

PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Proyecto Interno Proyecto Semilla Proyecto Junior Proyecto Multi e Inter
Disciplinario

Investigación Básica

Investigación Aplicada

DEPARTAMENTO(S) Y/O INSTITUTOS:

1. Ingeniería Química

LINEA(S) DE INVESTIGACIÓN:

1. Desarrollo y aplicaciones de nuevos materiales orgánicos e inorgánicos (DIQ-A4-L1)

DISCIPLINA CIENTÍFICA (Marque X, solamente una opción)

Ciencias Naturales y Exactas	
Ingeniería y Tecnologías	X
Ciencias Médicas	
Ciencias Agrícolas	
Ciencias Sociales	
Humanidades	

OBJETIVO SOCIOECONÓMICO (Marque X, solamente una opción)

Exploración y explotación del medio terrestre	
Ambiente	
Exploración y explotación del espacio	
Transporte, telecomunicaciones y otras infraestructuras	
Energía	
Producción y tecnología industrial	X
Salud	
Agricultura	
Educación	
Cultura, ocio, religión y medios de comunicación	
Sistemas políticos y sociales, estructuras y procesos	
Defensa	
Avance general del conocimiento: I+D financiada con los Fondos Generales de Universidades (FGU)	
Avance general del conocimiento: I+D financiados con otras fuentes	



1 Proyecto de Investigación	
Título: Obtención de hidrogeles de nanocelulosa a partir de residuos agroindustriales	
Resumen del proyecto <p>El proyecto tiene como objetivo la obtención y caracterización de hidrogeles de nanocelulosa a partir de diferentes residuos agrícolas, por ejemplo 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 obteniéndose así nanocelulosa, a continuación, se adicionará a las nanopartículas de celulosa una solución de Ácido Clorhídrico (HCl) para la formación de hidrogeles.</p> <p>Para la caracterización de los productos se emplearán las técnicas propuestas por Jiang, y Hsieh. (2013), Dong et al (2013) y Sánchez (2016); la celulosa se caracterizará mediante técnicas de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), Análisis termogravimétrico (TGA), 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 Microscopía Electrónica de Trasmisión (TEM), en cuanto a los hidrogeles estos se caracterizan a través de la determinación del el porcentaje de hinchamiento, contenido de agua en equilibrio, porcentaje de gelación, y viscosidad dinámica.</p>	
Palabras clave: Celulosa, Nanocelulosa, Hidrogeles de nanocelulosa, Residuos agrícolas.	

2 Objetivos, limitaciones, hipótesis y resultados esperados de esta propuesta de investigación	
---	--

2.1 Objetivos

2.1.1 Objetivo General

- Obtener y caracterizar hidrogeles de celulosa a partir de residuos agrícolas.

2.1.2 Objetivos Específicos

- a. Extraer celulosa a partir de diferentes fuentes de residuos agroindustriales.
- b. Caracterizar la celulosa obtenida mediante técnicas de Espectroscopia Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX), Análisis termogravimétrico (TGA) y Microscopía Óptica.



- c. Caracterizar la nanocelulosa obtenida mediante técnicas de Espectroscopia Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX) Análisis termogravimétrico (TGA), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), y Microscopía electrónica de transmisión (TEM).
- d. Caracterizar los hidrogeles obtenidos mediante la determinación del porcentaje de hinchamiento, contenido de agua en equilibrio, porcentaje de gelación, y viscosidad dinámica.

2.2 Limitaciones (Aspectos que quedan fuera del alcance del Proyecto de Investigación)

- a. No se determinarán aplicaciones de los hidrogeles, se llegará hasta la caracterización de los mismos.
- b.

2.3 Hipótesis

- a. Es posible dar un valor agregado a los residuos agrícolas mediante la transformación de los mismos en hidrogeles de nanocelulosa.

2.3 Detalle de los resultados esperados

- a. Celulosa purificada y caracterizada, libre de hemicelulosa, lignina e impurezas características de la celulosa natural.
- b. Nanocelulosa aislada, purificada y caracterizada.
- c. Hidrogeles de nanocelulosa caracterizados.

3	Relevancia de la propuesta de investigación y su relación con la(s) líneas de investigación
----------	--

Ecuador es un país eminentemente agrícola, según la Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (ESPAC) del año 2012, presentado por el INEC, existen 7,38 millones de hectáreas cultivadas, dentro de las cuales el 18,74% corresponde a cultivos permanentes como: caña de azúcar, banano, palma africana, abacá, entre otros [1]. Tal producción conlleva a la generación de grandes cantidades de residuos, que no pueden ser aprovechados y que requieren ser desechados de maneras poco amigables con el ambiente como la quema de los mismos. Estos podrían ser aprovechados si se les transforma para darles valor agregado, una alternativa para estos residuos celulósicos es transformarse en nanocelulosa, material innovador altamente cristalino que posee características especiales como: altas propiedades mecánicas, baja densidad, gran capacidad dieléctrica, entre otros, además ofrece varias ventajas en la formación o como partículas de refuerzo en la síntesis de hidrogeles [2,3, 4].

Las investigaciones en el desarrollo de nuevos materiales biodegradables han captado la atención de varios investigadores en los últimos años, es por ello que se busca obtener un material especial a partir de uno natural por lo que diversos estudios se han enfocado en usar el más abundante de todos, la celulosa [4]. A partir de celulosa se logra obtener nanocelulosa a través de un aislamiento y purificación de las zonas cristalinas de la misma mediante métodos mecánicos y químicos como: la hidrólisis ácida. La hidrólisis ácida consiste en la remoción de las zonas amorfas de la celulosa a través de la disolución de las mismas, dejando así las zonas cristalinas (menos reactivas) de tamaño nanométrico. La nanocelulosa forma fácilmente estructuras de hidrogeles, es decir, materiales



compuestos principalmente por agua que está contenida en una matriz polimérica hidrófila, esto debido a que presenta estructuras auto-organizadas con propiedades semejantes a las que poseen los fluidos, por ejemplo, la capacidad de flujo [2,3, 5]. La viscosidad y el módulo que presentan las dispersiones de nanocelulosa permite aumentar fuertemente la concentración de gelificación, esto se atribuye al entrelazamiento de las cadenas celulósicas que crea una red [5,6].

Los hidrogeles de nanocelulosa son materiales con propiedades únicas y presentan un sin fin de aplicaciones en diversos campos como: biomedicina, cosmética, farmacéutica y otros donde se requiera biocompatibilidad y biodegradabilidad, es por ello que dichos hidrogeles han sido estudiados por diferentes grupos de investigación en los últimos años [3]. Varios estudios reportan la obtención de hidrogeles de celulosa como: Dong et al (2013), estudiaron la obtención de hidrogeles con partículas de plata, Saito et al (2011), obtuvieron hidrogeles usando ácido clorhídrico.

A través de la realización del proyecto propuesto se busca dar un valor agregado a los residuos agrícolas, mediante la transformación de las mismas en hidrogeles de nanocelulosa. Además, con este estudio también se proyecta aportar para futuras investigaciones en el campo de materiales de nanocelulosa a partir de diversas fuentes de celulosa y sus posibles usos en varias áreas de la industria.

4	Productos esperados
----------	----------------------------

Tipo de Producto:	Marcar con una "X"
a. Publicaciones científicas (obligatorio);	X
b. Disertación a la comunidad politécnica;	
c. Trabajo de titulación de acuerdo a lo que establece el Reglamento de Régimen Académico y la Normativa Interna de la EPN;	X
d. Aplicación tecnológica construida o implementada;	
e. Patente presentada;	
f. Perfil de proyecto de mayor impacto científico, técnico, pedagógico o de innovación.	

5	Descripción, metodología y diseño del proyecto
----------	---

Descripción, metodología y diseño del proyecto

El proyecto propuesto se realizará en varias etapas, cada etapa perseguirá cumplir con los objetivos específicos señalados, generando un resultado parcial que será el insumo para la siguiente etapa; la metodología a seguir se detalla a continuación:

5.1 Etapa 0: Recolección y caracterización de la materia prima

La materia prima que se empleara son puntas de fibras de abacá, raquis del banano y bagazo de caña de azúcar, estos van a ser recolectados de diferentes provincias del Ecuador.

La caracterización química de los residuos agroindustriales se determinará a través del análisis de contenido de celulosa mediante la norma ASTM D1109-96 y lignina mediante la norma TAPPI T17



m-55, para a la determinación de la humedad se utilizará la norma ASTM D4442-07. Las propiedades físicas que se determinaran son: longitud, color y aspecto.

5.2 Etapa 1: Obtención y caracterización de celulosa

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. Dicho procedimiento consta del pulpaje de las fibras mediante su digestión con sosa (hidróxido de sodio NaOH) a una concentración de 15% (spf) (sobre el peso de la fibra), con una relación licor de 1:5. El proceso a la sosa se realizará en un digestor giratorio a una temperatura de 140 °C por una hora. Para la obtención de celulosa se deberá realizar una selección y corte de la materia prima con el fin de lograr un tamaño homogéneo (5 cm) que facilite el pulpaje, la pulpa cruda obtenida se lavará con abundante agua para eliminar los residuos de lignina e NaOH [7]. Posteriormente se realizará un secado de la pulpa a 70 °C por 24 horas, una vez seca la pulpa de celulosa se pesará para determinar el rendimiento y por último se pulverizará en un molino de cuchillas, con una malla de 1 mm.

Una vez obtenida la celulosa esta se caracterizará mediante técnicas de Microscopía Óptica, Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), Análisis termogravimétrico (TGA) y Difracción de Rayos X (DRX), que permitirán evaluar el grado de pureza y porcentaje de cristalinidad logrados [8,9]. En cuanto a la determinación de la composición química cuantitativa se utilizarán las normas TAPPI T17 m-55 y ASTM D1109-96.

5.3 Etapa 2: Obtención y caracterización de nanocelulosa

Para la de obtención de nanocelulosa se usará un método basado en el trabajo desarrollado por Jiang, y Hsieh, (2013) y en el trabajo de Beck et al, (2005). La hidrólisis se realizará a una temperatura de 45°C usando ácido sulfúrico (H₂SO₄) de concentración de 64%(w/w), con agitación constante usando una relación licor 1:10 y un tiempo de reacción de 45 minutos. Al término de este proceso la suspensión obtenida será diluida con una relación 1:10 de agua fría, con el fin de detener la reacción, a continuación, se centrifugará a 3200 RPM durante 20 minutos. Posteriormente la suspensión obtenida será dializada hasta alcanzar un pH neutro, y será sometida a tratamientos mecánicos como centrifugación y sonicación para aislar los nanocristales de celulosa [8,9]. La suspensión resultante será secada a 60 °C por 24 horas, y a continuación se pesará para determinar el rendimiento. El rendimiento se calculará por gravimetría sobre la base de celulosa original usada, y se reportaran en porcentajes para cada tiempo de reacción y relación de licor establecidos [8].

La nanocelulosa obtenida se analizará a través de técnicas de Espectroscopia Infrarroja con Transformadas de Fourier (FTIR), Difracción de Rayos X (DRX), Análisis termogravimétrico (TGA), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), y Microscopía electrónica de transmisión (TEM) 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 [8,9]

5.4 Etapa 3: Obtención y caracterización de hidrogeles

Para la obtención de hidrogeles de nanocelulosa se usará el método desarrollado por Saito et al, (2011), dicho método consiste en la adición gota a gota de una solución de Ácido clorhídrico (HCl) de concentración 1 M a las nano partículas de celulosa con una concentración de 0,4% (w/v), esto se realizará en un vial con el fin de que la solución de HCl caiga por la pared lateral de esté hasta alcanzar un pH igual a 2. Una vez añadida la solución de HCl se producirá la gelificación, esta se



deberá dejar reposar por un día, posteriormente se deberá lavar con abundante agua hasta alcanzar un pH neutro [3,5].

Para la caracterización de los hidrogeles se determinará el porcentaje de hinchamiento, contenido de agua en equilibrio, porcentaje de gelación, y viscosidad dinámica, esto con el fin de determinar las propiedades físicas de los hidrogeles obtenidos [6,10].

Bibliografía:

1. INEC. (2012). Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua. Recuperado de: <http://www.ecuadorencifras.gob.ec/wpcontent/descargas/Presentaciones/PRESENTACION-Espac.pdf> (Agosto, 2017)
2. Han, J., Lei, T., y Wu, Q., (2014). High-water-content mouldable polyvinyl alcohol-borax hydrogels reinforced by well-dispersed cellulose nanoparticles: Dynamic rheological properties and hydrogel formation mechanism. *ELSEVIER*, 102, 306-316. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.11.045>
3. Salas, C., Nypelö, T., Rodríguez-Abreu, C., Carrillo, C., y Rojas, O., (2014). Nanocellulose properties and applications in colloids and interfaces. *ELSEVIER*, 19, 383-396. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cocis.2014.10.003>
4. Cintil, J., Lovely, M., y Sabu, T. (2014). Review of recent research in nanocellulose preparation from different lignocellulosic fibers. *Rev. Adv. Meter. Sci.* 37, 20-25.
5. Saito, T., Uematsu, T., Kimura, S., Enomae, T., y Isogai A., (2011). Self-aligned integration of native cellulose nanofibrils towards producing diverse bulk materials. *Soft Matter*, 7, 8804-8809. <http://dx.doi.org/10.1039/c1sm06050c>
6. Dong, H., Synder, J., Tran, D., y Leadore, J., (2013), Hydrogel, aerogel and film of cellulose nanofibrils functionalized with silver nanoparticles. *ELSEVIER*, 95, 760-767. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.03.041>
7. 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.
8. Jiang, F., y Hsieh, Y., (2013). Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures. *ELSEVIER*, 95, 32-40. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.02.022>
9. Beck, S., Roman, M., y Gray, D. (2005). Effect of Reaction Conditions on the Properties and Behavior of Wood Cellulose Nanocrystal Suspensions. *Biomacromolecules*, 6(2), 1048-1054. <https://doi.org/10.1021/bm049300p>
10. Sánchez, V. (2016). Obtención de hidrogeles de inulina para remoción de arsénico (Tesis previa a la obtención del título de Ingeniero Químico). Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
11. ASTM D1107-96. (2013). Standard Test Method for Ethanol-Toluene Solubility of Wood. Recuperado de www.astm.org (Agosto, 2017)
12. ASTM D4442-07. (2007). Standard Test Methods For Direct Moisture Content Measure of Wood and Wood Base Materials. Recuperado de www.astm.org (Agosto, 2017)



6 Infraestructura, equipos y fondos adicionales.

6.1 Infraestructura y equipos

Infraestructura	Equipos	
Laboratorio	Nombre del Equipo	Ubicación del Equipo
Laboratorio de Investigaciones Aplicadas	Ultrasonido	Laboratorio de Investigaciones Aplicadas DCN
Metalurgia extractiva	Microscopio electrónico de barrido	Metalurgia extractiva DEMEX
Nuevos materiales	Equipo de TGA	Nuevos materiales Materiales
Metalurgia extractiva	Difractor de rayos X	Metalurgia extractiva DEMEX
Metalurgia extractiva	Microscopio electrónico de barrido	Metalurgia extractiva DEMEX
Centro Textil Politécnico	Microscopio Óptico	Centro Textil Politécnico DIQ
CIAP	Equipo de FTIR	CIAP DECAB
Pulpa y Papel	Digestor de pulpa y papel	Pulpa y Papel DECAB
Centro Textil Politécnico	Centrifugadora	Centro Textil Politécnico DIQ
Operaciones Unitarias	Banco de soxhlet	Operaciones Unitarias DIQ
Centro Textil Politécnico	Molino de Cuchillas	Centro Textil Politécnico DIQ
CIAP	Reómetro	CIAP DECAB

6.2 Breve justificación del equipo requerido

No se requieren equipos adicionales.

6.3 Fondos Adicionales

- *Ninguno*