

## PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Proyecto Interno  Proyecto Semilla  Proyecto Junior  Proyecto Multi e Inter Disciplinario

Investigación Básica  Investigación Aplicada  Investigación Pedagógica  Innovación

**DEPARTAMENTO(S):**

1. Ingeniería Química

**LINEA(S) DE INVESTIGACIÓN:**

1. Recursos Orgánicos

**1 Proyecto de Investigación**

**Título:** Obtención de nanocelulosa a partir de celulosa purificada de residuos agrícolas.

**Resumen del proyecto**

El proyecto tiene como objetivo la obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de fuentes de celulosa, como, por ejemplo, puntas de abacá y raquis de palma africana. El primer paso consiste en la obtención de celulosa mediante procesos de pulpaje con hidróxido de sodio, para retirar la lignina y otros componentes indeseados. Posteriormente, se aislarán y purificarán las zonas cristalinas de la celulosa mediante hidrólisis ácida parcial con ácido sulfúrico 64% (w/w), durante 15, 30 y 60 minutos, obteniéndose así nanocelulosa. La suspensión resultante será sometida a tratamientos mecánicos como centrifugación y sonicación para aislar los nanocristales de celulosa.

Para la caracterización de los productos se emplearán las técnicas propuestas por Bolio et al (2011), Jiang, F., y Hsieh, Y. (2013) y Wang et al (2007); la celulosa purificada se caracterizará mediante técnicas de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Óptica, mientras que la nanocelulosa se caracterizará mediante las técnicas antes mencionadas y adicionalmente se utilizará Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Dispersión Dinámica de Luz (DLS) para la caracterización microestructural del tamaño de las partículas y su morfología, debido a que las dimensiones y el porcentaje de cristalinidad dependen del origen de la celulosa, y las condiciones de procesamiento [3][13][15].

**Palabras clave:** celulosa, nanocelulosa, hidrólisis ácida, residuos agrícolas.

034



<b>2</b>	<b>Objetivos, relevancia, productos y resultados esperados de esta propuesta de investigación</b>
	<b>2.1 Objetivos</b>
	<b>2.1.1 Objetivo General</b>
	<ul style="list-style-type: none"><li>• Obtener y caracterizar nanocelulosa a partir de celulosa extraída de residuos agrícolas.</li></ul>
	<b>2.1.2 Objetivos Específicos</b>
	<ul style="list-style-type: none"><li>a) Extraer y purificar celulosa a partir de residuos agrícolas.</li><li>b) Caracterizar la celulosa purificada mediante técnicas de Espectroscopía Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX), y Microscopía Óptica.</li><li>c) Determinar las condiciones más adecuadas de relación licor y tiempo para la obtención de nanocelulosa.</li><li>d) Caracterizar la nanocelulosa obtenida mediante técnicas de Espectroscopía Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), y Dispersión Dinámica de Luz (DLS).</li></ul>
	<b>2.2 Detalle de los resultados esperados</b>
	<ul style="list-style-type: none"><li>a) Celulosa purificada y caracterizada, libre de hemicelulosa, lignina e impurezas características de la celulosa natural.</li><li>b) Nanocelulosa aislada, purificada y caracterizada.</li><li>c) Parámetros más adecuados de procesamiento para la obtención de nanocelulosa.</li></ul>

<b>3</b>	<b>Relevancia de la propuesta de investigación y su relación con la(s) líneas de investigación</b>
	<p>En la realidad actual, ha emergido en gran manera la búsqueda de nuevos materiales, cuyas propiedades representen alguna característica de interés para su uso en todo tipo de industrias. Como en el caso de los plásticos, cuya connotación entra dentro de esta búsqueda, es frecuente que se deban crear estos materiales, cuya existencia no es natural mediante métodos sintéticos; algo que contrasta ciertamente con el concepto de biodegradabilidad, y consecuentemente con el cuidado ambiental.</p> <p>Caso especial es, sin embargo, el poder obtener un material especial a partir de uno natural. Muchos investigadores se han enfocado en usar el más abundante de todos, la celulosa natural, con el fin de conseguir uno, cuyas características sean tales que valga la pena su búsqueda y obtención, la llamada nanocelulosa [3][5].</p> <p>Ecuador, país eminentemente agrícola, produce ingentes cantidades de productos agrícolas. Según la Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (ESPAC) del año 2015, presentado por el INEC, 5.67 millones de hectáreas cultivadas contienen 26.15% de cultivos permanentes que generaron entre los principales: caña de azúcar, banano y palma africana, cuyas cifras en toneladas métricas para ese año fueron respectivamente: 10 106, 7 194 y 4 176 [11]. Tal producción conlleva, por lógica similar cantidad de residuos, sino mayor, que no pueden ser aprovechados como alimento (cáscara, semilla, ramas, raquis, entre otros más); y que requieren ser desechados de otras maneras, como la quema en hornos del bagazo que presenta muy poco rendimiento energético, o altos costos como la quema del raquis de palma africana.</p>



Una alternativa para estos residuos celulósicos es transformarse en nanocelulosa, material innovador y con características especiales de altas propiedades mecánicas, baja densidad, gran capacidad dieléctrica, entre otros, como lo refiere el Boletín abril-junio IIE 2016 del Instituto Nacional de Electricidad y Energías Limpias de México (INEEL) [5].

Varios países, incluidos algunos de nuestra región ya han hecho adelantos significativos en este ámbito: México, El Salvador, Brasil, entre otros, están en la lista de los que han presentado estudios sobre nanocelulosa, especialmente la obtenida de residuos de banano [3][9]. En Ecuador, se ha avanzado también en este campo con investigaciones que han llevado incluso a la solicitud de patentes por parte de Centros de Investigación Nacionales [4]. Este nuevo enfoque da relevancia a la presente investigación, siendo motivo de interés científico y académico de actualidad que puede proveer de valiosa información sobre la capacidad futura de producción de este material y sus posibles usos en diversas áreas de la industria.

#### 4 Productos esperados

- a. Publicaciones científicas (obligatorio);
- b. Disertación a la Comunidad Politécnica;
- c. Proyecto de Titulación;
- d. Tesis de Grado (maestría o doctorado);
- e. Aplicación tecnológica construida o implementada;
- f. Patente presentada;
- g. Perfil de proyecto de mayor impacto científico, técnico, pedagógico o de innovación.

#### 5 Descripción y metodología y diseño del proyecto

##### 5.1 Descripción, metodología y diseño del proyecto

##### Descripción

La presente investigación tiene como objetivo obtener nanocelulosa a partir de celulosa, que será extraída y purificada de una fuente agrícola. Con este fin, el proyecto se desarrollará, en forma general, como se muestra en la Figura 1.

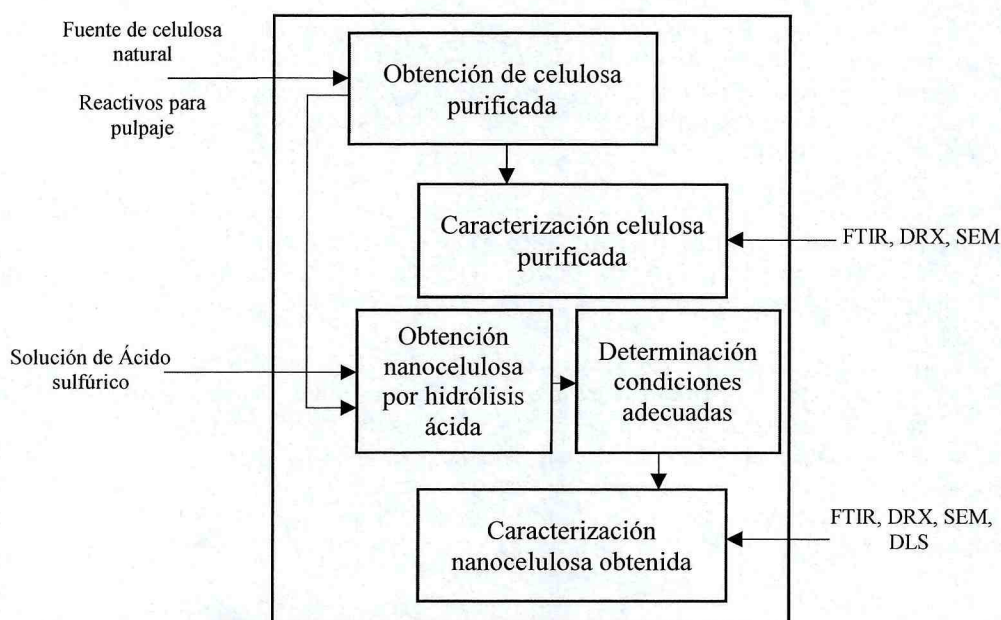
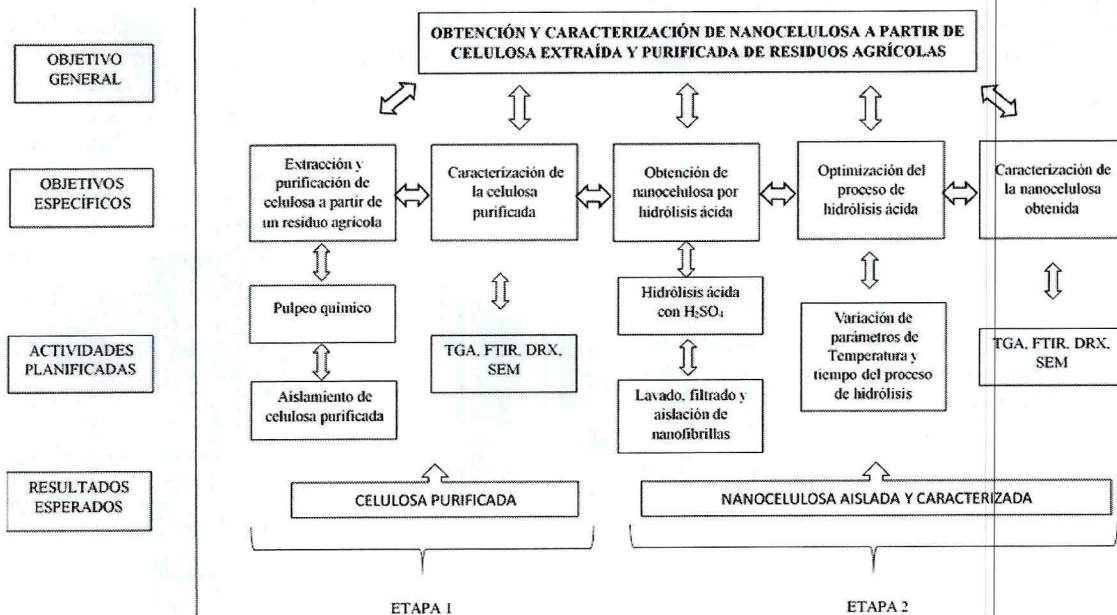


Figura 1.- Esquema general para la obtención de nanocelulosa a partir de una fuente de celulosa

BSL

**Metodología y diseño del proyecto**

De acuerdo a la Figura 1, cada etapa del proyecto propuesto perseguirá cumplir uno de los objetivos específicos señalados, generando un resultado parcial que será el insumo para la siguiente etapa. En forma esquemática, se propone el diseño mostrado en la Figura 2:



**Figura 2.-** Diseño propuesto para la obtención de nanocelulosa a partir de una fuente de celulosa

Como se indica en la Figura 2, se propone una investigación en dos etapas bien identificadas y con actividades específicas. Dichas actividades se llevarán a cabo tomando como base las experiencias de diversos investigadores:

**Etapas 1**

Previo al proceso de obtención de nanocelulosa, se requiere disponer de celulosa con la mayor pureza posible. Con este fin, se usará el método desarrollado por Alfaro, M. (2008), para la obtención de celulosa a partir de fibras de puntas de abacá. Dicho procedimiento consta del pulpaje de las fibras mediante su digestión con sosa (hidróxido de sodio NaOH) a una concentración de 30 g/L, con una relación de licor 1:5. El proceso a la sosa se realizará en un digestor giratorio a una temperatura de 140 °C por una hora [1]. Para la obtención de la celulosa se deberá realizar una selección y corte de la materia prima con el fin de lograr un tamaño homogéneo que facilite el pulpaje, la pulpa cruda obtenida se lavará con abundante agua para eliminar los residuos de lignina e NaOH [1].

Una vez obtenida la celulosa esta se caracterizará mediante técnicas de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR) y Difracción de Rayos X (DRX) que permitirán evaluar el grado de pureza y porcentaje de cristalinidad logrados [15]. En cuanto a la determinación de la composición química cuantitativa se utilizarán las normas TAPPI T17 m-55 y ASTM D1109-96 [10].

**Etapas 2**

La obtención de nanocelulosa consiste en la conversión de una unidad de gran tamaño (centímetros) a una de menor tamaño (nanométrico), por lo cual se realiza un aislamiento y purificación de las zonas cristalinas de la celulosa mediante hidrólisis ácida parcial con ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) para la disolución de las zonas amorfas (ruptura de los enlaces glucosídicos) liberando así los cristales individuales. Se usa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como agente hidrolizante ya que este permite obtener suspensiones coloidales más estables debido a la inserción de los grupos sulfato en la superficie de la nanocelulosa [6][7][14].

Para la de obtención de nanocelulosa se usará el método desarrollado por Jiang, F., y Hsieh, Y. (2013). El primer paso consiste en la adición de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con concentración de 64%(w/w), con una relación licor superior de 8,74 mL/g de fibra e inferior a 17,5 74 mL/g de fibra, esto realizará con agitación constante



durante 15, 30 y 60 minutos a una temperatura de 45°C [2][8][12][13]. Posteriormente se realizará un lavado hasta alcanzar un pH neutro [8][13], la suspensión resultante será sometida a tratamientos mecánicos como centrifugación y sonicación para aislar los nanocristales de celulosa [2][8][13]. Una vez realizado esto se filtrará el sobrenadante a través de papel filtro con un tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  [8][13].

La nanocelulosa obtenida se analizará a través de técnicas de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), y Dispersión Dinámica de Luz (DLS) para la caracterización microestructural del tamaño de las partículas, su morfología, composición química, y porcentaje de cristalinidad debido a que las dimensiones y el porcentaje de cristalinidad dependen del origen de la celulosa y las condiciones de procesamiento [3][13][15].

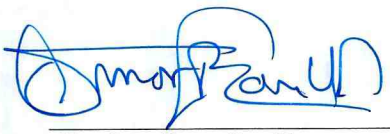
#### **Bibliografía:**

1. Alfaro, M. (2008). *Elaboración de cartón a partir de puntas de fibra de abacá para la industria del pañal* (Tesis previa a la obtención del título de ingeniero agroindustrial). Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
2. Beck, S., Roman, M., y Gray, D. (2005). Effect of Reaction Conditions on the Properties and Behavior of Wood Cellulose Nanocrystal Suspensions. *Biomacromolecules*, 6, 1048-1054
3. Bolio, G., Valadez, A., Veleza, L., y Andreeva A., (2011). Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: obtención y caracterización. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*. Vol 10(2), 290-299.
4. Carvajal, J. (2014). ¡Sé nano, sé gigante!. *Nuestra Ciencia*, (16), 3-6. Recuperado de [www.puce.edu.ec/documentos/ciencias-exactas/.../Revista-Nuestra-Ciencia-no-16.pdf](http://www.puce.edu.ec/documentos/ciencias-exactas/.../Revista-Nuestra-Ciencia-no-16.pdf)
5. Castro, C.F., Delgado, F.A. (2016). *La nanocelulosa: propiedades y aplicaciones*. Recuperado de [www.ineel.mx/boletin022016/divulga.pdf](http://www.ineel.mx/boletin022016/divulga.pdf) (Octubre, 2016)
6. Cintil, J., Lovely, M., y Sabu, T., (2013). Review of recent research in nanocellulose preparation from different lignocellulosic fibers. *Rev. Adv. Meter. Sci.* Vol. 37, 20-25.
7. Dufresne, A., (2013). Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. *ELSEVIER*, vol 16(6), 220-223.
8. Edgar, C., y Gray, D. (2003). Smooth model cellulose I surfaces from nanocrystal suspensions. *Cellulose* 10,299-306.
9. García, L., Bordallo, E., Dopico, D., y Cordero, D. (2013). Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar. *Red de revistas científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal*, vol 47(1), 58-62.
10. Guerra, S. (2011). *Optimización de un método químico para la extracción de la fibra de formio (Phormium tenax)* (Tesis previa a la obtención del título de ingeniero químico). Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
11. INEC. (2015). *Encuesta de superficie y producción agropecuaria continua*. Recuperado de <http://www.ecuadorencifras.gob.ec/wp-content/descargas/Presentaciones/PRESENTACION-Espac.pdf> (Octubre, 2016)
12. Ioelovich, M., (2012). Study of cellulose interaction with concentrated solutions of sulfuric acid. *ISRN Scholarly Research Network*, vol 2012, 1-3. Doi: 10.5402/2012/428974.
13. Jiang, F., y Hsieh, Y., (2013). Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures. *ELSEVIER*, vol 95, 32-40.
14. Lin, N., y Dufresne, A., (2014). Nanocellulose in biomedicine: Current status and future prospect. *ELSEVIER*, vol 59, 302-304.
15. Wang, B., Sain, M., y Oksman, K. (2007). Study of Structural Morphology of Hemp Fiber from the Micro to the Nanoscale. *Appl Compos Mater* 14:89-103. DOI 10.1007/s10443-006-9032-9.

BSN



6	<b>Tiempo de dedicación de docentes, infraestructura, equipos y fondos adicionales.</b>																																												
6.1 Tiempo máximo de dedicación semestral del Director del proyecto, de los docentes participantes y otros colaboradores.																																													
<table border="1"><thead><tr><th>Nombre</th><th>Rol (director o colaborador)</th><th>Horas de dedicación</th><th>Departamento</th></tr></thead><tbody><tr><td>Omar Bonilla</td><td>Director</td><td>12</td><td>Ing. Química</td></tr><tr><td>Luis Sinche</td><td>Colaborador</td><td>8</td><td>Ing. Química</td></tr><tr><td>Hilda Trujillo</td><td>Colaborador</td><td>8</td><td>Ing. Química</td></tr></tbody></table>		Nombre	Rol (director o colaborador)	Horas de dedicación	Departamento	Omar Bonilla	Director	12	Ing. Química	Luis Sinche	Colaborador	8	Ing. Química	Hilda Trujillo	Colaborador	8	Ing. Química																												
Nombre	Rol (director o colaborador)	Horas de dedicación	Departamento																																										
Omar Bonilla	Director	12	Ing. Química																																										
Luis Sinche	Colaborador	8	Ing. Química																																										
Hilda Trujillo	Colaborador	8	Ing. Química																																										
6.2 Infraestructura y equipos																																													
<table border="1"><thead><tr><th>Equipo</th><th>Facultad</th><th>Laboratorio</th><th>Disponibilidad</th></tr></thead><tbody><tr><td>Ultrasonido</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Ciencias Nucleares</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Microscopio electrónico de barrido</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Metalurgia extractiva</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Equipo de ensayos de dispersión dinámica de luz</td><td>Mecánica</td><td>Nuevos materiales</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Difractor de rayos X</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Metalurgia extractiva</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Microscopio Óptico</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Centro Textil Politécnico</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Equipo de FTIR</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>CIAP</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Digestor de pulpa y papel</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Pulpa y Papel</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Centrifugadora</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Centro Textil Politécnico</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Banco de soxhlet</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Operaciones Unitarias</td><td>Sí</td></tr><tr><td>Molino de Cuchillas</td><td>Química y Agroindustrial</td><td>Centro Textil Politécnico</td><td>Sí</td></tr></tbody></table>		Equipo	Facultad	Laboratorio	Disponibilidad	Ultrasonido	Química y Agroindustrial	Ciencias Nucleares	Sí	Microscopio electrónico de barrido	Química y Agroindustrial	Metalurgia extractiva	Sí	Equipo de ensayos de dispersión dinámica de luz	Mecánica	Nuevos materiales	Sí	Difractor de rayos X	Química y Agroindustrial	Metalurgia extractiva	Sí	Microscopio Óptico	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí	Equipo de FTIR	Química y Agroindustrial	CIAP	Sí	Digestor de pulpa y papel	Química y Agroindustrial	Pulpa y Papel	Sí	Centrifugadora	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí	Banco de soxhlet	Química y Agroindustrial	Operaciones Unitarias	Sí	Molino de Cuchillas	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí
Equipo	Facultad	Laboratorio	Disponibilidad																																										
Ultrasonido	Química y Agroindustrial	Ciencias Nucleares	Sí																																										
Microscopio electrónico de barrido	Química y Agroindustrial	Metalurgia extractiva	Sí																																										
Equipo de ensayos de dispersión dinámica de luz	Mecánica	Nuevos materiales	Sí																																										
Difractor de rayos X	Química y Agroindustrial	Metalurgia extractiva	Sí																																										
Microscopio Óptico	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí																																										
Equipo de FTIR	Química y Agroindustrial	CIAP	Sí																																										
Digestor de pulpa y papel	Química y Agroindustrial	Pulpa y Papel	Sí																																										
Centrifugadora	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí																																										
Banco de soxhlet	Química y Agroindustrial	Operaciones Unitarias	Sí																																										
Molino de Cuchillas	Química y Agroindustrial	Centro Textil Politécnico	Sí																																										
6.3 Breve justificación del equipo requerido																																													
- No se requieren equipos adicionales.																																													
6.4 Fondos Adicionales																																													
- Ninguno																																													

7	<b>Declaración del Director del Proyecto</b>
Declaro que la presente propuesta es de mi autoría y de los colaboradores mencionados y que no ha sido presentada en ninguna convocatoria de otra institución pública o privada solicitando el financiamiento total del proyecto.	
	
Nombre: Omar Bonilla CC: 1711500122	
Quito, 6 de marzo de 2017	



**DECLARACIÓN DEL JEFE DE DEPARTAMENTO**

Esta propuesta ha sido aprobada por el Consejo del Departamento de Ingeniería Química, en sesión del día 22-03-2017... mediante resolución No. 05-17... Las instalaciones, incluyendo personal, edificios, equipo y recursos financieros están a disposición del proponente y sus colaboradores de acuerdo con las especificaciones que se encuentran en esta propuesta.

Nombre: Lucía Montenegro  
CC: 1710235210

Quito, 27 de MARZO de 2016

## PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

### DATOS INFORMATIVOS

Proyecto Interno  Proyecto Semilla  Proyecto Junior  Proyecto Multi e Interdisciplinario

Título del proyecto:  
**OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DE CELULOSA PURIFICADA DE RESIDUOS AGRÍCOLAS**

Investigación básica  Investigación aplicada  Investigación pedagógica  Innovación   
**DEPARTAMENTO(S):**  
 1. INGENIERÍA QUÍMICA  
 2.  
**LÍNEA(S) DE INVESTIGACIÓN (verificable en el SAEW):**  
 1. RECURSOS ORGÁNICOS  
 2.

Resumen de información del director y colaboradores del proyecto		
Director		
Apellidos y nombres	Departamento	Título de mayor nivel (Ing., M.Sc., Ph.D)
BONILLA HIDALGO OMAR FERNANDO	INGENIERÍA QUÍMICA	M.Sc.
Colaborador(es)		
Apellidos y nombres	Departamento	Título de mayor nivel Ing., M.Sc., Ph.D)
SINCHE BARAHONA LUIS ALBERTO	INGENIERÍA QUÍMICA	M.Sc.
TRUJILLO ARÉVALO HILDA LUCÍA	INGENIERÍA QUÍMICA	M.Sc.