamaño de partícula (106 μm) | 19,16 | 9,35 | 4,19E+05 | 2848,35 | 3386,39 | 1156,12 | 1377,89 | 3,71E+05 | 3363,25 | 1733,69 | 1643,05 | 627,716 | 3364,21 | 1635,34 | 847,561 | 54132,8051 |

Tabla 20. RESUMEN ANÁLISIS ANOVA

| RESUMEN | | | | | | |
|--|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|-----------------|---------------------|-----------------------------|
| Grupos | Cuenta | Suma | Promedio | Varianza | | |
| Cantidad de fibra | 2 | 40,4 | 20,2 | 2,1632 | | |
| Cantidad celulosa blanqueda | 2 | 19,56 | 9,78 | 0,3698 | | |
| Peso molecular | 2 | 711980 | 355990 | 7978371200 | | |
| Celulosa Asignación de número de onda CH | 2 | 5697,66 | 2848,83 | 0,4608 | | |
| Celulosa Asignación de número de onda OH | 2 | 6736,14 | 3368,07 | 671,2448 | | |
| Celulosa Asignación de número de onda C-O-C | 2 | 2312,24 | 1156,12 | 0 | | |
| Celulosa Asignación de número de onda CH ₂ | 2 | 2755,78 | 1377,89 | 0 | | |
| Acetato de celulosa Peso molecular | 2 | 591070 | 295535 | 1,1339E+10 | | |
| Acetato de Celulosa Asignación de número de onda OH | 2 | 6686 | 3343 | 820,125 | | |
| Acetato de Celulosa Asignación de número de onda C=O | 2 | 3466,42 | 1733,21 | 0,4608 | | |
| Acetato de Celulosa Asignación de número de onda C=C | 2 | 3287,07 | 1643,535 | 0,47045 | | |
| Acetato de Celulosa Asignación de número de onda O-C-C | 2 | 1242,897 | 621,4485 | 78,5631125 | | |
| Nitrato de Celulosa Asignación de número de onda OH | 2 | 6726,49 | 3363,245 | 1,86245 | | |
| Nitrato de Celulosa Asignación de número de onda NO ₂ | 2 | 3275,5 | 1637,75 | 11,6162 | | |
| Nitrato de Celulosa Asignación de número de onda NO | 2 | 1713,443 | 856,7215 | 167,82952 | | |
| ANÁLISIS DE VARIANZA | | | | | | |
| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
| Entre grupos | 3,6777E+11 | 14 | 2,6269E+10 | 20,3984068 | 3,0047E-07 | 2,42436436 |
| Dentro de los grupos | 1,9317E+10 | 15 | 1287803134 | | | |
| Total | 3,8708E+11 | 29 | | | | |

Tabla 21. DATOS PARA LA PRUEBA DE TUKEY

| | |
|----------------------|------------------|
| HSD | 76379,399 |
| multiplicador | 3,01 |
| Mse | 1287803134 |
| n | 2 |

Tabla 22. ANÁLISIS PRUEBA DE TUKEY

| Diferencia de Promedios | Tamaño de partícula (106 µm) | Tamaño de partícula (300 µm) |
|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Tamaño de partícula (106 µm) | | 18464,9703 |
| Tamaño de partícula (300 µm) | -18464,9703 | |

Resultado: 76379,399 > 18464,9703

4.7.1. Análisis prueba de comprobación de hipótesis

Para la aplicación de la prueba de TUKEY en primer lugar se realiza un análisis ANOVA debido a la similitud experimental de variables, de esta manera se emplaza un análisis de varianzas obteniendo un valor de 18464,9703 en las diferencias de promedios para cada tamaño de partícula con el cuales se extrajo la celulosa y se preparó compuestos semisintéticos, el valor de la diferencia ciertamente significativa obtenido con la prueba de TUKEY es de 76379,399, por el cual se denota que este último es mayor al primero en ambos tamaños de partícula, es decir en base a las variables medidas consideradas en la caracterización de compuestos semisintéticos y la cantidad de celulosa extraída con la cual se prepararon dichos compuestos, no existe diferencia significativa de manera experimental al utilizar la misma metodología de extracción y preparación a nivel de laboratorio por lo cual; se acepta la hipótesis alternativa y se rechaza la hipótesis nula .

Por ende, se ha determinado que “Es posible preparar compuestos semisintéticos a partir de la celulosa extraída de la especie *Calamagrostis intermedia*”

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES, RECOMENDACIONES, BIBLIOGRAFÍA Y ANEXOS

5.1. Conclusiones

- La especie botánica, tras la evaluación de sus características morfológicas corresponde a la especie *Calamagrostis intermedia* (J. Presl) Steud Familia Poaceae, especie nativa del Ecuador.
- La cantidad de celulosa contenida en la especie *Calamagrostis intermedia* tras la extracción en las muestras con tamaño de partícula 106 μm y 300 μm es de 48,80% y 48,06 % en peso respectivamente.
- El método propuesto para la extracción de celulosa, basado en la extracción sólido líquido en soluciones de NaOH y NaClO₂, revela porcentajes de celulosa extraída en concordancia los reportados en bibliografía para especies de paja.
- La influencia del tamaño de partícula de las muestras (106 μm y 300 μm) determina variaciones importantes en el color de la celulosa extraída, por lo que se presume que sucede una deslignificación parcial, debido a que el contenido de oxígeno mayor impide el blanqueamiento de manera adecuada a diferentes tamaño de partícula. En el FTIR de la celulosa, los números de onda observados corresponden a las vibraciones típicas de los grupos funcionales, como se reporta en la literatura. El peso molecular medio viscosimétrico es de $292,83 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (106 μm) y $419,15 \times 10^3 \text{ g/mol}$ (300 μm). El tipo de celulosa extraída en base a la solubilidad en soluciones de NaOH es del tipo β . En adición, la microscopía óptica de la celulosa extraída revela que el tamaño de partícula utilizado influye en el proceso.
- Se prepararon los compuestos semisintéticos acetato y nitrato de celulosa. Mediante el análisis FTIR, se caracterizó a cada uno de los compuestos, con base en la presencia de los grupos funcionales correspondientes. En la microscopía óptica se aprecian

regiones cristalinas uniformes, una formación polimérica de dichas redes y el ordenamiento de micro partículas en la película formando una red cristalina trasparente o blanquecina, así como también, una estructura amorfa dispersa por toda el área de la muestra.

5.2. Recomendaciones

- Realizar el estudio con diferentes tamaños de partícula de la materia prima para establecer la influencia en el rendimiento del aislamiento de la celulosa.
- Determinar qué tipo de secado disminuye la pérdida de peso en las diferentes etapas de la extracción de celulosa.
- Preparar otros compuestos semisintéticos y realizar un análisis sobre la estabilidad y volatilidad de los compuestos intermedios.

5.3. BIBLIOGRAFÍA

- [1] K. Basuki, *Cellulose and Cellulose Derivates*, vol. 3. 2019.
- [2] R. T. Sataloff, M. M. Johns, and K. M. Kost, *Cellulose Acetate Properties, Uses and Preparation*, 1st ed. Nova, 2019.
- [3] K. Romoleroux, D. Cárate-Tandalla, and R. Navarrete, “Calamagrostis intermedia En: Plantas vasculares de los bosques de Polylepis en los páramos de Oyacachi. Version 2019.” 2019.
- [4] J. Caranqui, P. Lozano, and J. Reyes, “Composición y diversidad florística de los páramos en la Reserva de Producción de Fauna Chimborazo, Ecuador,” *Enfoque UTE*, vol. 7, no. 1, pp. 33–45, Mar. 2016.
- [5] S. Navarrete, “COL000049070 - Calamagrostis intermedia (J. Presl) Steud. - Poaceae,” BOYACÁ, 2017.
- [6] S. Salgado *et al.*, “Distribución espacial, sistemas ecológicos y caracterización climática en el Ecuador,” *EcoCiencia, Proy. Páramo Andin. y Herb. QCA. Quito.*, p. 150, 2009.
- [7] D. Minga, R. Ansaloni, A. Verdugo, and C. U. Ulloa, *Flora del Páramo del Cajas, Ecuador*. 2016.
- [8] C. J., H. W., and S. F., “Diversidad y Similitud de los Páramos del Chimborazo.” pp. 10–10, 2013.
- [9] Ministerio de Ambiente del Ecuador., Flora Web Ecuador, and Pontificia Universidad Católica del Ecuador, “Libro Rojo de Plantas Endémicas del Ecuador,” *Herbario QCA*, 2019. [Online]. Available: <https://bioweb.bio/floraweb/librorojo/ListaEspeciesPorFamilia/500363>. [Accessed: 29-Apr-2021].
- [10] B. K., “Áreas prioritarias para conservación de páramos en la provincia de Chimborazo.” Quito, 2010.
- [11] B. M., A. M., and A. M., “Los páramos del Chimborazo. Un estudio socio-ambiental para la toma de decisiones. Gobierno Autónomo descentralizado de Chimborazo/ EcoCiencia/ CONDESAN/ Programa BioAndes/ Proyecto Páramo Andino.” Quito, 2011.

- [12] K. Touati and F. Tadeo, "Pressure Retarded Osmosis as Renewable Energy Source," in *Pressure Retarded Osmosis: Renewable Energy Generation and Recovery*, Elsevier, 2017, pp. 1–54.
- [13] S. Ortega and A. Rodriguez, "Vista de Síntesis de acetato de celulosa y rayón a partir de residuos agroindustriales del cultivo y procesamiento de piña," *TEINNOVA*, vol. 2, pp. 23–29, 2018.
- [14] W. Beyer, *Manual de química orgánica*, 19th ed. Barcelona, 2003.
- [15] R. Seymour and C. Carraher, *Introducción a la química de los polímeros*, 2nd ed. Barcelona, 2002.
- [16] F. Billmeyer, *Ciencia de los polímeros*, 2004th ed. Barcelona, 2004.
- [17] D. N. S. Hon and N. Shiraishi, *Wood and Cellulosic Chemistry, Revised, and Expanded*. 2015.
- [18] B. Waliszewska, M. Mleczek, M. Zborowska, P. Goliński, P. Rutkowski, and K. Szentner, "Changes in the chemical composition and the structure of cellulose and lignin in elm wood exposed to various forms of arsenic," *Cellulose*, vol. 26, no. 10, pp. 6303–6315, Jul. 2019.
- [19] C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, and R. Santas, "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production," *Ind. Crops Prod.*, vol. 19, no. 3, pp. 245–254, May 2004.
- [20] I. Cesarino, P. Araújo, A. P. Domingues, and P. Mazzafera, "An overview of lignin metabolism and its effect on biomass recalcitrance," *Rev. Bras. Bot.*, vol. 35, no. 4, pp. 303–311, 2012.
- [21] Y. Luo *et al.*, "The production of furfural directly from hemicellulose in lignocellulosic biomass: A review," *Catal. Today*, vol. 319, pp. 14–24, 2019.
- [22] D. Chen, A. Gao, K. Cen, J. Zhang, X. Cao, and Z. Ma, "Investigation of biomass torrefaction based on three major components: Hemicellulose, cellulose, and lignin," *Energy Convers. Manag.*, vol. 169, no. April, pp. 228–237, 2018.
- [23] J. Duan, S. Gong, Y. Gao, X. Xie, L. Jiang, and Q. Cheng, "Bioinspired Ternary Artificial Nacre Nanocomposites Based on Reduced Graphene Oxide and Nanofibrillar Cellulose," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 8, no. 16, pp. 10545–

10550, 2016.

- [24] A. Armando, M. De Lama, and C. Genaro, “Biopolymers of cellulose in food packaging: Challenges and applications Biopolímeros de celulosa en empaques alimenticios: Retos y aplicaciones,” vol. 12, pp. 83–88.
- [25] J. Chi *et al.*, “Patterned Photonic Nitrocellulose for Pseudopaper ELISA,” *Anal. Chem.*, vol. 89, no. 14, pp. 7727–7733, Jul. 2017.
- [26] R. Ortega Toro, A. Jiménez, P. Talens, and A. Chiralt, “Films De Almidón Termoplástico. Influencia De La Incorporación De Hidroxipropil-Metil-Celulosa Y Ácido Cítrico Thermoplastic Starch Films. Influence of Incorporation of Hydroxypropyl-Methyl-Cellulose and Citric Acid Filmes De Amido Termoplástico. Influênc,” *Biotecnol. en el Sect. Agropecu. y Agroindustrial*, vol. 12, no. 2, pp. 134–141, 2014.
- [27] TAPPI, “Forming handsheets for physical tests of pulp. Test Method TAPPI/ANSI T 205,” *Tappi*, pp. 1–9, 2002.
- [28] L. Henao, I. Rojas, and G. Giraldo, “CUANTIFICACIÓN DE CELULOSA PROVENIENTE DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA DEL MUEBLE,” *Ing. Recur. Nat. y del Ambient.*, vol. 8, pp. 23–28, 2009.
- [29] INEN, *LIGANTES PARA PINTURAS Y BARNICES, DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD DE DISOLUCIONES INDUSTRIALES DE NITRATO DE CELULOSA Y SU CLASIFICACIÓN (ISO 14446:1999, IDT)*. ECUADOR, 2014.
- [30] TAPPI, “Solvent extractives of wood and pulp T 204 cm-97,” 2012.
- [31] G. Peralta and C. Sifuentes, “Catálogo De Las Gramíneas (Poaceae) De Huancavelica , Perú,” *Ecol. Apl.*, vol. 16, no. 1, pp. 63–73, 2017.
- [32] K. Radotić and M. Mičić, “Methods for Extraction and Purification of Lignin and Cellulose from Plant Tissues,” pp. 365–376, 2018.
- [33] S. C. Agwuncha, C. G. Anusionwu, S. J. Owonubi, E. Rotimi Sadiku, U. A. Busuguma, and I. David Ibrahim, “Extraction of cellulose nanofibers and their eco/friendly polymer composites,” in *Sustainable Polymer Composites and Nanocomposites*, Springer International Publishing, 2019, pp. 37–64.
- [34] K. Ross and G. Mazza, “Characteristics of lignin from flax shives as affected by extraction conditions,” *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 11, no. 10, pp. 4035–4050, 2018.

- [35] J. H. Wu and C. Y. He, “Advances in Cellulose-Based Sorbents for Extraction of Pollutants in Environmental Samples,” *Chromatographia*, vol. 82, no. 8. Friedr. Vieweg und Sohn Verlags GmbH, pp. 1151–1169, 01-Aug-2019.
- [36] E. Abraham *et al.*, “Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 86, no. 4, pp. 1468–1475, Oct. 2017.
- [37] A. Vazquez, M. L. Foresti, J. I. Moran, and V. P. Cyras, “Extraction and production of cellulose nanofibers,” in *Handbook of Polymer Nanocomposites. Processing, Performance and Application: Volume C: Polymer Nanocomposites of Cellulose Nanoparticles*, Springer Berlin Heidelberg, 2017, pp. 81–118.
- [38] A. Singh, B. Ranawat, and R. Meena, “Extraction and characterization of cellulose from halophytes: next generation source of cellulose fibre,” *SN Appl. Sci.*, vol. 1, no. 11, pp. 1–10, Nov. 2019.
- [39] TAPPI, “Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp,” 1999.
- [40] S. K. Singh, B. M. Matsagar, and P. L. Dhepe, “Determination of Alpha-, Beta-and Gamma-Cellulose in Bagasse and Wheat Straw: Lignin Recovery, Characterization and Depolymerization,” *Clean Technol. Environ. Policy*, vol. 19, pp. 23–29, Feb. 2021.
- [41] E. Huda, Rahmi, and Khairan, “Preparation and characterization of cellulose acetate from cotton,” *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 364, no. 1, 2019.
- [42] P. K. T. Oldring, “Coatings, Colorants, and Paints,” in *Encyclopedia of Physical Science and Technology*, Elsevier, 2017, pp. 175–190.
- [43] A. E. Golubev, S. A. Kuvshinova, V. A. Burmistrov, and O. I. Koifman, “Modern Advances in the Preparation and Modification of Cellulose Nitrates,” *Russ. J. Gen. Chem.*, vol. 88, no. 2, pp. 368–381, Feb. 2018.
- [44] S. Berthumeyrie, S. Collin, P. O. Bussiere, and S. Therias, “Photooxidation of cellulose nitrate: New insights into degradation mechanisms,” *J. Hazard. Mater.*, vol. 272, no. 2, pp. 137–147, 2014.
- [45] E. Ciliberto, P. Gemmellaro, V. Iannuso, S. La Delfa, R. G. Urso, and E. Viscuso, “Characterization and Weathering of Motion-picture Films with Support of Cellulose Nitrate, Cellulose Acetate and Polyester,” *Procedia Chem.*, vol. 8, pp. 175–184, 2013.

- [46] G. V. Sakovich, Y. M. Mikhailov, V. V. Budaeva, A. A. Korchagina, Y. A. Gismatulina, and N. V. Kozyrev, "Cellulose Nitrates from Unconventional Feedstocks," *Dokl. Chem.*, vol. 483, no. 1, pp. 287–291, Dec. 2018.
- [47] K. Khoshnevisan *et al.*, "Cellulose acetate electrospun nanofibers for drug delivery systems: Applications and recent advances," *Carbohydr. Polym.*, vol. 198, pp. 131–141, Oct. 2018.
- [48] R. G. Candido, G. G. Godoy, and A. Gonçalves, "Characterization and application of cellulose acetate synthesized from sugarcane bagasse," *Carbohydr. Polym.*, vol. 167, pp. 280–289, Jul. 2017.
- [49] M. M. Ibrahim, T. Y. A. Fahmy, E. I. Salaheldin, F. Mobarak, M. A. Youssef, and M. R. Mabrook, "Role of tosyl cellulose acetate as potential carrier for controlled drug release," *Life Sci. J.*, vol. 12, no. 10, pp. 127–133, 2015.
- [50] H. Orelma, A. Hokkanen, I. Leppänen, K. Kammiovirta, M. Kapulainen, and A. Harlin, "Optical cellulose fiber made from regenerated cellulose and cellulose acetate for water sensor applications," *Cellulose*, vol. 27, no. 3, pp. 1543–1553, Feb. 2020.
- [51] C. Yan, W. Huang, J. Ma, J. Xu, Q. Lv, and P. Lin, "Characterizing the SBS polymer degradation within high content polymer modified asphalt using ATR-FTIR," *Constr. Build. Mater.*, vol. 233, p. 117708, Feb. 2020.
- [52] N. Kruer-Zerhusen, B. Cantero-Tubilla, and D. B. Wilson, "Characterization of cellulose crystallinity after enzymatic treatment using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)," *Cellulose*, vol. 25, no. 1, pp. 37–48, Jan. 2018.
- [53] J. Vega-Baudrit, M. Sibaja, S. Nikolaeva, and A. Rivera, "Síntesis Y Caracterización De Celulosa Amorfa," *Rev. Soc. Química Perú*, vol. 80, no. 1, pp. 45–50, 2014.
- [54] P. Fei, L. Liao, B. Cheng, and J. Song, "Quantitative analysis of cellulose acetate with a high degree of substitution by FTIR and its application," *Anal. Methods*, vol. 9, no. 43, pp. 6194–6201, Nov. 2017.
- [55] M. E. Fuller, C. Andaya, and K. McClay, "Evaluation of ATR-FTIR for analysis of bacterial cellulose impurities," *J. Microbiol. Methods*, vol. 144, pp. 145–151, Jan. 2018.

- [56] D. T. Gentekos, R. J. Sifri, and B. P. Fors, “Controlling polymer properties through the shape of the molecular-weight distribution,” *Nature Reviews Materials*, vol. 4, no. 12. Nature Research, pp. 761–774, 01-Dec-2019.
- [57] O. Dragostin and L. Profire, “Molecular weight of polymers used in biomedical applications,” in *Characterization of Polymeric Biomaterials*, Elsevier, 2017, pp. 101–121.
- [58] A. E. Bozdogan, “A method for determination of thermodynamic and solubility parameters of polymers from temperature and molecular weight dependence of intrinsic viscosity,” *Polymer (Guildf)*, vol. 45, no. 18, pp. 6415–6424, Aug. 2017.
- [59] J. Supo, *Cómo elegir una muestra*, 1st ed. Lima: Biblioteca Nacional del Perú, 2014.
- [60] J. Supo, *Cómo probar una hipótesis*, 1st ed. Lima: Biblioteca Nacional del Perú, 2014.
- [61] J. Elizondo, H. Castillo, L. Torres, J. Loera, A. Palemón, and I. Almeyda, “Muestreo y análisis de material vegetal,” 2012.
- [62] M. Herman, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, 3rd ed. New York, 2012.
- [63] G. Wypych, *Handbook of Polymers*, 2nd ed. Toronto: ChemTec, 2016.
- [64] O. Gonultas and Z. Candan, “Chemical characterization and ftir spectroscopy of thermally compressed eucalyptus wood panels,” *Maderas Cienc. y Tecnol.*, vol. 20, no. 3, pp. 431–442, 2018.
- [65] C. Vanderghem, N. Jacquet, S. Danthine, C. Blecker, and M. Paquot, “Effect of physicochemical characteristics of cellulosic substrates on enzymatic hydrolysis by means of a multi-stage process for cellobiose production,” *Appl. Biochem. Biotechnol.*, vol. 166, no. 6, pp. 1423–1432, 2012.
- [66] F. Silva *et al.*, “Preparation and Characterization of Cellulose Triacetate as Support for Lecitase Ultra Immobilization,” *Molecules*, vol. 22, no. 11, p. 1930, Nov. 2017.
- [67] S. D. Ribeiro *et al.*, “Cellulose triacetate films obtained from sugarcane bagasse: Evaluation as coating and mucoadhesive material for drug delivery systems,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 152, pp. 764–774, Nov. 2016.
- [68] J. Puls, S. A. Wilson, and D. Höltzer, “Degradation of Cellulose Acetate-Based

Materials: A Review,” *J. Polym. Environ.*, vol. 19, no. 1, pp. 152–165, Mar. 2011.

5.4 ANEXOS

ANEXO I: Reporte de identificación botánica de la especie



CERTIFICADO DE IDENTIFICACIÓN TAXONÓMICA

El suscrito director del HERBARIO QAP DE LA UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR, certifica que el estudiante de la Universidad Técnica de Ambato, Maestría en Química mención Química-Física, señor **Dennis Renato Manzano Vela**, solicita el servicio de identificación taxonómica para una muestra botánica la cual contiene la siguiente información:

Nombre común reportado: paja de paramo
Lugar de Colecta: provincia de Chimborazo, cantón guano, parroquia Urbina, sector cóndor sábana (faldas del Chimborazo)
Altura sobre el nivel del mar: 4140 m.s.n.m.
Fecha de Colecta: 13-febrero-2021

Una vez revisadas las características morfológicas del ejemplar y comparando con los existentes registros en el Herbario, la muestra corresponde a la especie:

***Calamagrostis intermedia* (J. Presl) Steud.**

Familia Poaceae, especies nativa del Ecuador.

Se expide a solicitud del interesado, a los 01 días del mes de marzo del 2021.

Dr. Carlos E. Ceron Martínez MSc.

DIRECTOR HERBARIO ALFREDO PAREDES (QAP)

Carvajal y Gato Sobral, ciudad universitaria, edif. Facultad de Filosofía, 6to piso, ala norte.
Quito. E-mail: carlosceron57@hotmail.com

ANEXO II: Parámetros para la ecuación Mark-Houwink de celulosa y derivados

226 POLYSACCHARIDES

Vol. 11

Table 4. Mark-Houwink Parameters for Cellulose and Some Cellulosic Derivatives and for Starch and Starch Derivatives

| Polymer | Solvent | T, °C | K, 10 ⁻³ mL/g | a | Reference |
|----------------------------------|----------------------|-------|-----------------------------|-------|-----------|
| Cellulose | Cupriethylenediamine | 25 | 10.1 | 0.9 | 92 |
| Cellulose | Cupriethylenediamine | 25 | 7.62 | 0.936 | 72 |
| Cellulose nitrate | Tetrahydrofuran | 25 | 1.32 | 1.01 | 73 |
| Cellulose acetate | acetone | 30 | 16.0 | 0.82 | 74 |
| Cellulose acetate butyrate | acetone | 25 | 13.7 | 0.85 | 75 |
| Cellulose triacetate | acetone | 25 | 14.9 | 0.82 | 76 |
| Sodium carboxymethylcellulose | Aqueous NaCl (0.1 M) | 25 | 12.3 | 0.91 | 77 |
| Methylcellulose | Water | 25 | 316 | 0.55 | 78 |
| Methylcellulose | Water | 20 | 280 | 0.55 | 79 |
| Amylose | Dimethyl sulfoxide | 25 | 15.1 | 0.70 | 80 |
| Amylose | Dimethyl sulfoxide | 25 | 30.6 | 0.64 | 81 |
| Amylose | Water | 20 | 13.2 | 0.68 | 82 |
| Amylose | Aqueous KOH (0.15 M) | 25 | 8.36 | 0.77 | 80 |
| Amylose triacetate | Chloroform | 30 | 1.06 | 0.92 | 83 |

ANEXO III: Recolección de la Muestra

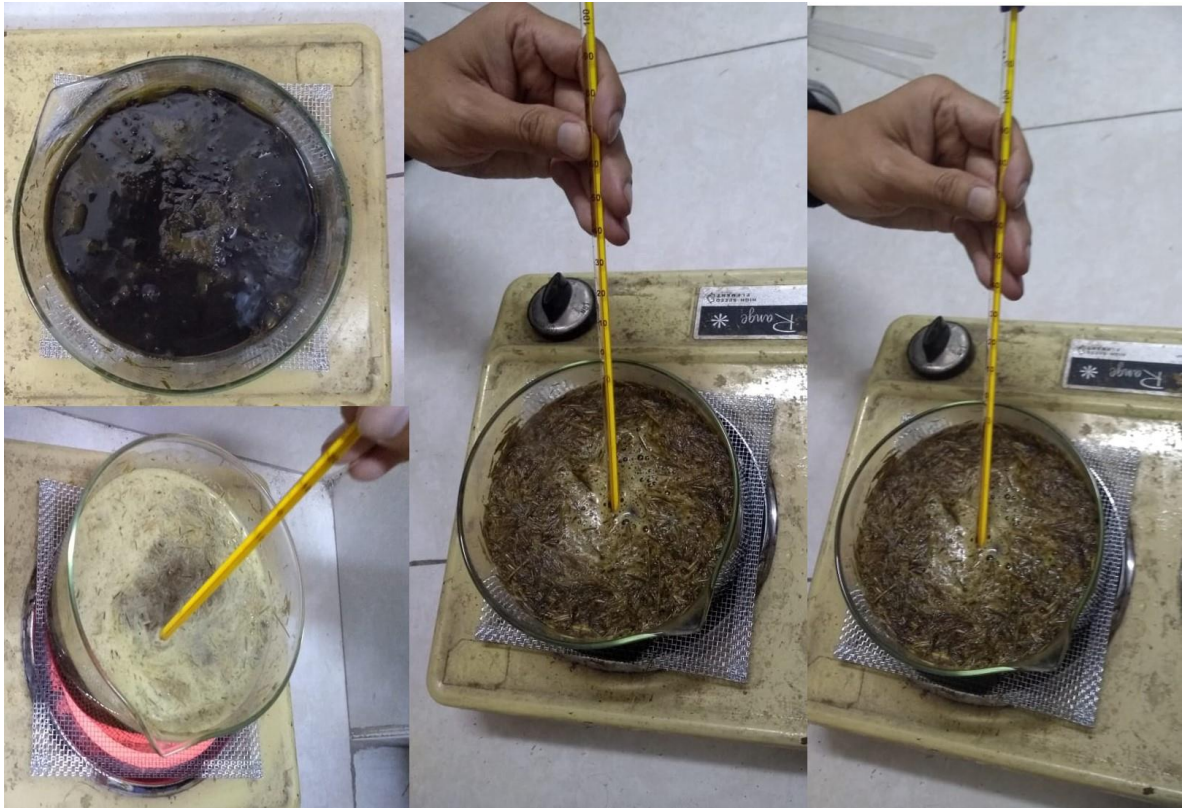


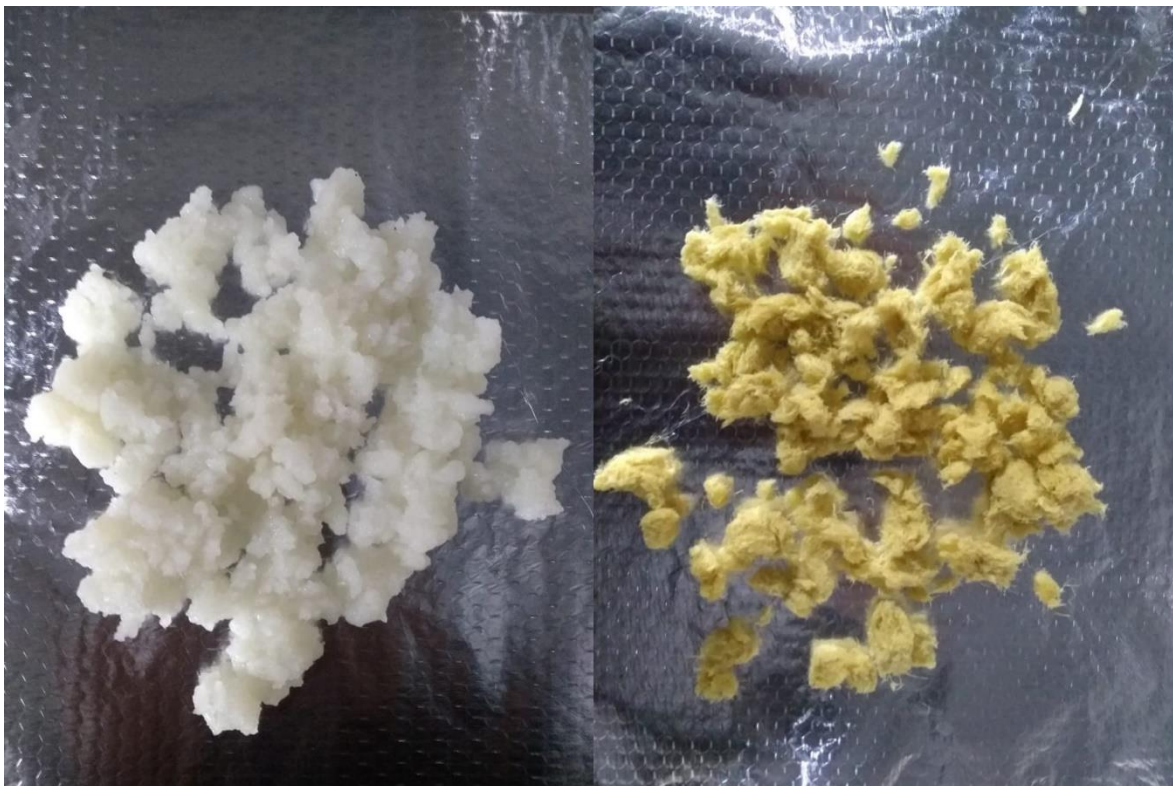


ANEXO IV

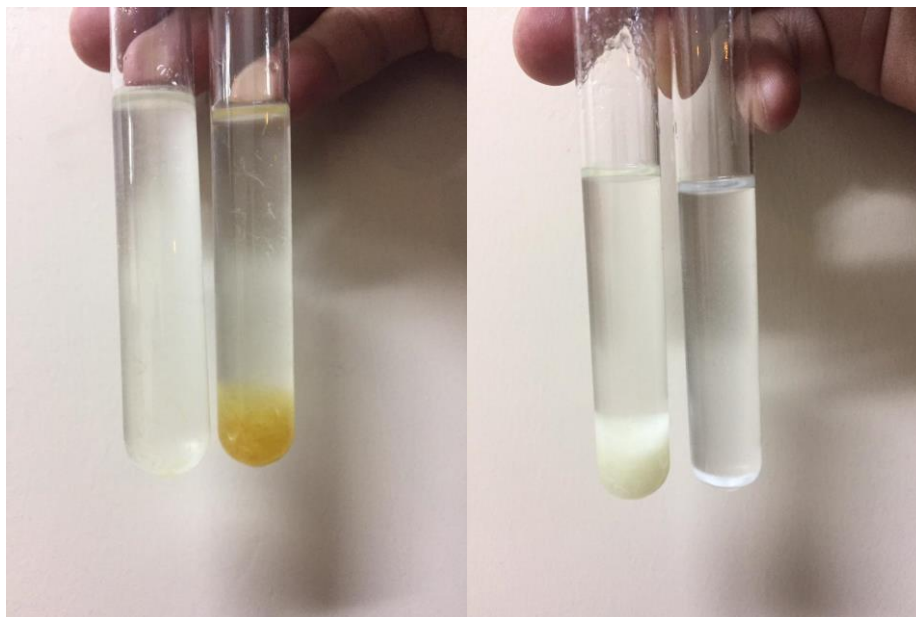
Extracción de celulosa





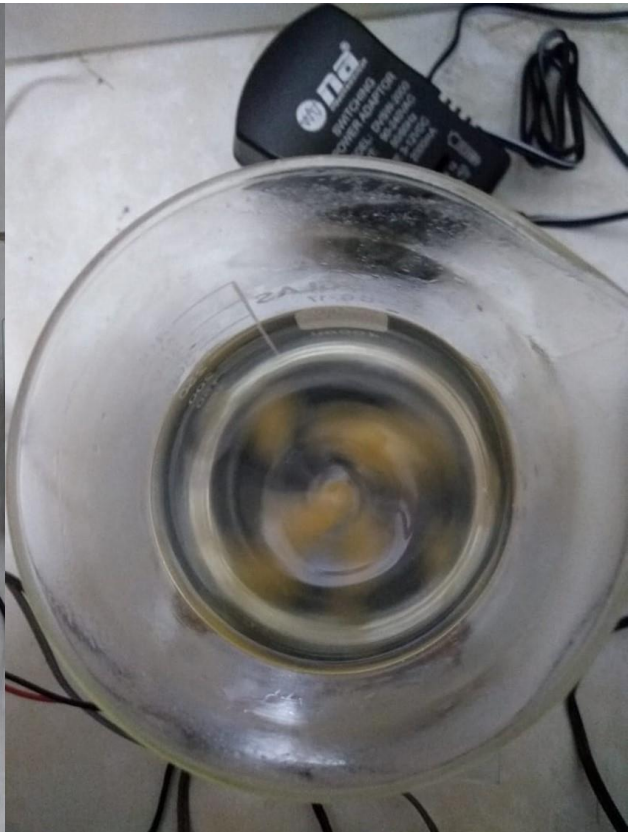


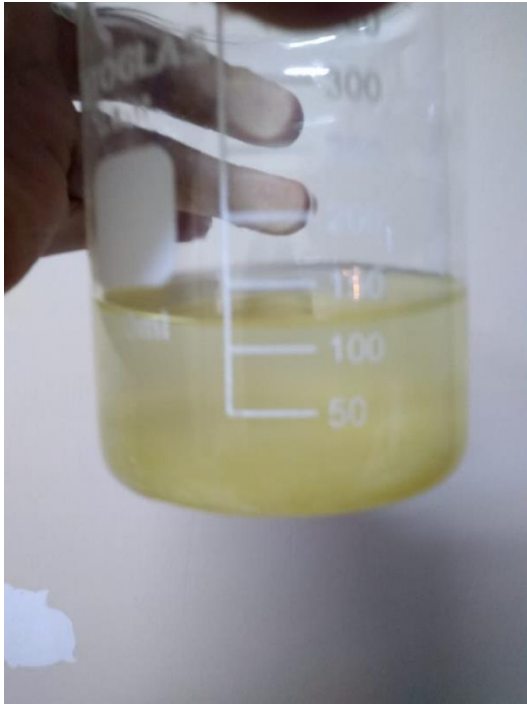
Solubilidad de celulosa extraída en soluciones de NaOH



ANEXO V

Preparación de compuestos semisintéticos





ANEXO VI: Muestreo y análisis de materia vegetal

Etapas de muestreo

La mejor etapa de muestreo es al final de la etapa de crecimiento vegetativo e inicio del periodo de floración para cultivos anuales y la etapa media del crecimiento para cultivos perennes. La hora más recomendable es entre 8 y 10 de la mañana con el propósito de evitar la diseminación de enfermedades por el rocío.



Preparación de la muestra para envío a Laboratorio

Es necesario colocar las hojas en bolsas de papel o en su defecto en periódico, nunca se deben envolver en plástico debido a que con la transpiración normal de las hojas se acelera el proceso de descomposición lo que afecta el resultado obtenido. En el caso de aplicaciones foliares días antes del muestreo, es conveniente realizar un lavado con una solución de jabón libre de fosfatos al 0.5% en su defecto con agua purificada, dejar escurrir perfectamente el agua y empacar.

Una vez preparada la muestra para el envío es necesario etiquetar la muestra vegetal con la información siguiente:

- Nombre del productor: _____
- Estado: _____
- Municipio: _____
- Predio: _____
- Teléfono: _____
- Correo electrónico: _____
- Lote(s): _____
- Análisis solicitado: _____

1.- Macroanálisis: Nitrógeno, fósforo, potasio y micronutrientes.

2.- Bioquímicos: proteínas, calcio, fósforo, cenizas, fibra cruda, grasa

Las muestras pueden ser enviadas al Laboratorio de Agua-suelo-plantas del Campo Experimental Rio Bravo. Carretera Matamoros-Reynosa Km 61 Apdo Postal 172; Cd. Rio Bravo, Tamaulipas CP 88900

Impresión 1000 ejemplares

Comité Editorial del CIR-NORESTE

Presidente: Dr. Jorge Elizondo Barrón,
Secretario: Ing. Hipólito Castillo Tovar,
Vocales: M.C. Luis Mario Torres Espinosa, Dr. Jesús Loera Gallardo, Dr. Raúl Rodríguez Guerra, Dr. Antonio Palomán Terán Vargas, Dr. Isidro Humberto Almeyda León, Dr. Rubén Darío Garza Cedillo.


Revisión Técnica: Dr. Juan Manuel Covarrubias Ramírez

Código INIFAP: MX-0-310399-52-03-13-12- 24
 Publicación clave: INIFAP/CIRNE/A-495

Mayores informes:
 Campo Experimental Rio Bravo, Tel (899)9341045 ext. 303
 ortiz.flor@inifap.gob.mx

www.gobiernofederal.gob.mx
www.sagarpa.gob.mx
www.inifap.gob.mx

Muestreo y análisis de material vegetal



Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias
 Centro de Investigación Regional del Noroeste
 Campo Experimental Rio Bravo
 Desplegable para Productores
 Num. MX-0-310399-52-03-13-12- 24
 Agosto del 2012

GOBIERNO FEDERAL
inifap
SAGARPA
 INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES FORESTALES, AGRÍCOLAS Y PECUARIAS

Muestreo y análisis de material vegetal

M.C. Flor E. Ortiz Cháirez
 Dr. Martín Espinosa Ramírez
 M.C. Eloy Vargas Valero

Tamaño de la muestra

La cantidad mínima para realizar el análisis es de 50 g muestra seca y molida por lo que es importante garantizar dicha cantidad considerando el tipo y tamaño de la hoja. Consultar el siguiente cuadro.

Introducción

El muestreo de planta constituye un paso importante para el análisis físico y químico. El cuidado que se tenga en la toma de la muestra determinará en gran parte la validez de los resultados. Con el objetivo de apoyar al productor en el correcto muestreo y análisis de planta que permita conocer su estado nutricional con la finalidad de aplicar el fertilizante adecuado para contrarrestar las deficiencias que se encuentren. A continuación se presentan las siguientes recomendaciones.

Parte de la planta a muestrear

En la mayoría de los cultivos y praderas el criterio de selección es la hoja más madura. (Ver cuadro); no muestrear hojas dañadas por insectos, enfermedades, agroquímicos, etc.

Método de muestreo

La muestra debe representar todo el predio, su situación nutricional; evitar tomar plantas atípicas (más vigorosas, más pequeñas o dañadas). Excepto cuando se requiera hacer un análisis diferencial (plantas vs plantas con deficiencias).

| Cultivo | Parte a muestrear | Edad o posición | No. de plantas ó hojas |
|-------------------|--|---|---|
| Algodón | Peciolos | Recientemente maduros de 40 a 60 días después de la siembra | No menos de 100 peciolos |
| Avena /trigo | Hojas incluyendo la ligula o rabito | Para avena las 2 ó 4 primeras hojas desde la parte superior de la planta cuando la espiga este emergiendo. Para trigo muestrear a los 35, 40 ó 55 días de la siembra. | Seleccione áreas uniformes y muestree en diagonales (X). Considere tomar no menos de 200 hojas por cultivo y una hoja por planta. |
| Jitomate (Tomate) | Hojas sin peciolo | Peciolo de la cuarta hoja del brote en desarrollo del lado opuesto al racimo floral | Seleccione áreas uniformes. Tome una hoja por planta. Deben ser muestreadas no menos de 50 plantas. |
| Maíz | Tercio de en medio de las hojas | Tomar la primera hoja opuesta debajo de la espiga cercana donde brotará la mazorca, o bien aquella que ha concluido su crecimiento normal; conserve el tercio de la parte central | Seleccione áreas uniformes muestreando en diagonales (X) o entre hileras. No muestree menos de 50 plantas. |
| Pastos | Las primeras 2 ó 4 hojas de la parte superior de la planta, incluyendo la ligula para hojas anchas usadas para forraje o semilla. Para pastos de hoja angosta, corte las hojas de la parte superior. | 1) Tomar las 2 ó 4 primeras hojas de la planta en floración o cuando la espiga esté emergida a la mitad. 2) Muestrear en su punto de corte. | Seleccione áreas uniformes y muestree en diagonales (X). Considere tomar no menos de 200 hojas. |
| Sorgo | Hojas | Tome la segunda hoja desde la parte superior de la planta cuando la panocha esté completamente emergida | Igual que para maíz |
| Soya | Hojas sin peciolos | Tomar las hojas superiores al inicio de la floración | Seleccione áreas uniformes y muestrear no menos del 5% de las plantas. |

