

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y  
AGROINDUSTRIA**

**OBTENCIÓN DE HIDROGELES DE NANOCELULOSA A PARTIR  
DE LA FIBRA DE ABACÁ**

**OBTENCIÓN DE HIDROGELES DE NANOCELULOSA A PARTIR  
DE LA FIBRA DE ABACÁ UTILIZANDO EL MÉTODO POR  
SUSPENSIÓN EN GLICEROL**

**TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR PRESENTADO COMO  
REQUISITO PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO  
AGROINDUSTRIAL**

**ÁLVARO SEBASTIAN SILVA ARROYO**

**alvaro.silva@epn.edu.ec**

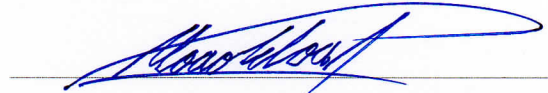
**DIRECTOR: OMAR FERNANDO BONILLA HIDALGO**

**omar.bonilla@epn.edu.ec**

**DMQ, marzo 2023**

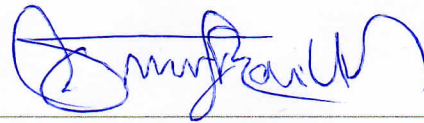
## CERTIFICACIONES

Yo, Álvaro Silva declaro que el trabajo de integración curricular aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.



**ÁLVARO SILVA**

Certifico que el presente trabajo de integración curricular fue desarrollado por Álvaro Silva, bajo mi supervisión.



**ING. OMAR BONILLA**

## **DECLARACIÓN DE AUTORÍA**

A través de la presente declaración, afirmamos que el trabajo de integración curricular aquí descrito, así como los productos resultantes del mismo, son públicos y estarán a disposición de la comunidad a través del repositorio institucional de la Escuela Politécnica Nacional; sin embargo, la titularidad de los derechos patrimoniales nos corresponde a los autores que hemos contribuido en el desarrollo del presente trabajo; observando para el efecto las disposiciones establecidas por el órgano competente en propiedad intelectual, la normativa interna y demás normas.

ÁLVARO SILVA

ING. OMAR BONILLA

## DEDICATORIA

A mis padres Freddy y Ruth que con amor y sacrificio supieron motivarme para seguir adelante.

A mi hermana Carolina por ser mi compañía y mi apoyo durante toda mi carrera.

A mis sobrinos Sebastián y Daniel por acompañarme mientras realizaba mi TIC.

A mis mejores amigos Erick, José, Carlos, Jessy, Sonia y Bryan por estar conmigo en las buenas y en las malas.

A mi familia en general por darme ánimos durante toda mi carrera.

A mis compañeros Giuseppe, Lizbeth, Indira, David, Karina, Erick, Raúl, Karen, Francisco, Enderson, Osvaldo, Nicole, Gaby, Byron y Darío y futuros colegas por hacer que el estudio en la universidad sea más divertido y significativo.

A mis amigos Melisa, Ruby, Jesús, Matías, Ariel, Cristopher, Diego, Oscar, Camila, Mishell, Fernando y Gina por ayudarme a quitar el estrés con salidas increíbles.

A mis profesores, quienes nos han orientado y corregido en las dificultades que se han presentado.

Y a mi Dios por darme la vida, salud y sabiduría para poder graduarme.

## **AGRADECIMIENTO**

Con cariño y amor a mis queridos padres Freddy y Ruth, gracias por todo ya que sin su guía no habría conseguido concluir mi carrera y ser alguien en la vida.

A mi hermana Carolita por ser mi compañera y apoyarme en todas las decisiones que he tomado.

A mi ñaño Edgar que siempre me ha aconsejado para hacer lo correcto.

A los ingenieros Omar Bonilla, Cristina Riofrio y Vanessa Sánchez por apoyarme durante mi desarrollo de TIC.

## ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIONES .....	I
DECLARACIÓN DE AUTORÍA .....	II
DEDICATORIA .....	IIII
AGRADECIMIENTO .....	IIV
ÍNDICE DE CONTENIDO .....	V
ÍNDICE DE FIGURAS.....	VII
ÍNDICE DE TABLAS.....	VIII
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	IX
NOMENCLATURA.....	X
RESUMEN.....	XI
ABSTRACT.....	XII
1 INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 Objetivo general.....	1
1.2 Objetivos específicos .....	1
1.3 Alcance.....	2
1.4 Marco teórico.....	2
1.4.1 El Abacá.....	2
1.4.2 Celulosa y Nanocelulosa.....	3
1.4.3 Glicerol.....	5
1.4.4 Hidrogeles.....	6
1.4.5 Prueba de tubo invertido e Hinchamiento de hidrogeles.....	8
2 METODOLOGÍA.....	10
2.1 Obtención de Celulosa y Nanocelulosa.....	10
2.1.1 Obtención de Celulosa.....	10
2.1.2 Obtención de Nanocelulosa.....	12
2.2 Preparación de hidrogeles.....	14
2.2.1 Concentración de la solución de nanocelulosa.....	14
2.2.2 Formación del hidrogel.....	15
2.3 Caracterización de hidrogeles.....	16

2.3.1	Prueba del tubo invertido.....	16
2.3.2	Prueba de hinchamiento.....	16
3	RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	17
3.1	Resultados.....	17
3.1.1	Pérdida de peso de hidrogeles en el secado.....	17
3.1.2	Pérdida de humedad de hidrogeles en el secado.....	19
3.1.3	Composición de hidrogeles formados.....	20
3.1.4	Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles.....	23
3.2	Conclusiones.....	25
3.3	Recomendaciones .....	26
4	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	29
5	ANEXOS.....	29
5.1	ANEXO I Ejemplo de cálculo de porcentaje de hinchamiento.....	29
5.2	ANEXO II Gráficos de los hidrogeles duplicados (secos a 70°C).....	29
5.3	ANEXO III Gráficos de los hidrogeles duplicados (secos a 70°C).....	31

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.1</b> Estructura de la fibra de abacá.....	3
<b>Figura 1.2</b> Estructura química de la celulosa.....	4
<b>Figura 1.3</b> Región cristalina y amorfa de la celulosa.....	4
<b>Figura 1.4</b> Cristales de Nanocelulosa en imagen TEM.....	5
<b>Figura 1.5</b> Formula de la estructura de glicerol.....	6
<b>Figura 1.6</b> Estructura de un hidrogel formado de manera química.....	6
<b>Figura 1.7</b> Enlaces formados entre CNC y glicerol de un hidrogel.....	8
<b>Figura 1.8</b> Esquema del agua contenida en un hidrogel.....	9
<b>Figura 1.9</b> Hinchamiento en un hidrogel .....	10
<b>Figura 2.1</b> Diagrama de obtención de celulosa.....	11
<b>Figura 2.2</b> Fibra de abacá y Celulosa obtenida de la fibra de abacá.....	12
<b>Figura 2.3</b> Diagrama de obtención de nanocelulosa.....	14
<b>Figura 2.4</b> Solución de nanocelulosa (color café castaño) .....	14
<b>Figura 2.5</b> Formación de hidrogeles.....	16
<b>Figura 2.6</b> Prueba de tubo invertido.....	16
<b>Figura 2.7</b> Prueba de hinchamiento.....	17
<b>Figura 3.1</b> Cambio de color en la formación de hidrogeles.....	22
<b>Figura 3.2</b> Fisura del hidrogel en el secado a 90°C.....	22



## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.1</b> Aplicaciones de los hidrogeles.....	7
<b>Tabla 2.1</b> Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la obtención de celulosa.....	10
<b>Tabla 2.2</b> Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la obtención de nanocelulosa...	12
<b>Tabla 2.3</b> Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la concentración de la solución de nanocelulosa.....	14
<b>Tabla 2.4</b> Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la formación del hidrogel.....	15
<b>Tabla 2.5</b> Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la prueba de hinchamiento.....	16
<b>Tabla 3.1</b> Composición porcentual antes y después de la formación de hidrogeles secados a 70°C.....	21
<b>Tabla 3.2</b> Composición porcentual antes y después de la formación de hidrogeles secados a 90°C.....	21

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfica 3.1</b> Descenso del peso en los hidrogeles por evaporación de agua a 70°C con respecto al tiempo.....	18
<b>Gráfica 3.2</b> Descenso del peso en los hidrogeles por evaporación de agua a 90°C con respecto al tiempo.....	18
<b>Gráfica 3.3</b> Pérdida de agua expresada en porcentaje de humedad durante el secado a 70°C con respecto al tiempo.....	19
<b>Gráfica 3.4</b> Pérdida de agua expresada en porcentaje de humedad durante el secado a 90°C con respecto al tiempo.....	20
<b>Gráfica 3.5</b> Variación del peso de los hidrogeles secos a 70°C en el proceso de hinchamiento con respecto al tiempo.....	23
<b>Gráfica 3.6</b> Variación del peso de los hidrogeles secos a 90°C en el proceso de hinchamiento con respecto al tiempo.....	23
<b>Gráfica 3.7</b> Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles secos a 70°C.....	24
<b>Gráfica 3.8</b> Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles secos a 90°C.....	24

## **NOMENCLATURA**

**N3.1** Muestra 1 de hidrogel al 3% de CNC.

**N3.2** Muestra 2 de hidrogel al 3% de CNC.

**N4.1** Muestra 1 de hidrogel al 4% de CNC.

**N4.2** Muestra 2 de hidrogel al 4% de CNC.

**N5.1** Muestra 1 de hidrogel al 5% de CNC.

**N5.2** Muestra 2 de hidrogel al 5% de CNC.

**N6.1** Muestra 1 de hidrogel al 6% de CNC.

**N6.2** Muestra 2 de hidrogel al 6% de CNC.

## RESUMEN

El abacá es una planta que contiene un 70% de celulosa por lo cual es ideal en la obtención de cristales de nanocelulosa (CNC), que tienen varias aplicaciones por ser biodegradables y con altas propiedades mecánicas que superan a la cabuya, totora, ceibo, entre otras fibras extraídas en Ecuador. Como ejemplo está la formación de hidrogeles, donde la combinación de nanocelulosa con otros compuestos en medios orgánicos promueve la agregación de estos, dando estabilidad en su estructura, permitiendo tener la formación de hidrogeles densos y posteriormente una mejor absorción de agua. En este trabajo se presenta la elaboración de hidrogeles de nanocelulosa por el método por suspensión en glicerol. Se inició con la obtención de celulosa por medio de pulpaje por digestión con NaOH concentrada, seguido de la obtención de cristales de nanocelulosa por medio de hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 64% (p/p) los cuales pasaron entonces por un proceso de lavado, aislado y filtrado. La solución con CNC en suspensión se concentró a valores de 3%,4%,5% y 6% en peso, para la posterior mezcla con glicerina en relación 2:1 en peso. Dichas mezclas se sometieron a un proceso de secado en estufa para provocar la gelación mediante dos temperaturas 70°C y 90 °C durante 26 horas. Se verificó la formación de hidrogeles con la prueba de tubo invertido y se caracterizó mediante la prueba de hinchamiento. Se obtuvo mayoritariamente hidrogeles formados por proceso de secado a 90°C, los cuales presentan mejor absorción de agua mediante la prueba de hinchamiento. A medida que se dio el aumento de la concentración de CNC, la estabilidad estructural formada permite tener una mayor resistencia a la ruptura.

**PALABRAS CLAVE:** Nanocelulosa, Hidrogeles, Suspensión en glicerol, porcentaje de hinchamiento.

## ABSTRACT

Abaca is a plant that contains 70% cellulose, so it is ideal in obtaining nanocellulose crystals (CNC), which have several applications because they are biodegradable and with high mechanical properties that exceed cabuya, totora, ceibo, among other fibers extracted in Ecuador. As an example, is the formation of hydrogels, where the combination of nanocellulose with other compounds in organic media promotes the aggregation of these, giving stability in its structure, allowing the formation of dense hydrogels and subsequently a better absorption of water. This paper presents the production of nanocellulose hydrogels by the method of glycerol suspension. It began with the production of cellulose by means of pulping by digestion with concentrated NaOH, followed by the obtaining of nanocellulose crystals by means of acid hydrolysis with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 64% (p/p) which then went through a washing process, isolated, and filtered. The solution with CNC in suspension was concentrated at values of 3%.4%.5% and 6% by weight, for the subsequent mixture with glycerin in relation to 2:1 by weight. Said mixtures were subjected to a drying process in an oven to cause gelation by means of two temperatures 70°C and 90 °C for 26 hours. The formation of hydrogels was verified with the inverted tube test and characterized by the swelling test. Mostly hydrogels formed by drying process at 90°C were obtained, which present better water absorption by swelling test. As the CNC concentration increased, the structural stability formed allows for greater resistance to rupture.

**KEYWORDS:** Nanocellulose, Hydrogels, Glycerol suspension, swelling percentage.

# **1 DESCRIPCIÓN DEL COMPONENTE DESARROLLADO**

En la actualidad, el desarrollo de nuevos materiales a partir de fuentes naturales es de gran importancia en la ciencia y la vida humana. Por ello la investigación sobre la nanocelulosa ha llegado a tener interés debido a las diferentes aplicaciones en la rama de la medicina, agricultura y bioingeniería, además de sus propiedades mecánicas que permiten usarlas como partículas de refuerzo en matrices poliméricas. El Ecuador, segundo productor mundial de abacá, provee de fibra con un gran contenido de celulosa (70%) el cual puede ser aprovechado para la producción de nanocelulosa como materia prima. Una alternativa para el uso de nanocelulosa es la obtención de hidrogeles, los cuales tienen una gran aplicación en la medicina como material para retener fármacos y que sean expulsados de forma controlada, o también en la agricultura para la aplicación de fertilizantes a los cultivos. La finalidad del presente trabajo es obtener hidrogeles con el uso de suspensiones de nanocelulosa en agua a diferentes concentraciones mezcladas con glicerol como agente reticulante e higroscópico. Adicionalmente se realiza una caracterización de los hidrogeles obtenidos para evaluar su capacidad de absorción de agua y se discute las posibles aplicaciones (Ehman, 2019) (Herrera, Sinche, & Bonilla, 2018).

## **1.1 Objetivo general**

Obtener hidrogeles de nanocelulosa a partir del abacá usando el método por suspensión en glicerol.

## **1.2 Objetivos específicos**

1. Determinar la temperatura de secado que produce una mejor gelificación y formación de hidrogeles en un tiempo determinado.
2. Caracterizar los hidrogeles obtenidos con la técnica de hinchamiento.

## 1.3 Alcance

La elaboración de hidrogel a partir del abacá se realizó en las instalaciones de la Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria (FIQA) de la Escuela Politécnica Nacional, utilizando como materia prima fibra de abacá. Como primer paso se obtendrá celulosa purificada, seguido de la obtención de cristales de nanocelulosa en solución, a partir de las cuales se prepararán soluciones con diferentes concentraciones de CNC, 3%, 4%, 5% y 6% en peso, para posteriormente preparar una mezcla de la solución con glicerina en relación 2:1 con respecto a su peso, seguido de un secado en estufa por 26 horas. La gelificación se produjo por la evaporación de agua en la estufa a dos temperaturas, 70°C y 90°C. El grado de entrecruzamiento de nanocelulosa de abacá en glicerol es un parámetro que influye sobre las propiedades de hinchamiento y porosidad de un hidrogel, por lo que se determinó el valor de esta propiedad por medio de una prueba de hinchamiento, donde los hidrogeles obtenidos fueron expuestos a una deshidratación máxima, pesados y entonces se añadió agua destilada y se determinó el grado de hinchamiento utilizando método gravimétrico. Este método permitió definir el porcentaje de agua absorbida hasta la saturación del hidrogel.

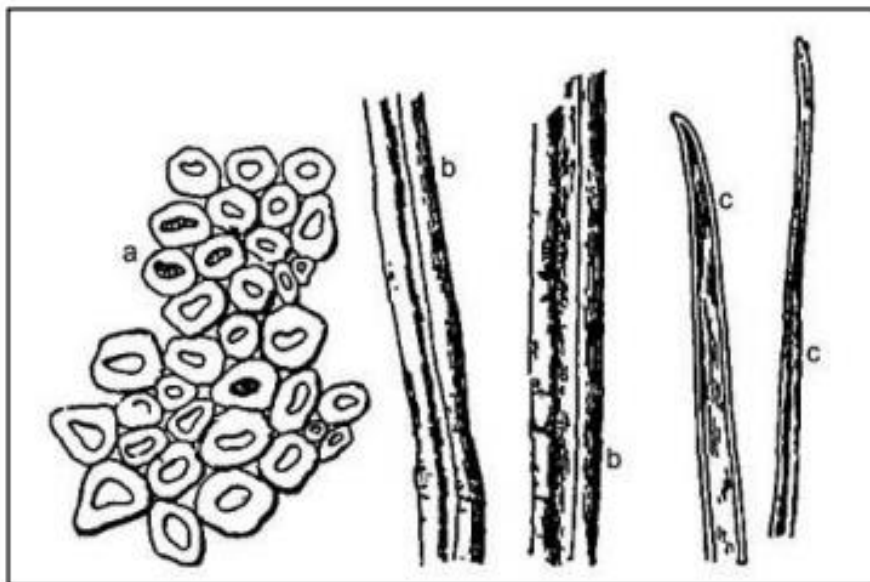
## 1.4 Marco teórico

### 1.4.1 El Abacá

El abacá es una planta originaria de Filipinas que empezó a sembrarse en el Ecuador en el año 1960, su desarrollo en el país se presentó por las condiciones climáticas que proporcionaron un crecimiento adecuado de las plantas. Su nombre Científico es *Musa textiles*, es conocida como familia del plátano y llega a medir hasta 7 metros. La producción de la planta es motivada por la extracción de su fibra, mientras que sus frutos no son comestibles. La temperatura óptima de crecimiento es 22-28°C en climas tropicales. Se considera una planta de gran importancia por su fibra natural que tiene gran resistencia y su alto contenido de celulosa (Torres, 2021).

En el Ecuador se cultivan tres tipos de variedades, las cuales son: Bungalanon, una variedad precoz que no tiene gran desarrollo, con tallos delgados de base color café, esta especie proporciona fibras color blancas y suaves; Tangongon, es más grande que Bungalanon, pero produce una fibra más resistente y presenta una reproducción por hijuelos limitada; Manguindanao, es una variedad que genera fibras de colores rojo y verde que tienen mayor valor (Chang & Montero, 2015)

Para la obtención de la fibra de abacá primero se deshoja y se cortan los tallos de la planta, seguido del tuxeado donde se separan las vainas del tallo denominados tuxies, los cuales se transportan y se agrupan para pasar a la desfibradora, la cual tiene la finalidad de quitar el material fibroso para después realizar un secado al aire libre y obtener la fibra como producto final. La fibra tiene su sección transversal (Figura 1.1) ovalada con lumen en su centro, esta fibra no presenta convoluciones, por que posee la característica de tener un alto lustre, las fibras son largas y con diámetro de 10-25  $\mu\text{m}$ , su densidad es de 1,5 g/mL y la absorción de humedad es alrededor de 9,5%. Es un material rígido, presenta un módulo de Young de 72GPa y su resistencia a la tracción está 600 y 900 MPa(Lewin, 2007).



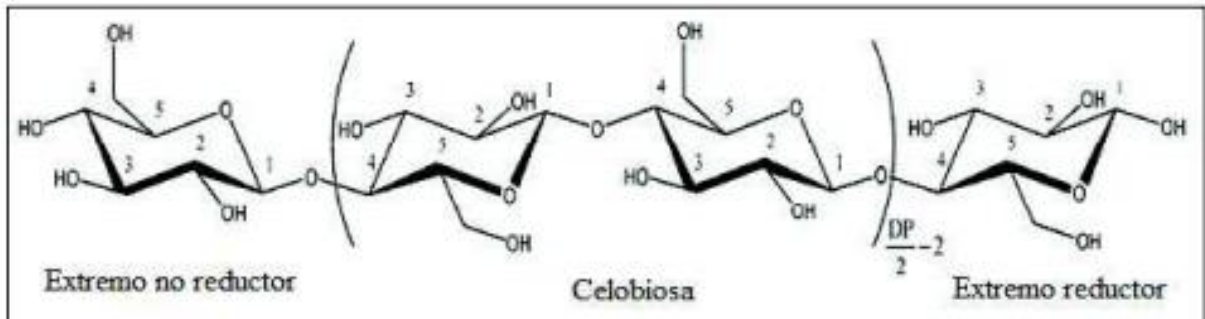
**Figura 1.1** Estructura de la fibra de abacá (Lewin, 2007).

#### 1.4.2 Celulosa y Nanocelulosa

La celulosa se considera un material renovable y biodegradable, el cual se encuentra en gran abundancia en el planeta, proviene de plantas y en cantidades pequeñas en las algas y hongos. Se dio a conocer en el año 1838 por Anselme Payen, un químico que la aisló por primera vez extrayéndola de la materia vegetal. La celulosa compone un 33% en las plantas, además de tener interacciones con otras sustancias como la lignina, hemicelulosa, pectina y ceras. La fórmula molecular está representada como  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$  la cual se repite formando cadenas lineales y largas, está formado por moléculas  $\beta$ -D-glucosa las cuales están unidas mediante enlaces  $\beta$  1-4 con rotaciones de  $180^\circ$  con respecto a la anterior, como se muestra en la Figura 1.2 (Habibi, Lucia, & Rojas, 2010) (Castro & Delgado, 2016) (Cintil, Lovely, & Sabu, 2013) (Visakh & Thomas, 2010).

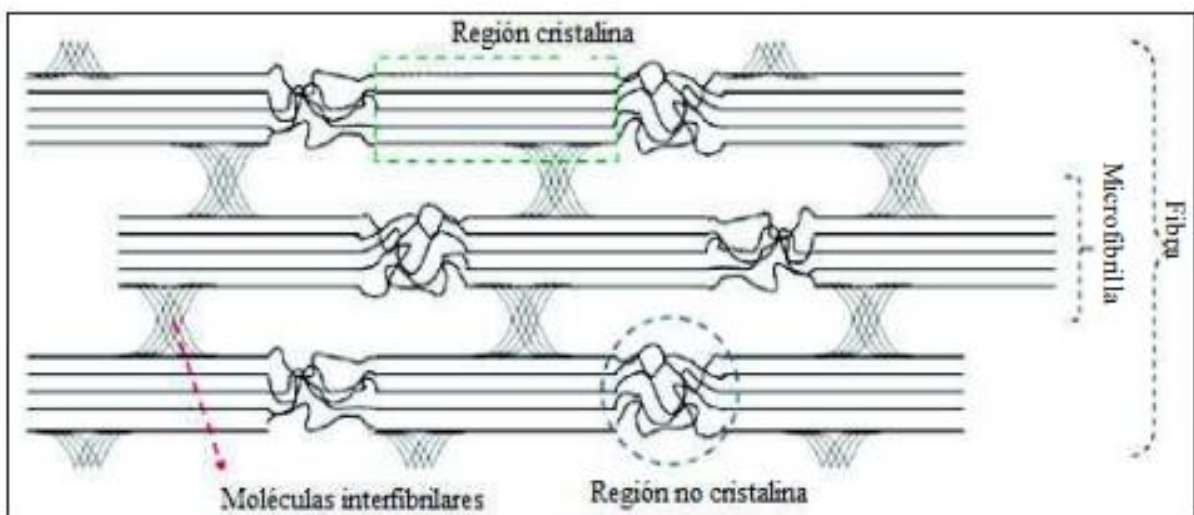


La celulosa se la puede obtener al quitar la lignina y otros componentes de la fibra vegetal, para este proceso se puede emplear álcalis o ácidos, pero el método más utilizado es el proceso a la sosa, donde las fibras están expuestas a 140-170°C en una disolución de NaOH de 4-6% en relación con la cantidad de licor utilizada. (Herrera, Sinche, & Bonilla, 2018)



**Figura 1.2** Estructura química de la celulosa (Habibi, Lucia, & Rojas, 2010).

La celulosa, al estar conformada por enlaces de hidrogeno, puede formar fibrillas que presentan estructuras cristalinas y ordenadas con mayor estabilidad, pero también presentan regiones amorfas como se muestra en la Figura 1.3. Las zonas cristalinas de la celulosa presentan alta resistencia en la penetración de reactivos o disolventes, lo que les da un carácter insoluble frente a disolventes orgánicos como el agua y álcalis fuertes a temperaturas bajas, al contrario, las zonas desordenadas sí se ven afectadas. La celulosa se considera hidrofílica debido la presencia de grupos hidroxilo en su cadena. (Bolio, Valadez, Veleza, & Andreeva, 2011) (Borjesson & Westman, 2015) (Habibi, Lucia, & Rojas, 2010)



**Figura 1.3** Región cristalina y amorfa de la celulosa (Borjesson & Westman, 2015).

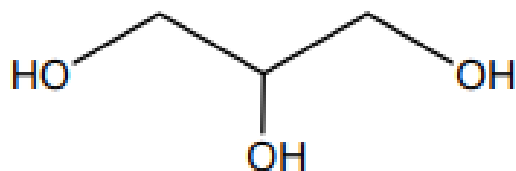
Uno de los métodos más comunes para la obtención de nanocelulosa es por hidrólisis ácida la cual consiste en la disolución de la zona amorfa dejando las zonas cristalinas de la celulosa, esto ocurre debido a que los enlaces glucosídicos, grupos reductores y superficies se hidrolizan por la protonación de oxígeno. Es por esto por lo que la nanocelulosa presenta gran rigidez y buenas propiedades mecánicas como baja densidad, capacidad dieléctrica alta y se pueden obtener cristales de nanocelulosa (CNC) los cuales tienen espesores que van desde 5 a 50 nm y longitudes de 100 a 500 nm, con formas de barras muy similares a los granos de arroz, como se muestra en la Figura 1.4 (Herrera, Sinche, & Bonilla, 2018).



**Figura 1.4** Cristales de Nanocelulosa en imagen TEM (Habibi, Lucia, & Rojas, 2010).

### 1.4.3 Glicerol

El glicerol, con fórmula ( $C_3H_8O_3$ ) es conocido también como glicerina, 1,2,3-propanotriol, o 1,2,3-trihidroxipropano, el cual es un alcohol con tres grupos (-OH) como se muestra en la Figura 1.5, por lo que se trata de un polialcohol. Su presentación es líquida y viscosa (1,5 Pa.s) y además presenta un sabor ligeramente dulce. Es un material higroscópico debido a los grupos hidroxilo que posee y se disuelve en agua, alcoholes y disolventes orgánicos. Su densidad es de  $1.261 \text{ g/cm}^3$ , con un punto de fusión de  $18.2^\circ\text{C}$  y ebullición de  $290^\circ\text{C}$ . (Lafuente, 2017).

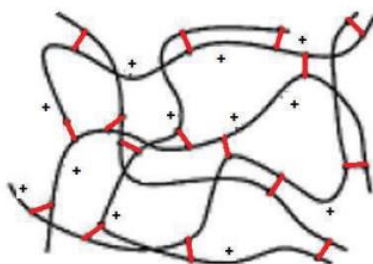


**Figura 1.5** Formula de la estructura de glicerol (Lafuente, 2017).

El glicerol fue aislado por primera vez en 1779 por el químico Carl Wilhelm Scheele y se le dio usos como jabón en la mezcla de grasa y ceniza, sin embargo, Pasteur en 1857 demostró que el glicerol se podía obtener por fermentación alcohólica de azúcares y en 1949 se dio la producción de glicerol por saponificación de grasas. En general el glicerol tiene una amplia relación con productos de cuidado personal debido a que forma parte del tratamiento de la piel y cabello, uso de enjuagues bucales o pastas de dientes y cremas de afeitado debido a su acción humectante, emoliente, disolvente y lubricante (Lafuente, 2017).

#### 1.4.4 Hidrogeles

Los hidrogeles son composiciones de polímeros hidrófilos los cuales contienen enlaces débiles y covalentes en las cadenas que los conforman, estos pueden ser de origen natural como colágeno, fibrina y quitosán o sintético como ácido poliacrílico y óxidos de polietileno. Los hidrogeles tienen la capacidad de absorber líquido hasta su saturación, sin presentar solubilidad en ellos, gracias a esta cualidad son utilizados para liberar dicho líquido en el medio en el que se encuentra, por lo que se les ha dado una amplia aplicación en la medicina, farmacia, agricultura y bioingeniería. La estructura de un hidrogel se puede formar de manera química por la formación de enlaces entre las cadenas que lo conforman como en la Figura 1.6 o física mediante interacciones no covalentes, electrostáticas y dipolo-dipolo (Pavón, 2015).



**Figura 1.6** Estructura de un hidrogel formado de manera química (Ávila, 2015).

Los hidrogeles se dieron a conocer en el año 1959 cuando se sintetizó el primer lente de contacto a partir de un hidrogel desarrollado por Otto Wichterle y Drahoslav Lim. Son materiales de consistencia suave, elástica y estructura porosa que forman una red tridimensional mediante moléculas gelificantes que se ordenan de manera continua, adquieren un comportamiento como sólido y deben tener la capacidad de absorber agua en un 10% mayor a su peso seco y cuando supera el 1000% de su peso se los considera hidrogeles superabsorbentes (Pavón, 2015).

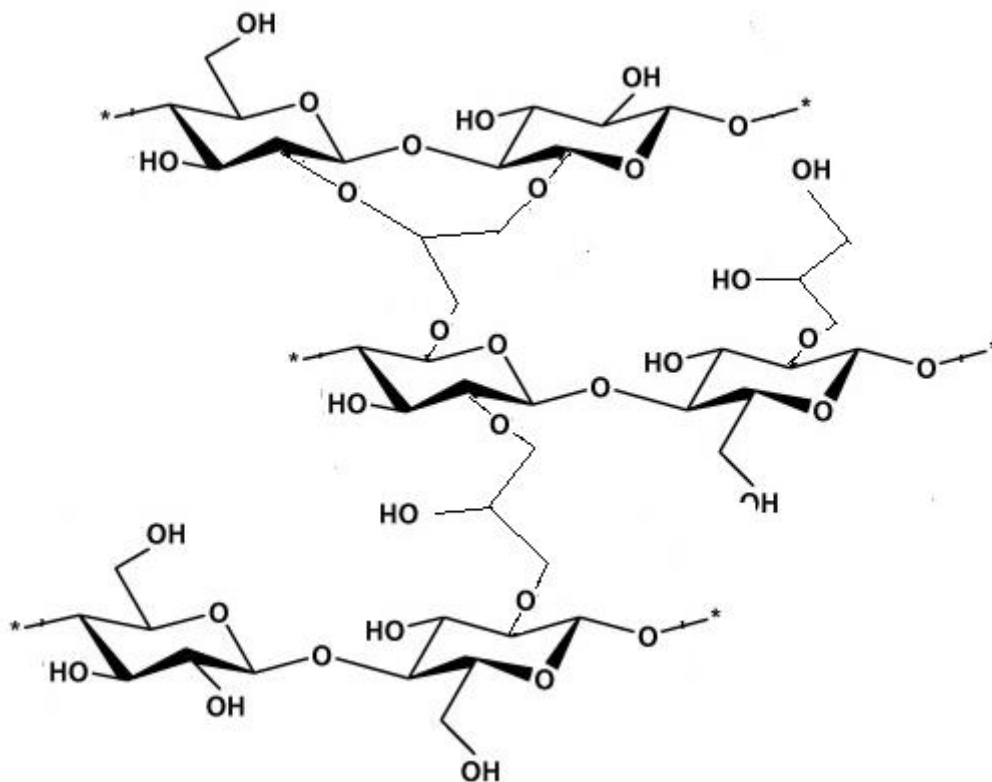
**Tabla 1.1** Aplicaciones de los hidrogeles.

<b>Aplicación</b>	<b>Polímero usado</b>
Cuidado de heridas	Polivinilpirrolidona Polietilenglicol y agar Xantan y metil celulosa
Encapsulamiento de fármacos	Polivinilpirrolidona, Almidón y Polivinilpirrolidona, Poliácido acrílico
Materiales dentales	Hidrocolooides (gomas Ghatti, karaya y kerensis)
Ingeniería de tejidos, implantes	Polivinil alcohol y poliácido acrílico Colágeno
Cosméticos, farmacia	Almidón Goma arábica Pectina, xantan, carragenano, goma de guar, goma de algarrobo, quitina y quitosano
Agricultura, tratamiento de efluentes, separación	Almidón Xantan, polivinil alcohol Poli (N-isopropil acrilamida)

(Pavón, 2015)

En un hidrogel de nanocelulosa es importante la estabilidad de los CNC en suspensión, dicha estabilidad depende de la carga superficial de los cristales individualmente y la fuerza iónica de la solución. Por la carga negativa existente entre CNC, se produce repulsión electrostática entre moléculas dándoles estabilidad en la suspensión. Por lo tanto, para la correcta preparación de hidrogeles de CNC se pueden considerar dos condiciones: el aumento de la fuerza iónica o la disminución de carga en la superficie de CNC individuales. Ambas promueven la estabilidad coloidal y se produce una gelificación. Si se produce un aumento de la concentración de CNC en la suspensión, la gelificación del hidrogel mejora, debido a que disminuye la distancia entre doble capa electrostática entre los CNC (Lev, Maziar, Savvas, Wadood, & Maclachlan, 2016).

Conforme a lo anterior, para una adecuada formación del hidrogel, debe existir la disminución de los grupos sulfato en la superficie de CNC. Esto promueve una mejor agregación y gelificación mediante disminución de la estabilización electrostática. Por ello, en algunos procesos de formación de hidrogeles se lleva a cabo el proceso de desulfatación de CNC obtenidos por hidrólisis ácida, solvólisis y el uso de disolventes como etanol y acetona. La mezcla entre CNC y glicerol no forma un hidrogel estable, pero si se mezcla una suspensión acuosa de CNC en forma de ácido con glicerol y se elimina el exceso de agua mediante evaporación, se puede preparar hidrogeles tixotrópicos estables; donde existe la formación de enlaces entre los CNC y glicerol, como se muestra en la Figura 1.7 (Dorris & Gray, 2012).



**Figura 1.7** Enlaces formados entre CNC y glicerol de un hidrogel.

#### 1.4.5 Prueba de tuvo invertido e Hinchamiento de Hidrogeles

La prueba de tuvo invertido consiste en la confirmación de la formación del hidrogel, por lo cual se realiza el volteo del envase donde se lo preparó y debido a su adherencia en el envase no debe caerse e igualmente por su estructura intermolecular formada por enlaces, no debe presentar deformaciones que ocasionen la destrucción de este (Dorris & Gray, 2012).

La caracterización de un hidrogel es un parámetro importante ya que de esto depende la aplicación que requiera. Entre las propiedades que se deben conocer en un hidrogel está la capacidad de liberar un líquido, por lo que se debe determinar la cinética de difusión, así como el hinchamiento, porosidad y resistencia, que dependen del entrecruzamiento de cadenas en la estructura intermolecular. La prueba de hinchamiento es de gran importancia ya que un hidrogel hinchado propone que su fracción de agua es mayor que la fracción másica del polímero que lo conforma, este proceso provoca el movimiento de los segmentos que están presentes en la separación entre cadenas, los cuales tienen un incremento debido a la absorción del solvente (Ávila, 2015).

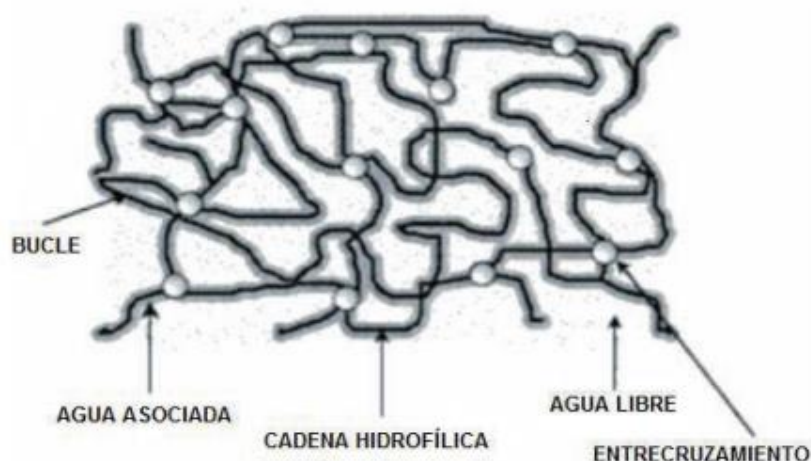
El porcentaje de hinchamiento en un hidrogel se determina según la siguiente ecuación:

$$\%H = \frac{W_h - W_s}{W_h} * 100 \quad (\text{Ecuación 1.1})$$

Donde  $W_h$  corresponde al peso del hidrogel hinchado en un tiempo  $t$ ,  $W_s$  es el peso del xerogel en tiempo inicial (Sánchez, 2017).

Se conoce como xerogel a un hidrogel seco sin contenido de agua llegando a un punto de carbonización (Moreno, y otros, 2012).

Un hidrogel se hidrata cuando las moléculas polares del soluto y disolvente se asocian en la estructura, las moléculas de agua interactúan con los grupos de carácter hidrofílico menor, a esta agua se la conoce como agua asociada. También existen fuerzas osmóticas, las cuales facilitan la penetración de agua, la cual es conocida como agua libre. El hinchamiento en un hidrogel finaliza cuando se encuentra en equilibrio la fuerza de retracción generada por los enlaces intermoleculares y la fuerza osmótica (Ávila, 2015).



**Figura 1.8** Esquema del agua contenida en un hidrogel (Arias, Ángeles, Fernandez, José, & Lorente, 2004).

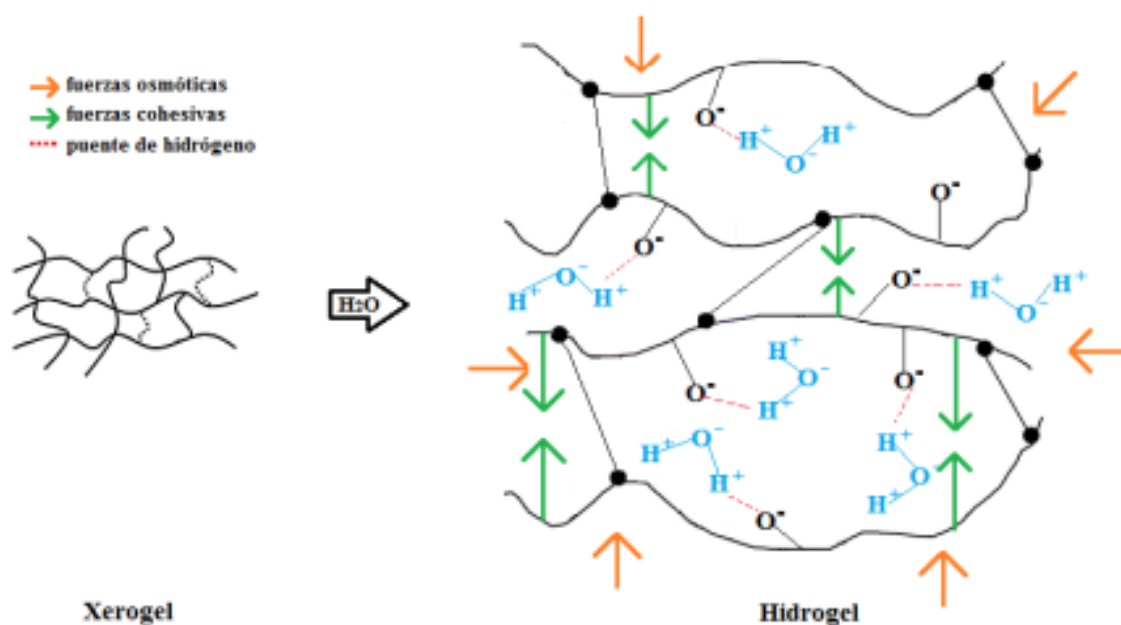


Figura 1.9 Hinchamiento en un hidrogel (Pavón, 2015).

## 2 METODOLOGÍA

### 2.1 Obtención de celulosa y Nanocelulosa

#### 2.1.1 Obtención de celulosa

Para la obtención de celulosa se empleó lo siguiente:

Tabla 2.1 Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la obtención de celulosa.

Materiales	Marca	Capacidad o Precisión
Tijeras de poda	Gardena	-
Fibra de abacá	Grado 4, donada por la Corporación de Abacaleros del Ecuador (CADE)	-
Reactivos	Marca	Pureza
Hidróxido de sodio	Panreac	97%
Equipos	Marca	Capacidad o precisión
Reactor giratorio	SKF	2.5 L
Balanza	KERN	Capacidad: 4000g Apreciación: 0.1g

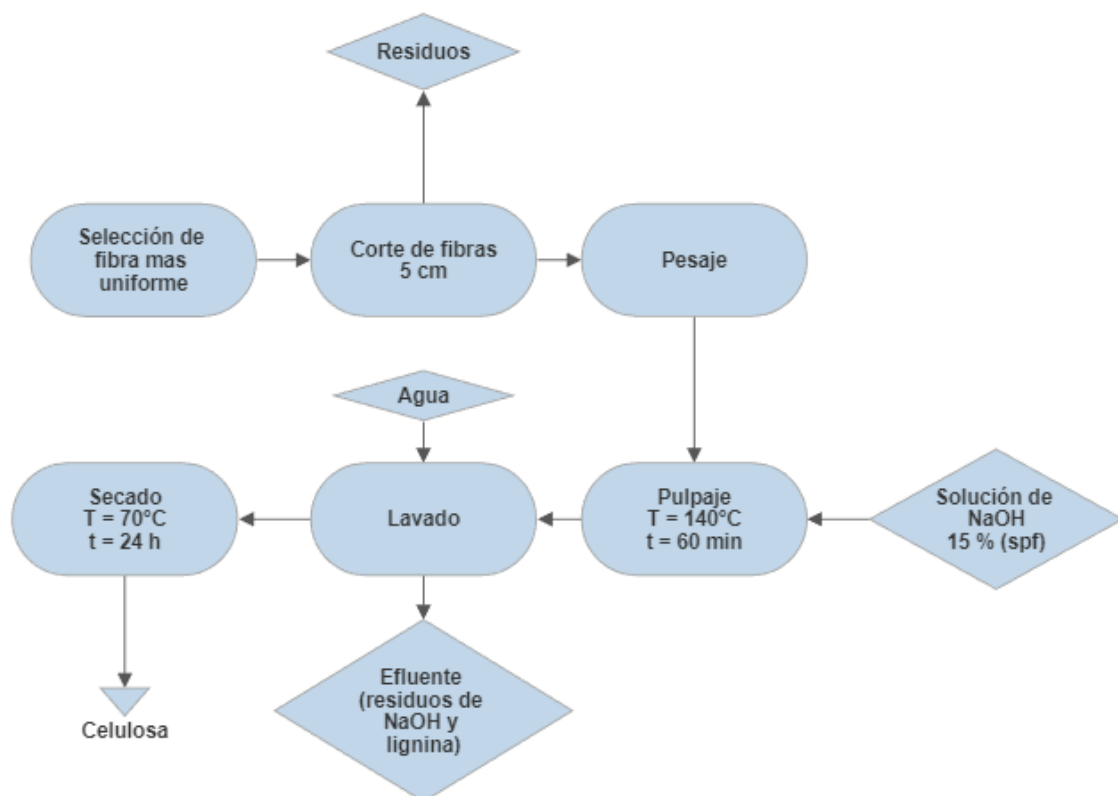
Para la obtención de celulosa se aplicó el método de Alfaro (2008). En primer lugar, se seleccionó y se cortó la fibra de abacá seca con ayuda de la tijera de poda, los cortes se efectuaron cada 5 cm procurando tener tamaños homogéneos de las fibras. Se pesaron 200 g de la fibra cortada.

A continuación, se preparó 1L de solución de NaOH a una concentración de 15% (spf) (Alfaro, 2008).

Se revisó que el reactor esté libre de impurezas que contaminen el proceso, se seteó la temperatura en el digestor a 140°C durante una hora. Se rotó el digestor de manera que quede con la abertura en la parte superior, se colocó la fibra de abacá cortada poco a poco para evitar aglutinamientos y se facilite la obtención de celulosa. Se añadió la solución de NaOH en una relación licor 1:5 y se procedió a tapan el reactor con ayuda de teflón para evitar fugas (Alfaro, 2008).

Se extrajo la pulpa una vez finalizada la digestión y se lavó con agua para quitar los residuos de lignina y NaOH, posteriormente se extendió la pulpa en una bandeja y se secó en la estufa a 70°C por 24 horas (Alfaro, 2008).

Diagrama de la obtención de celulosa:



**Figura 2.1** Diagrama de obtención de celulosa.





**Figura 2.2** Fibra de abacá y Celulosa obtenida de la fibra de abacá.

### 2.1.2 Obtención de Nanocelulosa

Para la obtención de Nanocelulosa se empleó lo siguiente:

**Tabla 2.2** Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la obtención de nanocelulosa.

<b>Materiales</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o Precisión</b>
Matraz Erlenmeyer	Pyrex	125mL
Agitador	-	-
Frascos de vidrio	-	120 mL adaptados para la centrifugadora
Crisoles	Pyrex	Tamaño de poro 4-5.5 $\mu\text{m}$
Membranas de diálisis	Sigma	12.000 Da
<b>Reactivos</b>	<b>Marca</b>	<b>Pureza</b>
Ácido sulfúrico	Emsure	Grado reactivo 96-98 %
<b>Equipos</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o precisión</b>
Molino de cuchillas	Thomas Wiley modelo 4	100 mL en la tolva
Balanza analítica	KERN	Capacidad: 220g Apreciación: 0.1 mg
Plancha de calentamiento y agitación	Corning	Rotación máxima: 1150 rpm Temperatura máxima: 550°C
Centrifugadora	Lacbal	Max 2000 rpm
Sonicador	Branson	-
Bombas de vacío	Welch	-76 cm Hg

El siguiente proceso se realizó según (Herrera, Sinche, & Bonilla, 2018). Para la obtención de Nanocelulosa se utilizó hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$ . Primero se realizó la molienda de la celulosa obtenida anteriormente en el molino de cuchillas utilizando una malla de 1 mm.

Se preparó una solución de ácido sulfúrico al 64%.

Se procedió a pesar 4 g de celulosa molida y se la colocó en un matraz Erlenmeyer, se añadió 40 mL de la solución de ácido sulfúrico 64% seguido del agitador magnético. Se procedió a colocar sobre la plancha de calentamiento a  $45^{\circ}C$  durante 45 min, con agitación magnética a 300 rpm.

Al término del proceso de hidrólisis ácida, el producto se diluyó en 400 mL de agua desionizada Tipo I ( $18.2 M\Omega$ ) para que la reacción se detenga, a continuación, se vertieron 110 mL de la dilución en cada uno de 4 frascos de vidrio, los cuales se llevaron a centrifugación a 1600 RPM durante 20 min.

Se recogió el precipitado de dos frascos y se colocó dentro de una membrana para diálisis, todo el proceso descrito se repitió hasta llenar las 7 mallas para diálisis, las cuales se lavaron hasta llegar a un pH neutro, el cambio de pH se lo fue registrando con ayuda de pHmetro. Se extrajo la solución con pH neutro de las 7 membranas y se las mezcló en un vaso de precipitación, dicha mezcla se sonicó en un baño de hielo con una amplitud de 40% durante 30 min. La solución ya sonicada se filtró en crisoles con tamaño de poro 4-5.5  $\mu m$  con ayuda de bombas de vacío teniendo como resultado una solución de nanocelulosa.

Se determinó la concentración de nanocelulosa en la solución obtenida por método gravimétrico. Primero se taró dos tubos de ensayo por secado en la estufa a  $90^{\circ}C$ . Se colocó 5 mL de solución en cada tubo de ensayo y se secó a  $90^{\circ}C$  en la estufa hasta la evaporación total del agua, finalmente se pesó.

Diagrama de la obtención de nanocelulosa:

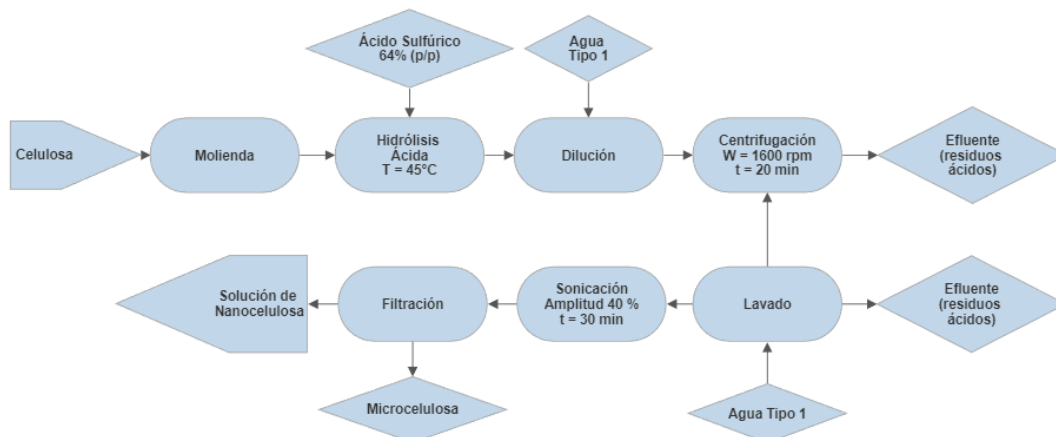


Figura 2.3 Diagrama de obtención de nanocelulosa.



Figura 2.4 Solución de nanocelulosa (color café castaño).

## 2.2 Preparación de hidrogeles

### 2.2.1 Concentración de la solución de Nanocelulosa

Para la concentración de la solución de Nanocelulosa se empleó lo siguiente:

**Tabla 2.3** Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la concentración de la solución de nanocelulosa.

Materiales	Marca	Capacidad o Precisión
Vasos de precipitación	Geekay	25mL
Equipos	Marca	Capacidad o precisión
Estufa	memmert	Max 300°C

Se colocó 9mL, 12mL, 15mL y 18mL de solución de nanocelulosa 0.667% (p/v) en vasos de precipitación, todos por duplicado, posteriormente se secó en la estufa a 90°C hasta que las soluciones lleguen a un volumen de 2mL, obteniendo así concentraciones de 3%, 4%, 5% y 6% de CNC. Posteriormente se conservaron las soluciones en el desecador.

## 2.2.2 Formación del hidrogel

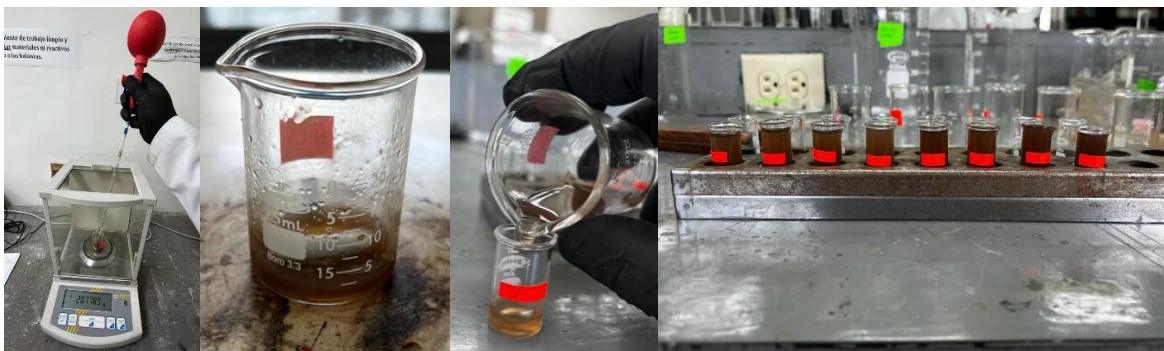
Para la formación del hidrogel se empleó lo siguiente:

**Tabla 2.4** Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la formación del hidrogel.

<b>Materiales</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o Precisión</b>
Vasos de precipitación	Geekay	3mL
Vasos de precipitación	Geekay	25 mL
Pipeta volumétrica	Pyrex	3%,4%,5% y 6% en peso.
Agitadores	-	-
<b>Reactivos</b>	<b>Marca</b>	<b>Pureza</b>
Glicerina vegetal	Casa del Químico	99,5%
<b>Equipos</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o precisión</b>
Plancha de calentamiento y agitación	Corning	Max 1150 rpm Max 550°C
Balanza analítica	KERN	Max 220g, d=0.1 mg

Se pesaron las soluciones de nanocelulosa a 3%, 4%, 5% y 6% contenidos en vasos de precipitación de 25 mL en la balanza analítica, después se añadió el glicerol con ayuda de la pipeta volumétrica en relación 2:1 en peso. Se procedió a colocar sobre la plancha de agitación magnética durante 30 min con temperatura de 30°C. Posteriormente se coloca la solución agitada en vasos de precipitación de 3 mL para ser expuestos a secado a 70°C en la estufa. Se pesó el producto expuesto a evaporación de agua cada cuatro horas durante las 8 primeras horas, después se pesó a las 24, 32, 48, 49 y 50 horas hasta que su peso ya no varió. Una vez obtenidos los hidrogeles se procede a dejarlos en el desecador para su posterior caracterización.

Se repite todo el procedimiento, con una temperatura de secado de 90°C.

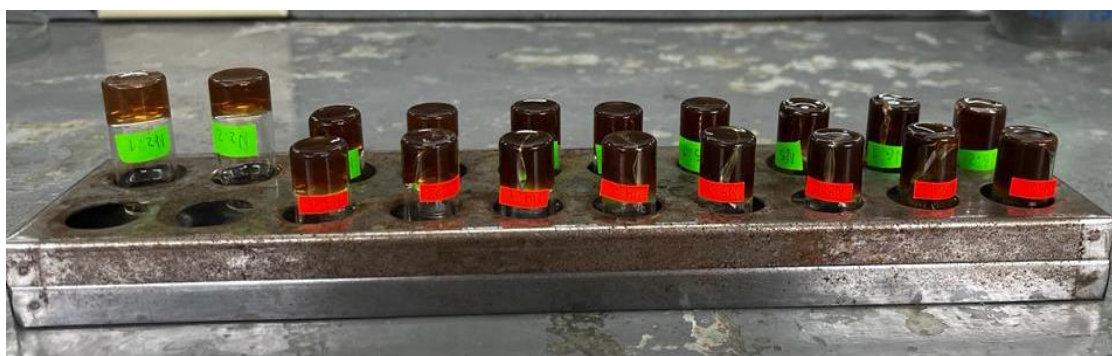


**Figura 2.5** Formación de hidrogeles.

## 2.3 Caracterización de hidrogeles

### 2.3.1 Prueba del tubo invertido

Para esta prueba se hizo uso de un soporte para los vasos de 3mL, donde una vez obtenidos los hidrogeles ya secos, los vasos se voltearon en el mismo soporte dejándoles boca abajo durante dos semanas.



**Figura 2.6** Prueba de tubo invertido.

### 2.3.2 Prueba de hinchamiento

Para la prueba de hinchamiento del hidrogel se empleó lo siguiente:

**Tabla 2.5** Materiales, Reactivos y Equipos empleados en la prueba de hinchamiento.

<b>Materiales</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o Precisión</b>
Pipeta volumétrica	Pyrex	1 mL
<b>Equipos</b>	<b>Marca</b>	<b>Capacidad o precisión</b>
Balanza analítica	KERN	Max 220g, d=0.1 mg

Debido a que se requiere la formación de un xerogel, se expuso a los hidrogeles formados a un secado extra a una temperatura de 100°C por 3 horas.

Para esta prueba se colocó con ayuda de la pipeta volumétrica 1 mL de agua destilada sobre los hidrogeles contenidos en los vasos de 3mL. En 30 min se eliminó el excedente de agua en la superficie, se pesó en la balanza analítica y se volvió a colocar 1mL de agua, este proceso se repitió hasta que el peso del hidrogel no varió.



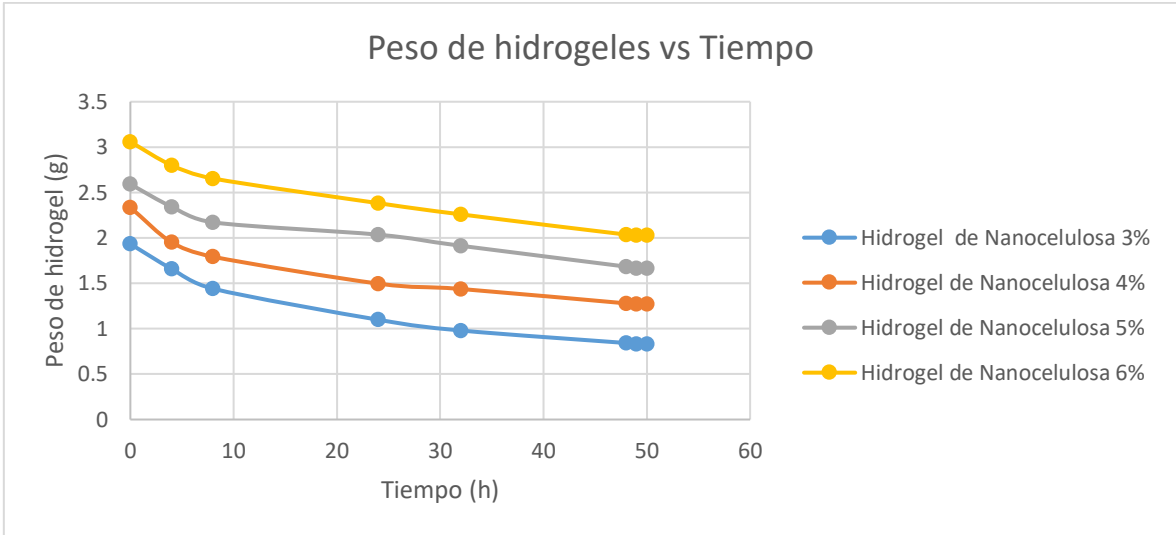
**Figura 2.7** Prueba de hinchamiento.

### **3 RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

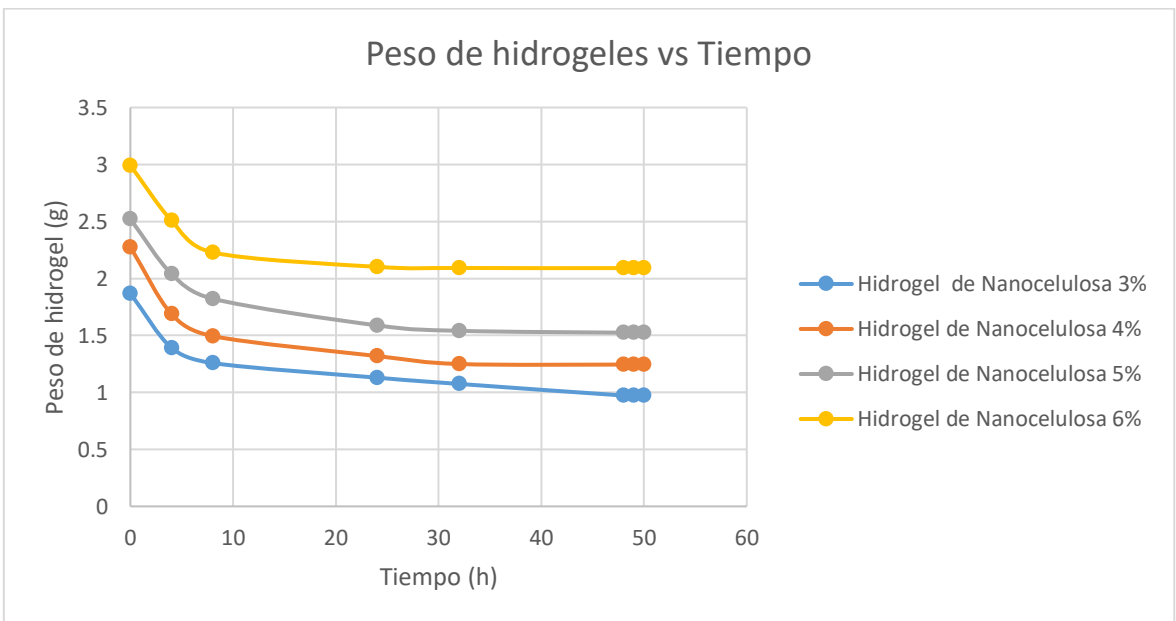
#### **3.1 Resultados**

##### **3.1.1 Pérdida de peso de hidrogeles en el secado.**

Los resultados se observan en las gráficas 3.1 y 3.2, las cuales muestran el descenso del peso de los hidrogeles producto de la evaporación de agua a 70°C y 90°C.



**Gráfica 3.1** Descenso del peso en los hidrogeles por evaporación de agua a 70°C con respecto al tiempo.



**Gráfica 3.2** Descenso del peso en los hidrogeles por evaporación de agua a 90°C con respecto al tiempo.

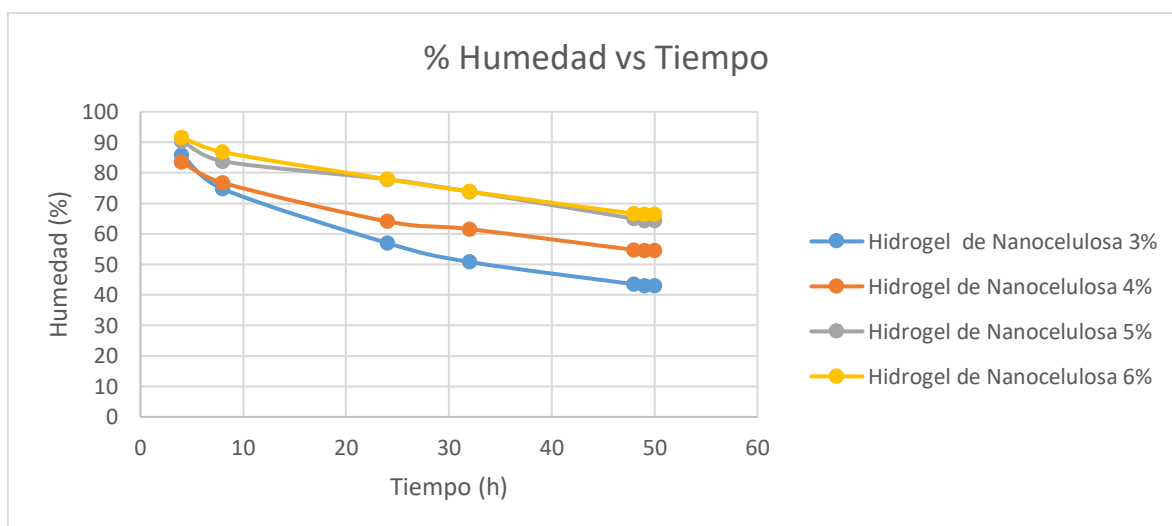
Las soluciones de hidrogel previas al secado a 70 °C presentaron pesos de 1.93, 2.33, 2.59 y 3.05 g y en el secado a 90 °C presentaron pesos de 1.86, 2.27, 2.52 y 2.99 g para las concentraciones de 3%,4%,5% y 6 % en peso de CNC, respectivamente. A pesar de trabajar con los mismos volúmenes de solución de CNC y glicerina, es de esperarse que la concentración de las soluciones de hidrogeles sea directamente proporcional al peso de las soluciones de hidrogel.

Según las gráficas 3.1 y 3.2, como se esperaba, la temperatura de secado influye en forma directamente proporcional con la velocidad de disminución del peso de los hidrogeles llegando a un peso constante en ambos casos a las 50 horas de secado, que señaló el final del proceso. Sin embargo, a una temperatura de secado de 90°C la velocidad de evaporación de agua es más rápida, llegando a pesos cercanos al valor estable a las 32 horas.

La disminución de peso fue mayor en la solución de 3% de CNC. Al ser el hidrogel de menor concentración con respecto a las demás soluciones, se tiene menor cantidad de moléculas de nanocelulosa y mayor cantidad de agua, por lo cual la unión de enlaces covalentes entre la glicerina y nanocelulosa se completa de forma más rápida dejando mayor cantidad de agua libre en la solución. Este fenómeno ocurre debido a que el agua con la glicerina no forma un azeótropo a pesar de ser higroscópico, por tanto, esta se va a evaporar con mayor facilidad (Dorris & Gray, 2012).

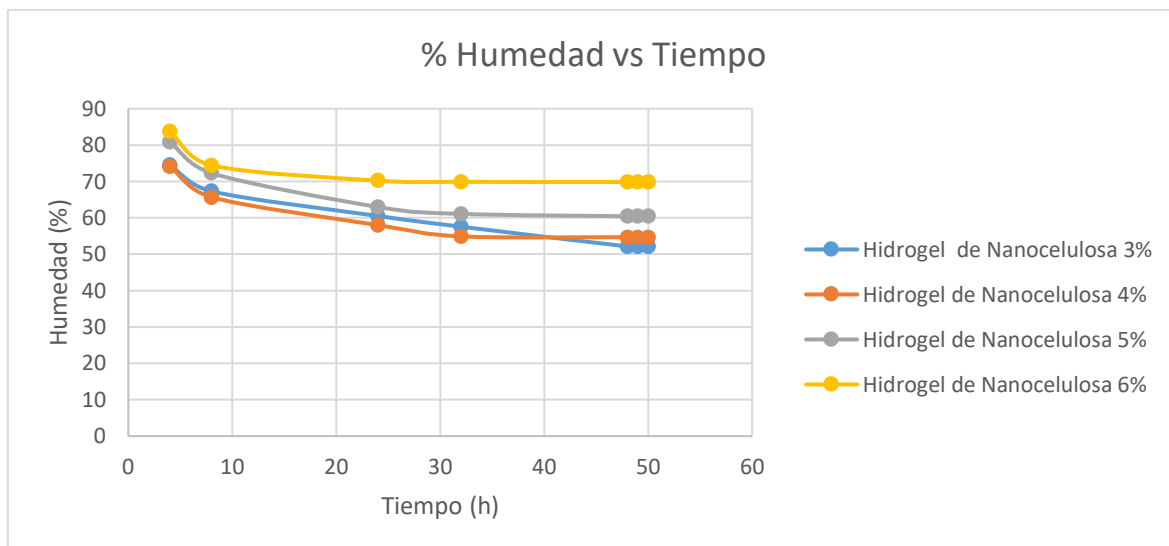
### 3.1.2 Pérdida de humedad de hidrogeles en el secado.

En las gráficas 3.3 y 3.4 se puede apreciar la tendencia de la pérdida de agua, expresada en porcentaje de humedad, para los hidrogeles de 3%, 4%, 5% y 6% de nanocelulosa en el secado a 70°C y 90°C durante 50 horas.



**Grafica 3.3** Pérdida de agua expresada en porcentaje de humedad durante el secado a 70°C con respecto al tiempo.





**Gráfica 3.4** Pérdida de agua expresada en porcentaje de humedad durante el secado a 90°C con respecto al tiempo.

Como era de esperar el porcentaje de humedad disminuye como se observa en los Gráficos 3.3 y 3.4, debido a la evaporación de agua y de acuerdo la pérdida de peso en el secado. Teniendo como resultado de la Gráfica 3.3 una pérdida de porcentaje de agua de 57% en el hidrogel al 3% de CNC, 45.54% en el hidrogel al 4% de CNC, 35.62% en el hidrogel al 5% de CNC y 33.55% en el hidrogel al 6% de CNC en el secado a 70°C.

Como resultado en la Gráfica 3.4 se da una pérdida de porcentaje de agua de 47.86% en el hidrogel al 3% de CNC, 45.32% en el hidrogel al 4% de CNC, 39.57% en el hidrogel al 5% de CNC y 30.13% en el hidrogel al 6% de CNC en el secado a 90°C.

Se puede afirmar que un hidrogel con mayor porcentaje de nanocelulosa retiene con mayor fuerza el agua teniendo mayor porcentaje de humedad como es el caso del hidrogel a 6% de CNC en las Gráfica 3.3 y 3.4, ya que el agua llega a penetrar en la estructura del hidrogel debido a la interacción con el glicerol, el cual retiene el agua permitiendo que esta forme parte del agua asociada y no se evapore durante el secado con ayuda de la fuerza osmótica (Lev, Maziar, Savvas, Wadood, & Maclachlan, 2016) (Ávila, 2015).

### 3.1.3 Composición de hidrogeles formados.

Una vez efectuado el secado a 70°C y 90°C durante 50 horas, los hidrogeles presentaron la siguiente composición como se muestra en la Tabla 3.1 y 3.2

**Tabla 3.1** Composición porcentual antes y después de la formación de hidrogeles secados a 70°C.

	Composición de la solución glicerina + sol nanocelulosa			Composición del hidrogel seco durante 50 horas		
	% de glicerina	% de nanocelulosa	% agua	% de glicerina	% de nanocelulosa	% agua
Hidrogel de Nanocelulosa 3%	33.16	2.00	64.83	63.42	3.72	32.85
Hidrogel de Nanocelulosa 4%	33.16	2.66	64.16	61.52	4.94	33.53
Hidrogel de Nanocelulosa 5%	33.16	3.33	63.50	51.63	5.18	43.18
Hidrogel de Nanocelulosa 6%	33.16	4.00	62.83	50.31	6.06	43.61

**Tabla 3.2** Composición porcentual antes y después de la formación de hidrogeles secados a 90°C.

	Composición de la solución glicerina + sol nanocelulosa			Promedio de la composición del hidrogel 50 horas		
	% de glicerina	% de nanocelulosa	% agua	% de glicerina	% de nanocelulosa	% agua
Hidrogel de Nanocelulosa 3%	33.16	2.00	64.83	64.57	3.89	31.53
Hidrogel de Nanocelulosa 4%	33.16	2.66	64.16	61.71	4.96	33.32
Hidrogel de Nanocelulosa 5%	33.16	3.33	63.50	54.01	5.42	40.55
Hidrogel de Nanocelulosa 6%	33.16	4.00	62.83	47.76	5.76	46.47

Se cumple que a mayor concentración de CNC existe una mejor gelación la cual se comprobó con el tacto de los mismo, teniendo al hidrogel de 6% de CNC más resistente con respecto a los demás. Se observó que a mayor concentración de nanocelulosa el color del hidrogel se torna oscuro, se puede ver la comparación en la Figura 3.1 y 2.4 (Dorris & Gray, 2012).



**Figura 3.1** Cambio de color en la formación de hidrogeles.

Al término del secado a las 50 horas sí se dio la formación de todos los hidrogeles con la composición que se muestra en las Tablas 3.1 y 3.2. El hidrogel de 6% de CNC presenta una menor pérdida de agua con respecto al resto, al realizar la prueba de tubo invertido no se deslizo, ni deforma; por tanto, no influyó la cantidad de agua presente en el hidrogel, igualmente mantiene una estabilidad estructural fuerte.

El hidrogel de 3% de CNC demostró una menor dureza, al realizar una compresión con el dedo, éste se destruía con mayor facilidad, pero en los hidrogeles de 4%, 5% y 6% de CNC no presentaban la misma característica. Al mantener su forma se puede afirmar que los enlaces formados entre el glicerol y nanocelulosa son más fuertes, por ende, tienen una mejor resistencia a la deformación.

Se puede observar en las Tablas 3.1 y 3.2 que las composiciones finales de los hidrogeles formados a 90°C presentan menor cantidad de agua y mayor contenido de glicerol con respecto a los formados a 70°C, a menor concentración de agua el hidrogel presenta una estabilidad estructural más densa y fuerte.

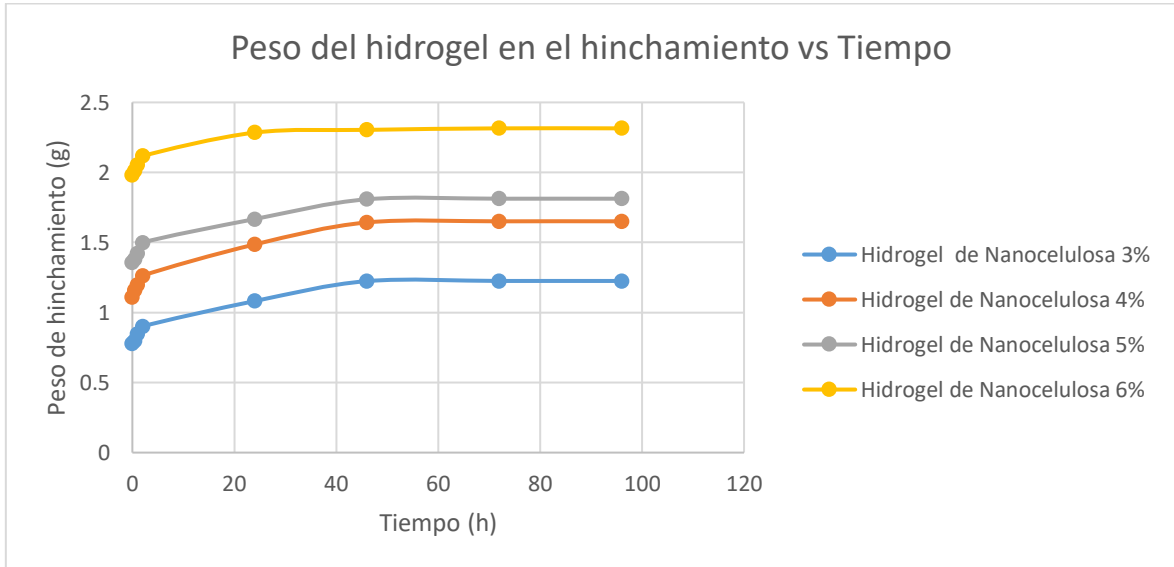
El usar una temperatura alta tiene sus desventajas, una de ellas fue que el hidrogel formado se partió en el vaso como se observa en la Figura 3.2, esto debido a que se evapora más rápido el agua, siendo más rápida la evaporación en la zona central.



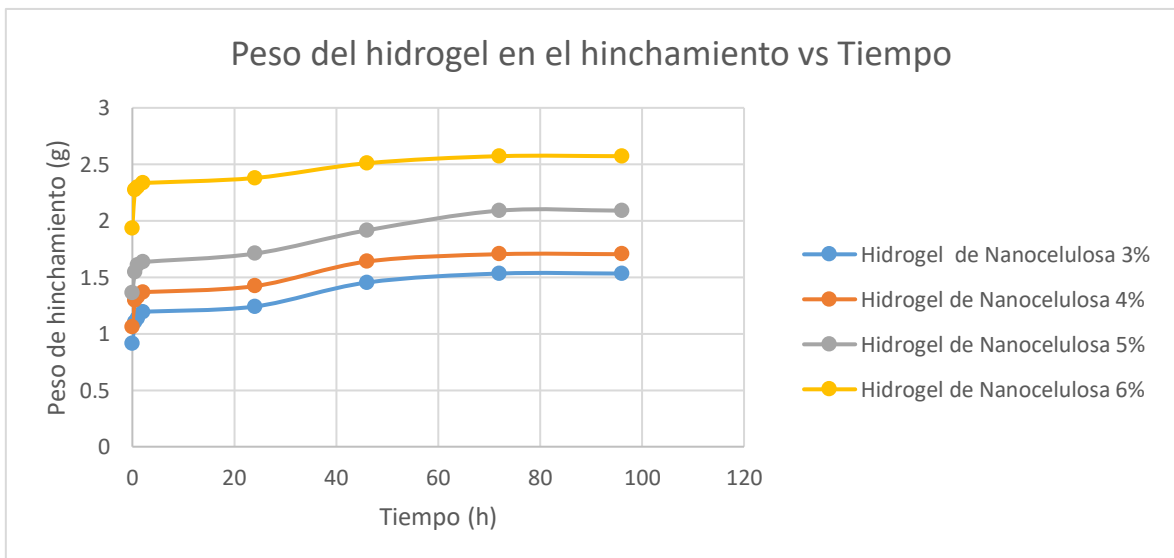
**Figura 3.2** Fisura del hidrogel en el secado a 90°C.

### 3.1.4 Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles

Una vez obtenidos los hidrogeles a 70°C y 90°C se realizó la prueba de hinchamiento, formando en primer término un “xerogel” y a partir de eso, se registró el aumento del peso a medida que va absorbiendo agua con respecto al tiempo.



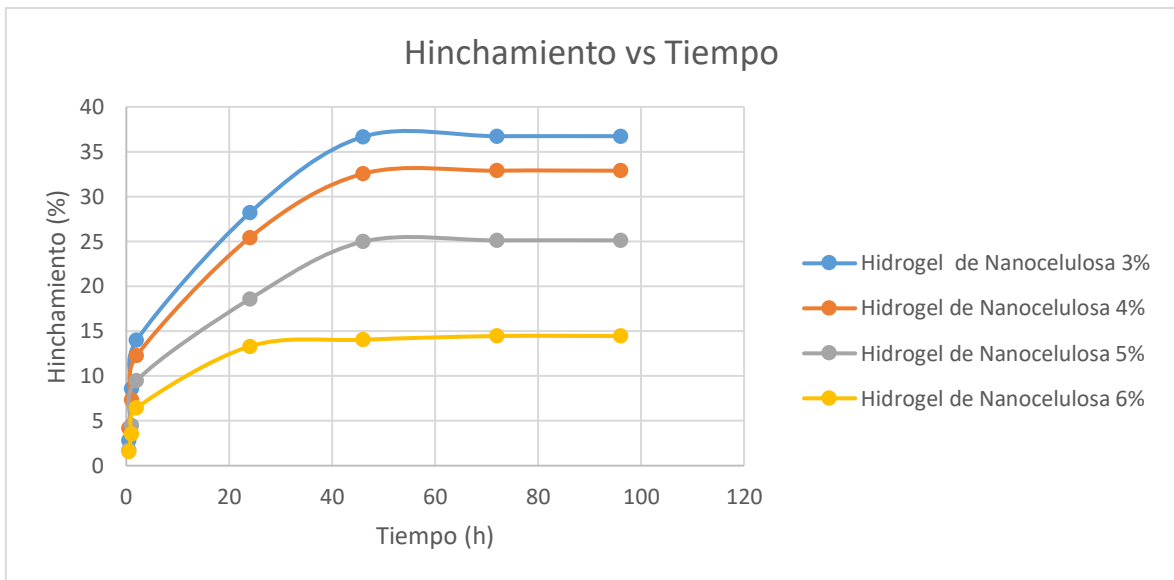
**Gráfica 3.5** Variación del peso de los hidrogeles secos a 70°C en el proceso de hinchamiento con respecto al tiempo.



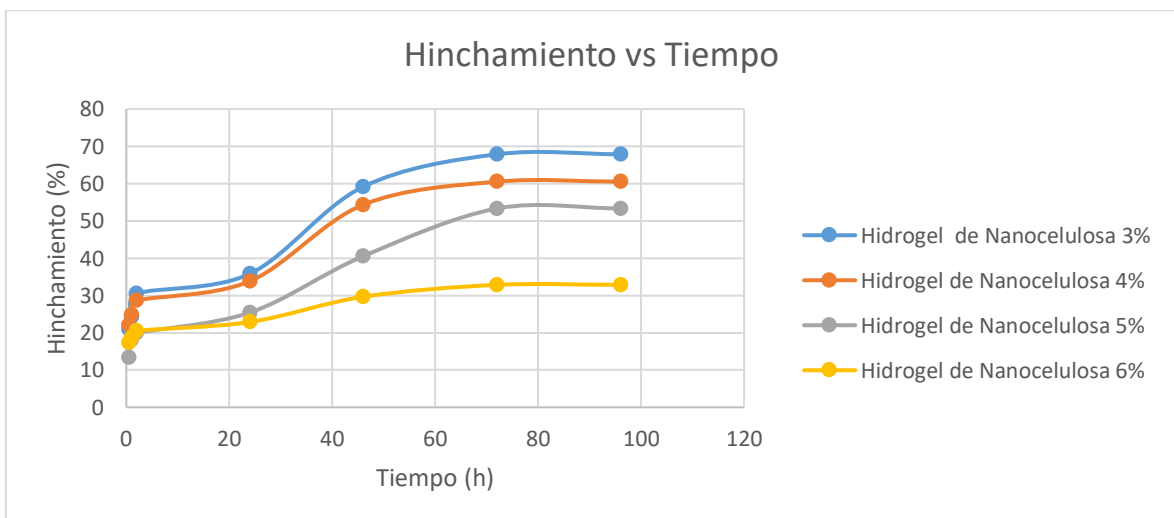
**Gráfica 3.6** Variación del peso de los hidrogeles secos a 90°C en el proceso de hinchamiento con respecto al tiempo.

Si se compara los módulos entre las gráficas 3.1 y 3.2 con las gráficas 3.5 y 3.6, se puede afirmar que los hidrogeles pierden peso con mayor rapidez al evaporar el agua que al absorberla, por tanto, la pérdida de agua en el hidrogel siempre será de mayor proporción al someterlo a secado, que al provocar el hinchamiento de este.

En la siguientes Gráficas 3.7 y 3.8 se puede apreciar la tendencia del hinchamiento de los hidrogeles de 3%, 4%, 5% y 6% de nanocelulosa secos a 70°C y 90°C.



**Gráfica 3.7** Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles secos a 70°C.



**Gráfica 3.8** Porcentaje de hinchamiento de hidrogeles secos a 90°C.

Como muestra las Gráficas 3.7 y 3.8, el porcentaje de hinchamiento aumenta de manera ascendente hasta llegar a estabilizarse a las 72 horas. Como resultado se alcanza un porcentaje de hinchamiento de 36.73% en el hidrogel 3% de CNC, 32.88% en el hidrogel 4% de CNC, 25.12% en el hidrogel 5% de CNC y 14.45% en el hidrogel 6% de CNC para los hidrogeles secos a 70°C. Mientras que los secos a 90°C tuvieron un porcentaje de hinchamiento de 67.88% en el hidrogel 3% de CNC, 60.53% en el hidrogel 4% de CNC, 53.33% en el hidrogel 5% de CNC y 32.84% en el hidrogel 6% de CNC.

Los hidrogeles formados a 90°C tienen una mejor absorción de agua, presentando un mayor porcentaje de hinchamiento según la Gráfica 3.8. Esto ocurre debido a que la formación de hidrogeles se dio de manera más rápida, por tanto, los enlaces entre la nanocelulosa y glicerol no presentan una unión completa de los radicales OH del glicerol, permitiendo tener mayor afinidad entre el glicerol y el agua añadida durante el hinchamiento (Yurkanis, 2008).

Los porcentajes de hinchamiento son menores que los de pérdida de humedad, por lo tanto, los hidrogeles no llegan a hincharse hasta recuperar el agua perdida en el secado, esto ocurre ya que a medida que se forma el hidrogel, las cadenas de nanocelulosa se enlazan con glicerol teniendo una estabilidad estructural más cercana entre CNC. Al entrar nuevamente en contacto con agua se ocupará los espacios intermoleculares existentes, y estos se van haciendo más grandes mientras se absorbe agua, sin embargo, no llega a formar una solución, sino que queda formada una matriz polimérica con espacios intermoleculares saturados de agua hasta su máxima capacidad (Arias, Ángeles, Fernandez, José, & Lorente, 2004) (Pavón, 2015).

Si se requiere usar los hidrogeles para absorción y expulsión de alguna sustancia a manera controlada, es preferible que estos posean un buen porcentaje de hinchamiento, como por ejemplo en aplicación de medicamentos como tabletas de hidrogel que contengan medinas líquidas, o las membranas de hidrogel utilizadas en agricultura par expulsión de fertilizantes en el suelo (Arredondo & Londoño, 2009) (Gonzales, 2007).

## **3.2 Conclusiones**

Los mejores resultados en la formación de hidrogeles de nanocelulosa por suspensión de glicerol, se obtuvieron con una temperatura de secado de 90°C.

Al formar hidrogeles con mayor concentración de CNC, se promueve una mejor estabilidad estructural y se obtiene una matriz dura y porosa.

Si se requiere formar hidrogeles de nanocelulosa con mayor porcentaje de hinchamiento, estos deben formarse de manera más rápida por medio de una temperatura más alta.

Con este método de formación de hidrogeles en solución de glicerol no es posible formar xerogeles sin contenido de agua.

### **3.3 Recomendaciones**

En el proceso de formación de hidrogeles a temperatura más altas a 70°C se recomienda usar recipientes con mayor área superficial, de tal manera que permitan un contacto mayor de la solución con el medio de calentamiento para evitar partición del hidrogel en el recipiente.

Se recomienda el uso de métodos químicos para formación de hidrogeles de nanocelulosa, como en suspensión en glicerol, cruzamiento con polisacáridos (almidón, quitina, quitosano y alginato), debido a que adquieren una mejor resistencia, debido a la reticulación entre los CNC y un aditivo polimérico.

## 4 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Arias, J., Ángeles, M., Fernandez, E., José, A., & Lorente, L. (2004). *Propedéutica Quirúrgica*. Obtenido de <https://books.google.com.ec/books?id=4k3NZuoAKygC&pg=PA565&dq=esquema+hidrogeles&hl=es&sa=X&ei=q875VPyHG9eUsQTA-oKwAg&ved=0CCAQ6AEwAQ#v=onepage&q=esquema%20hidrogeles&f=false>
- [2] Ávila, G. (2015). *OBTENCIÓN DE UN HIDROGEL DE QUITOSANO MEDIANTE LA IRRADIACIÓN CON UN HAZ DE ELECTRONES ACELERADOS, PARA DETERMINAR SU APLICACIÓN EN LA ADSORCIÓN DE CROMO*. Obtenido de <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/11991/1/CD-6609.pdf>
- [3] Bolio, G., Valadez, A., Veleza, L., & Andreeva, A. (2011). *Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banana: Obtención y caracterización*. Obtenido de <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=62020825012>
- [4] Borjesson, M., & Westman, G. (2015). *Crystalline Nanocellulose Preparation, Modification and Properties*. Obtenido de [https://www.researchgate.net/publication/315475821\\_Crystalline\\_Nanocellulose\\_-\\_Preparation\\_Modification\\_and\\_Properties](https://www.researchgate.net/publication/315475821_Crystalline_Nanocellulose_-_Preparation_Modification_and_Properties)
- [5] Castro, C., & Delgado, F. (2016). *Lanocelulosa: propiedades y aplicaciones*. Obtenido de <https://docplayer.es/60061308-La-nanocelulosa-propiedades-y-aplicaciones.html>
- [6] Chang, A., & Montero, G. (2015). *Análisis del comportamiento del sector exportador del abacá en el Ecuador*. Obtenido de <http://repositorio.ucsg.edu.ec/bitstream/3317/3900/1/T-UCSG-PRE-ECO-CECO-66.pdf>
- [7] Cintil, J., Lovely, M., & Sabu, T. (2013). *Review of recent research in nanocellulose preparation from different lignocellulosic fibres*. Obtenido de [https://www.ipme.ru/e-journals/RAMS/no\\_13714/03\\_13714\\_cintil.pdf](https://www.ipme.ru/e-journals/RAMS/no_13714/03_13714_cintil.pdf)
- [8] Dorris, A., & Gray, D. (2012). *Gelation of cellulose nanocrystal suspensions in glycerol*. Obtenido de <https://link.springer.com/article/10.1007/s10570-012-9679-3>
- [9] Habibi, Y., Lucia, L., & Rojas, O. (2010). *Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications*. Obtenido de <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/cr900339w>
- [10] Herrera, M., Sinche, L., & Bonilla, O. (2018). *Obtención de nanocelulosa a partir de celulosa de puntas de abacá*. Obtenido de <https://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/19544>
- [11] Lafuente, G. (2017). *Glicerol: Síntesis y aplicaciones*. Obtenido de [http://espacio.uned.es/fez/eserv/bibliuned:master-Ciencias-CyTQ-Glafuente/Lafuente\\_Aranda\\_Gustavo\\_TFM.pdf](http://espacio.uned.es/fez/eserv/bibliuned:master-Ciencias-CyTQ-Glafuente/Lafuente_Aranda_Gustavo_TFM.pdf)
- [12] Lewin, M. (2007). *Handbook of Fiber Chemistry*. Obtenido de [http://library.navoiy-uni.uz/files/lewin%20m.%20\(ed.\)%20%20handbook%20of%20fiber%20chemistry%20\(3d%20edicion\)\(2007\)\(1044s\).pdf](http://library.navoiy-uni.uz/files/lewin%20m.%20(ed.)%20%20handbook%20of%20fiber%20chemistry%20(3d%20edicion)(2007)(1044s).pdf)



- [13] Pavón, C. (2015). *PREPARACIÓN DE HIDROGELES PARA EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES COLOREADOS, CON BASE EN POLISACÁRIDOS Y ALCOHOL POLIVINÍLICO (PVA) POR MEDIO DE IRRADIACIÓN BETA CON UN ACELERADOR LINEAL DE ELECTRONES*. . Quito: EPN.
- [14] Torres, E. (2021). *Producción y exportación del abacá en el Ecuador*. Obtenido de <https://cia.uagraria.edu.ec/Archivos/TORRES%20GUILLEN%20ELENA%20NARCISA.pdf>
- [15] Vanessa, S. (2017). *OBTENCIÓN DE HIDROGELES DE INULINA PARA REMOCIÓN DE ARSÉNICO*. Obtenido de <https://biblioteca.epn.edu.ec/cgi-bin/koha/opac-detail.pl?biblionumber=45878>
- [16] Visakh, P., & Thomas, S. (2010). *Preparation of Bionanomaterials and their Polymer Nanocomposites from Waste and Biomass*. Obtenido de [https://www.researchgate.net/publication/225643045\\_Preparation\\_of\\_Bionanomaterials\\_and\\_their\\_Polymer\\_Nanocomposites\\_from\\_Waste\\_and\\_Biomass](https://www.researchgate.net/publication/225643045_Preparation_of_Bionanomaterials_and_their_Polymer_Nanocomposites_from_Waste_and_Biomass)

## 5 ANEXOS

### 5.1 ANEXO I Ejemplo de cálculo de porcentaje de hinchamiento

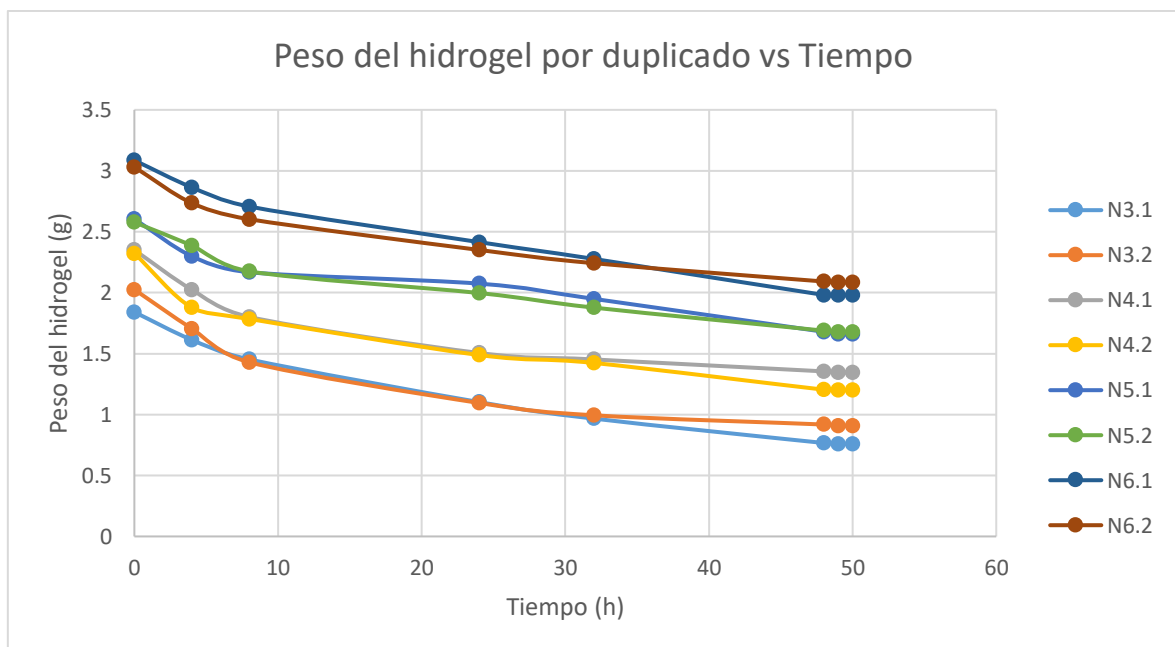
Para este cálculo se tomó los pesos de la muestra 1 del hidrogel a 3% CNC, secado a 70°C e hinchado hasta la hora 96.

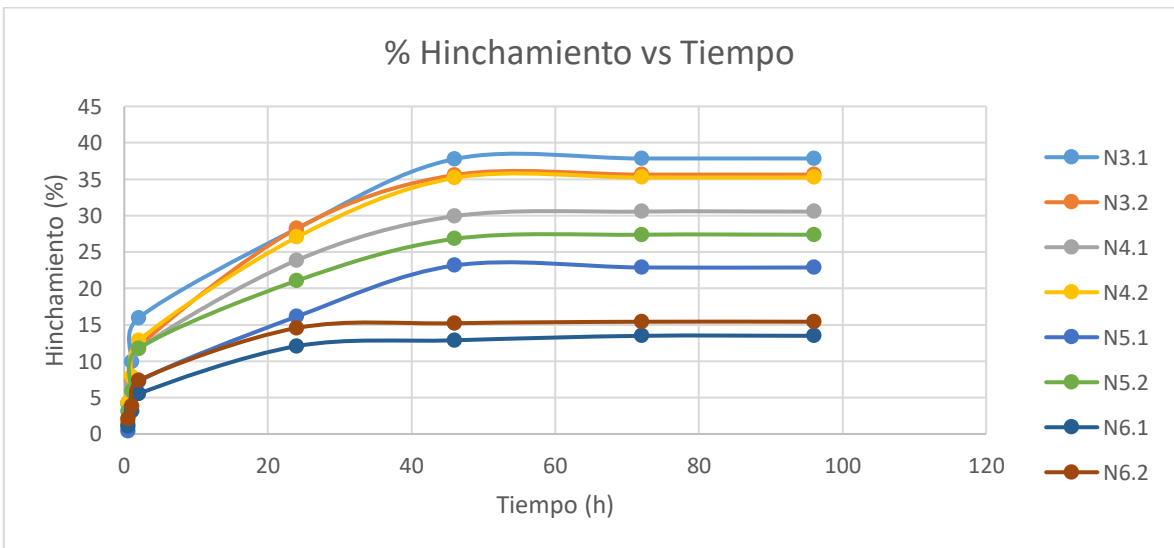
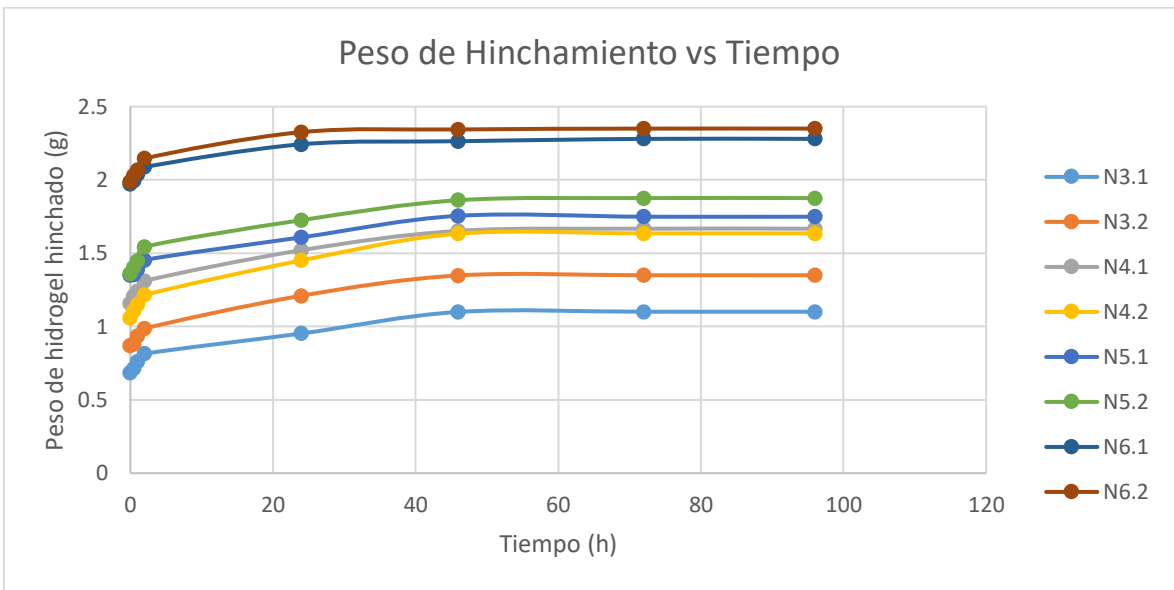
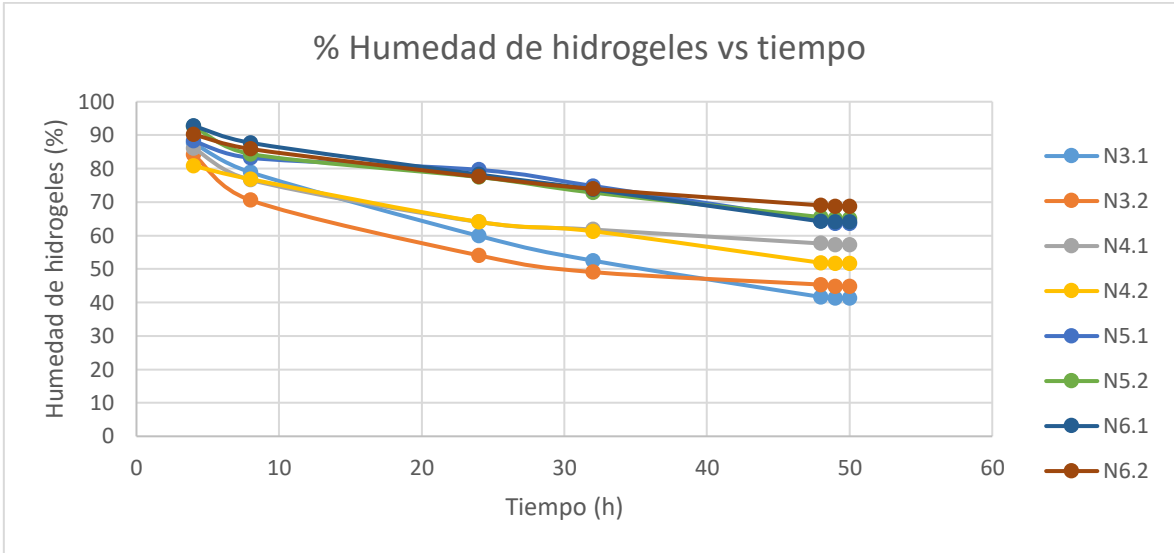
$W_h = 1.1008$  g

$W_s = 0.6842$  g

$$\%H = \frac{W_h - W_s}{W_h} * 100$$
$$\%H = \frac{1.1008 - 0.6842}{1.1008} * 100 = 37.8452$$

### 5.2 ANEXO II Gráficos de los hidrogeles duplicados (secado a 70°C)





### 5.3 ANEXO III Gráficos de los hidrogeles duplicados (secado a 90°C)

