



UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO
CAMPUS GUANAJUATO
DIVISIÓN DE CIENCIAS NATURALES Y EXACTAS

**“Síntesis y caracterización de nanocelulosa a partir de
Eichhornia Crassipes”**

TESIS

Que para obtener el título de
Maestro en Ciencias Químicas

Presenta

Francisco Javier Gaytán Lara

Asesora:

Dra. Clarisa Villegas Gómez

Co-asesores:

Dra. María del Rosario Galindo González

Dr. David Contreras López

Sinodales:

Dra. Rosalba Fuentes Ramirez (Presidente) _____

Dr. José Antonio Guerra Contreras (Secretario) _____

Dr. David Cruz Cruz (Vocal) _____

Dr. Javier Vallejo Montesinos (Suplente) _____

DECLARATORIA

Por medio de la presente nos responsabilizamos de la autenticidad y originalidad del presente trabajo titulado: “**Síntesis y caracterización de nanocelulosa a partir de *Eichhornia Crassipes***”

Realizado por el Q. Francisco Javier Gaytán Lara, para obtener el título de Maestro en Ciencias Químicas. El presente trabajo fue realizado en las instalaciones del Laboratorio de Materiales pertenecientes al cuerpo Académico de Ciencia y Tecnología Ambiental y de Materiales de la División de Ciencias Naturales y Exactas de la Universidad de Guanajuato.

Asesor:



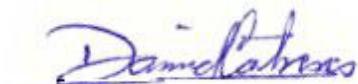
Dra. Clarisa Villegas Gómez
Universidad de Guanajuato

Co-asesora:



Dra. María del Rosario Galindo González
Catedrática CONACyT

Co-asesor:



Dr. David Contreras López
Universidad de Guanajuato

Alumno:



Q. Francisco Javier Gaytán Lara
Universidad de Guanajuato

Guanajuato, Gto. Mayo 2022

AGRADECIMIENTOS

A Dios por escuchar mis oraciones, por su infinito amor, por guiar mi camino y poner a las personas adecuadas en él.

A mi madre, Leticia, por su amor incondicional, sus consejos, sabiduría de vida, devoción y entrega como madre, como Médico, pero sobre todo como ser humano (el amor al prójimo y la perseverancia en búsqueda de seguir mis sueños son las lecciones más grandes que aprendí gracias a ti).

A mi padre, Javier, por su apoyo y aliento, su ejemplo como hombre entregado a darlo todo por amor a su esposa e hijos es mi mayor ejemplo. (La paciencia, la prudencia, el saber dar consejos y palabras siempre adecuadas en cualquier situación son enseñanzas tuyas.)

A mis hermanas, Tania y Paola, por sus oraciones, su apoyo, su amor, palabras de aliento y motivación, su ayuda cuando la necesité, mis compañeras de vida, de ustedes también he tomado valiosos consejos de vida y la admiración que les tengo me motiva a seguir preparándome.

A mi cuñado. Rito, siempre has sido un amigo invaluable, más que un amigo sabes que eres para mí un hermano, gracias por todo tu apoyo y palabras de motivación, la vida por algo nos hizo amigos y después familia.

A mi novia Laura, de nuevo te agradezco por todo el amor, paciencia, por estar a mi lado y motivarme cuando lo necesité, por ser mi amiga y compañera de vida los últimos 11 años.

A mis amigos Rocío, Ani, Rayito, Migue, Pau, Rocío, Cynthia, Miriam, Fer Berrios, Marco, Chema, Daniel, Francis, Sam y Andrey gracias por los buenos momentos, son excelentes compañeros y amigos. Es un orgullo tenerlos como amigos personas tan valiosas.

A mis amigos Merchan, Rocío, Andrey, Jhonny, Ricardo, Lucy, Ameyalli, Nayeli, Alexa y Emmanuel por su compañía y buenos momentos vividos en este proceso, muchas gracias por su amistad los llevo siempre conmigo.

A mi asesora Dra. Clarisa Villegas, por su confianza y darme el apoyo necesario para poder hacer realidad mi proyecto de tesis y el excelente trato que siempre me ha dado.

A mi co-asesora Dra. María del Rosario Galindo, una vez más por confiar en mí para realizar este trabajo, por su apoyo, paciencia, consejos y compartir su conocimiento. Por prestarme todo lo que le requerí para poder llevar a cabo este trabajo.

A mi co-asesor Dr. David Contreras, gracias de nuevo por ver ese potencial en mí, por invitarme a subirme al barco y ayudarme a encontrar mi camino como Químico, por la confianza, la empatía y el apoyo incondicional. También por gestionar que no me faltara nada para poder realizar este trabajo.

Se agradece al CONACYT por otorgarme la beca a través de mi posgrado para poder realizar mis estudios y proyecto de maestría.

Por último, a todos aquellos que formaron parte de este proceso en mi vida, muchas gracias.

RESUMEN

Los materiales celulósicos aislados con una dimensión en la escala de nanómetros se conocen genéricamente como nanocelulosas. De manera única, estos materiales combinan propiedades importantes de la celulosa tales como la hidrofilia, amplia capacidad de modificación química y la formación de versátiles morfologías de fibra semicristalina. Estas morfologías tienen las características específicas de los materiales a nanoescala debido a que su superficie es muy grande. Las fibrillas de celulosa con anchos en la gama nanométrica son materiales basados en la naturaleza con un único y características potencialmente útiles. El proceso de obtención de nanocelulosa se basó en el publicado por Kloser y Gray (2010) el cual se modificó para optimizarlo y adecuarlo a la fuente vegetal utilizada. Se utilizó como fuente la planta *Eichhornia crassipes* (lirio acuático) obtenida en la ubicación dada por las coordenadas: 20° 13' 15" N y 101° 8' 35" O en el municipio de Yuriria, Guanajuato. La cual fue tratada mediante 3 pasos tratamiento alcalino, blanqueamiento de celulosa e hidrólisis ácida. También se realizó hidrólisis ácida a una muestra de celulosa comercial para comparar con la de fuente vegetal. Las muestras fueron caracterizadas por las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopía en el Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR por sus siglas en inglés), Resonancia Magnética Nuclear (RMN) (¹³C) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC por sus siglas en inglés). Los resultados mostraron que se logró aislar exitosamente nanocelulosa a partir de la planta *Eichhornia crassipes*.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS	4
RESUMEN	6
1. MARCO TEÓRICO	10
1.1 Introducción.....	11
1.2 Celulosa	11
1.2.1 Nanocelulosa	14
1.2.2 Aplicaciones de nanocelulosa en composites.	16
1.5 <i>Eichhornia crassipes</i> (lirio acuático).	17
1.6 Estado del Arte.....	20
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.	21
3. JUSTIFICACIÓN.....	22
4. OBJETIVO GENERAL.....	22
4.1 Objetivos particulares.	22
5. HIPÓTESIS	22
6. METODOLOGÍA.....	23
6.1 Diseño experimental	24
6.2 Recolección y caracterización de <i>Eichhornia crassipes</i>	25
6.2.1 Caracterización mediante software Plant Net	25
6.2.2 Caracterización asistida por un Biólogo.....	27
6.3 Síntesis de Nanocelulosas	33
6.2.1. Síntesis química de Nanocelulosa a partir de una fuente comercial.	33
6.2.2. Síntesis química de Nanocelulosa a partir de <i>Eichhornia crassipes</i> recolectada en el municipio de Yuriria en Guanajuato Gto.....	33
7. CARACTERIZACIÓN	35
7.1 Técnicas de Caracterización	36
7.1.1 Difracción de Rayos X (DRX).	36
7.1.2 Espectroscopía IR por transformada de Fourier (FTIR).	39
7.1.3 Resonancia magnética nuclear (NMR).	41
7.1.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).	45
7.1.5 Microscopía óptica	49

8. RESULTADOS.....	55
8.1 Caracterización de Nanocelulosa	56
8.1.1 Difracción de rayos X (DRX).....	56
8.1.2 Espectroscopía IR por transformada de Fourier (FTIR).	60
8.1.3 Resonancia magnética Nuclear de ¹³C.....	66
8.1.4 Calorimetría diferencial de Barrido (DSC).	70
8.1.5 Microscopía óptica	75
9. CONCLUSIONES.....	76
10. TRABAJO A FUTURO.	77
12. BIBLIOGRAFÍA	78

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Estructura de unión de Piranosas en la celulosa (Web Of Science).....	12
Figura 2 Estructura de la celulosa (Kalia, Kumar & Kaith 2011).....	14
Figura 3 Número de papers publicados de nanocelulosa de 2010 a 2020 (Consultado en Octubre 26 de 2020) (Sci Finder).	16
Figura 4 Diseño experimental	24
Figura 5 Imagen de lirio acuático recolectado.....	25
Figura 6 Resultado de la aplicación PlantNet para el lirio recolectado.....	26
Figura 7 <i>Eichhornia crassipes</i>	27
Figura 8 Representación esquemática de la Ley de Bragg. (B. D. Cullity (1967). Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Second Edition Pag: 84.....	37
Figura 9 Representación de los parámetros cristalográficos. (B. D. Cullity (1967). Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Pág 109).....	38
Figura 10 Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro infrarrojo. (Noria 2017).....	40
Figura 11 Diagrama de estados de espín α y β . (Reich, 2017)	42
Figura 12 Diagrama de movimiento precesional. (Reich, 2017).....	43
Figura 13 Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro de resonancia magnética nuclear. (Reich 2017).	44
Figura 14 <i>Obtención del Cp para el estado de transición. (Venegas, 2017).</i>	47
Figura 15 Componentes de un microscopio óptico de campo claro.	49
Figura 16 El método de iluminación Köhler	51
Figura 17 Difractograma de una muestra de <i>Eichhornia crassipes</i> molida vs Celulosa de <i>Eichhornia crassipes</i>	56
Figura 18 Difractograma de celulosa de <i>Eichhornia crassipes</i> vs nanocelulosa de de <i>Eichhornia crassipes</i>	57
Figura 19 Difractograma de celulosa comercial vs nanocelulosa de fuente comercial.....	58

Figura 20 Difractograma de nanocelulosa de fuente comercial vs nanocelulosa de Eichhornia crassipes.	59
Figura 21 Espectro FTIR de nanocelulosa obtenida a partir de Eichhornia crassipes.	60
Figura 22 Comparativa de espectros FTIR de las muestras de Eichhornia crassipes, Celulosa de Eichhornia crassipes y nanocelulosa de de Eichhornia crassipes.	62
Figura 23 Comparativa de espectros FTIR de celulosa y nanocelulosa de fuente E.C. así como celulosa y nanocelulosa de fuente comercial.	64
Figura 24 Espectro de resonancia magnética de ^{13}C para la muestra de celulosa de fuente comercial.	66
Figura 25 Espectro de resonancia magnética de ^{13}C para la muestra de nanocelulosa de fuente comercial.	67
Figura 26 Espectro de resonancia magnética de ^{13}C para la muestra de nanocelulosa Eichhornia crassipes.	68
Figura 27 Curvas de DSC de Eichhornia crassipes.	70
Figura 28 Curvas de DSC de celulosa extraída de Eichhornia crassipes.	71
Figura 29 Curvas de DSC de celulosa de fuente comercial.	72
Figura 30 Curvas de DSC de nanocelulosa de Eichhornia crassipes fuente comercial.	73
Figura 31 Curvas de DSC de nanocelulosa de fuente comercial.	74
Figura 32 Fotografía obtenida del microscopio óptico con aumento de 100x de la muestra nanocelulosa de Eichhornia crassipes.	75

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Tipos de nanocelulosa (Islam, 2014).	15
Tabla 2 Comparativo de la presencia de celulosa en Eichhornia crassipes con plantas presentes en la región.	18
Tabla 3 Trabajos resaltables acerca de obtención de celulosa y nanocelulosa a partir de Eichhornia crassipes.	20
Tabla 4 Asignación de señales de FTIR de la muestra de nanocelulosa obtenida a partir de Eichhornia crassipes con el tratamiento 3.	61
Tabla 5 Asignación de señales del espectro de RMN de ^{13}C de la muestra celulosa de fuente comercial.	66
Tabla 6 Asignación de señales del espectro de RMN de ^{13}C de la muestra nanocelulosa de fuente comercial.	67
Tabla 7 Asignación de señales del espectro de RMN de ^{13}C de la muestra nanocelulosa de Eichhornia crassipes.	68

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Introducción.

La industria de los polímeros es actualmente uno de los sectores más activos en la economía mundial debido a la demanda sostenida de sus productos en muchas aplicaciones tecnológicas ^[1]. Existe una gran preocupación ambiental acerca del consumo de materiales basados en combustibles fósiles, ya que las emisiones de gases que provocan, el prolongado tiempo de degradación, los efectos nocivos en la salud humana, etc., han obligado a la ciencia a buscar tecnologías para desarrollar materiales sustentables que sean amigables con la naturaleza como reemplazo de los productos derivados del petróleo.

Entre los biopolímeros existentes, la celulosa de cadena lineal es el polímero orgánico renovable más abundante en la biosfera. Y se sabe tiene excelentes propiedades mecánicas, producción económica y es funcionalizable, ya sea en forma de fibras o derivados. La celulosa constituye casi un billón de toneladas de la producción de biomasa anual del mundo, teniendo un impacto importante en el desarrollo de numerosos materiales ^[2].

1.2 Celulosa

La celulosa es el polímero natural renovable más abundante que existe. La celulosa ha sido obtenida a partir de madera, algodón, sisal, tunicados y otras fibras de plantas para materiales de construcción, como fuente de energía y para ropa desde hace aproximadamente 150 años ^[3]. La celulosa es un polímero natural, consiste en una larga cadena constituida por el enlace de moléculas más pequeñas. Los eslabones (unidades monoméricas) en la cadena de celulosa están constituidos por azúcar, β -D-glucosa. Las unidades de azúcar están vinculadas, cuando se elimina el agua combinando el grupo H y -OH. Al unir solo dos de estos azúcares produce un disacárido llamado celobiosa. En la cadena de celulosa, las unidades de glucosa están en

anillos de 6 miembros, llamados piranosas. Son unidos por átomos de oxígeno individuales (enlaces de acetal) entre el C-1 de un anillo de piranososa y el C-4 del siguiente anillo. Ya que se pierde una molécula de agua debido a la reacción de un alcohol y un hemiacetal para formar un acetal, las unidades de glucosa en el polímero de celulosa se denominan unidades de anhidroglucosa, tal como se aprecia en la **Figura 1** ^[4].

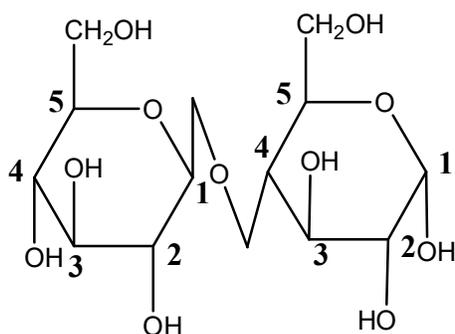


Figura 1 Estructura de unión de Piranosas en la celulosa (Web Of Science).

La disposición espacial o estereoquímica de estos enlaces acetales es muy importante. Los anillos piranosos de la molécula de celulosa tienen todos los grupos más grandes que el hidrógeno sobresaliendo de la periferia de los anillos (posiciones ecuatoriales). La estereoquímica en los carbonos 2, 3, 4 y 5 de la molécula de glucosa está fija, pero en forma de piranososa, el hidroxilo en C-4 puede acercarse al carbonilo en C-1 desde cualquier lado, resultando en dos estereoquímicas diferentes en C-1. Cuando el grupo hidroxilo en C-1 está en el mismo lado del anillo, como el carbono C-6, se dice que está en la configuración α . En la celulosa, el oxígeno C-1 está en la configuración opuesta o β (es decir, la celulosa es poli [β -1,4-D-anhidroglucopiranososa]). Esta configuración β , con todos los grupos funcionales en posiciones ecuatoriales, hace que la cadena molecular de la celulosa se extienda en una línea más o menos recta, por lo que es una buena formadora de fibra de polímero ^[4].

Debido a estas posiciones ecuatoriales de los hidroxilos en la cadena de celulosa y que sobresalen lateralmente a lo largo de la molécula extendida y permiten que estén fácilmente disponibles para generar los enlaces de hidrógeno correspondientes.

Estos enlaces de hidrógeno hacen que las cadenas se agrupen en una estructura muy ordenada. Como las cadenas suelen ser más largas que las regiones cristalinas, se cree que pasan a través de varias regiones cristalinas diferentes, con áreas de desorden en el medio (modelo "flecso-micelas") ^[4]. Los enlaces de hidrógeno intercadena en las regiones cristalinas son fuertes, dando que la fibra resultante tenga buena resistencia e insolubilidad en la mayoría de los disolventes. También evitan que la celulosa se derrita (no termoplástica). En las regiones menos ordenadas, las cadenas son más separadas y disponibles para la unión de hidrógeno con otras moléculas, como el agua. La mayoría de las estructuras de celulosa pueden absorber grandes cantidades de agua (son higroscópicas). Así, la celulosa se hincha, pero no se disuelve en agua.

La molécula de celulosa contiene tres tipos diferentes de unidades de anhidroglucosa, el extremo reductor con un grupo hemiacetal (o aldehído) libre en C-1, el extremo no reductor con un hidroxilo libre en C-4 y los anillos internos unidos en C1 y C-4. Pero debido a la longitud de la cadena larga, la química de los grupos de alcohol de las unidades internas predomina, entonces siempre que las cadenas no se corten por las condiciones de reacción. Sin embargo, a diferencia de los alcoholes simples, las reacciones de celulosa son generalmente controladas por factores estéricos de lo esperado sobre la base de la reactividad inherente de los diferentes grupos hidroxilo. C-2, C-3 y C-6 hidroxilos y C-H los grupos son sitios activos en celulosa para la incorporación de cadenas poliméricas mediante injerto. En

injerto, ha sido reportado que la reactividad del grupo hidroxilo en C-6 es mucho menor que los de C-2 y C-3 [4].

En la **Figura 2** se presenta la estructura de la celulosa.

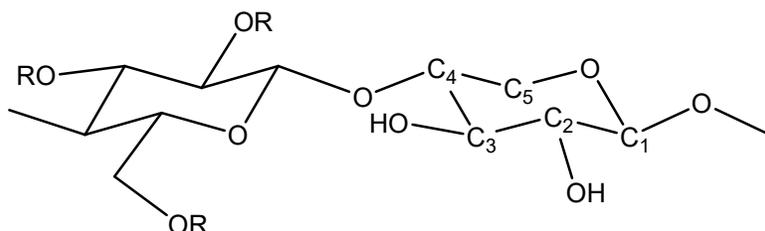


Figura 2 Estructura de la celulosa (Kalia, Kumar & Kaith 2011).

1.2.1 Nanocelulosa

Los materiales celulósicos aislados con una dimensión en el rango de nanómetros se conocen genéricamente como nanocelulosas. La nanocelulosa es un material también natural muy prometedor y recientemente ha recibido mucha atención debido a sus notables características tales como reciclabilidad, biocompatibilidad, bajo riesgo de toxicidad y propiedades de superficie mejorables. De manera única, estos materiales combinan propiedades importantes de la celulosa tales como la hidrofilia, amplia capacidad de modificación química y la formación de versátiles morfologías de fibra semicristalina.

Estas morfologías tienen las características específicas de los materiales a nanoescala debido a que su superficie es muy grande.

Las fibrillas de celulosa con anchos en la gama nanométrica son materiales basados en la naturaleza con un único y características potencialmente útiles.

Por lo tanto, la nanocelulosa permite nuevos usos en los andamios poliméricos de tipo celulosa natural abarcando los campos de materiales sustentables (sustentable porque hay

diversas fuentes naturales de la misma) aunado a que este tipo de materiales presentan interacciones poderosas con las especies circundantes, tales como agua, compuestos orgánicos, nanopartículas y células vivas [5]. Una clasificación de materiales de nanocelulosa se presenta en la **Tabla 1**.

Tabla 1 Tipos de nanocelulosa (Islam, 2014).

Familia de los materiales de Nanocelulosa			
Tipo de Nanocelulosa	Sinonimos	Fuentes Típicas	Formación y tamaño promedio
Celulosa microfibrilada (MFC)	Celulosa microfibriladas nanofibrillas y microfibrillas nanocelulosa nanofibrilada	Madera, remolacha azucarera, tubérculo de patata, cáñamo, linaza	Delaminación de pulpa de madera por presión mecánica antes y / o después del tratamiento químico o enzimático, Diámetro: 5-60 nm, longitud: varios micrómetros
Celulsa Nanocristalina (NCC)	Nanocristales de celulosa, cristalitos, bigotes, celulosa en forma de barra, microcristales	Madera, algodón, cáñamo, lino, paja de trigo, corteza de morera, ramio, avicel, tunicina, celulosa de algas y bacterias.	Hidrólisis ácida de celulosa de muchas fuentes. Diámetro: 5-70 nm, longitud: 100–250 nm (a partir de celulosas vegetales); 100 nm a varios micrómetros (de celulosas de tunicados, algas, bacterias).
Nanocelulosa bacteriana (BNC)	Celulosa bacteriana, celulosa microbiana biocelulosa	Azúcares de bajo peso molecular y alcoholes	Síntesis bacteriana, diámetro: 20–100 nm; diferentes tipos de redes de nanofibras.

La nanocelulosa permite nuevos usos de los polímeros del tipo celulosa natural en los campos de materiales sustentables (es sustentable ya que hay diversas fuentes naturales de la misma) aunado a que este tipo de materiales poliméricos presentan interacciones poderosas con las especies circundantes, tales como agua, compuestos orgánicos, nanopartículas y células vivas. Generalmente se produce a partir de celulosa nativa encontrada en células vegetales. Las paredes de estas células consisten en lignocelulosa, la cual se compone principalmente

de celulosa, hemicelulosa y lignina. Como dato adicional la nanocelulosa es un tema de creciente interés científico en los años más recientes ^[6]. Como se muestra en la **Figura 3**.



Figura 3 Número de papers publicados de nanocelulosa de 2010 a 2020 (Consultado en Octubre 26 de 2020) (Sci Finder).

1.2.2 Aplicaciones de nanocelulosa en composites.

Cabe señalar que los nanocompuestos poliméricos son un tema de creciente interés en los últimos años debido a sus importantes propiedades mecánicas mejoradas y estabilidad térmica respecto a polímeros puros o compuestos de polímeros convencionales. Es por ello por lo que los materiales de fibra de celulosa a nanoescala sirven como candidatos prometedores para la producción de bio-nanocompuestos debido a su abundancia, alta resistencia y rigidez, bajo peso y biodegradabilidad. El aislamiento, caracterización y búsqueda de aplicaciones de formas novedosas de celulosa, denominadas cristalitas, como los nanocristales, bigotes, nanofibrillas y nanofibras están generando mucha actividad actualmente. Existe la posibilidad de generar composites con fibras celulósicas, las

nanoestructuras de celulosa también pueden ser empleadas para el desarrollo de nanocompositos, en particular a partir de matrices poliméricas.

Desde el primer anuncio del uso de nanocristales de celulosa como fase de refuerzo (Favier et al. 1995), han sido ampliamente utilizados como modelos de relleno en varios tipos de matrices poliméricas o biopoliméricas obteniéndose compositos de gran valía y aportando características especiales que son complicadas de conseguir con otro tipo de materiales ^[8].

Se han incorporado CNC como agentes de refuerzo en una amplia gama de matrices poliméricas como poli (oxietileno), poli (alcohol vinílico), caucho natural, almidón y poliuretano ^[9].

1.5 *Eichhornia crassipes* (lirio acuático).

El jacinto de agua o lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) es una especie de planta flotante que vive en el agua. El crecimiento rápido de la planta acuática del Jacinto la ha convertido en una maleza (plaga) en algunos cuerpos acuáticos como es el caso del lago de Yuriria, en el estado de Guanajuato, México. El jacinto de agua es llamado la peor hierba acuática del mundo debido a su capacidad para cubrir rápidamente vías fluviales enteras. El crecimiento del jacinto de agua en 6 meses alcanza 125 toneladas de peso húmedo en el área de 1 hectárea ^[18]. Es importante señalar que *Eichhornia crassipes* contiene el 31 % de celulosa en la raíz y 27 % de celulosa en el brote aproximadamente haciéndola una excelente candidata para el presente trabajo de investigación por el alto contenido total de celulosa ^[19]. En la **Tabla 2** se hace un comparativo de la presencia de celulosa en *Eichhornia crassipes* así como en otras plantas.

Tabla 2 Comparativo de la presencia de celulosa en *Eichhornia crassipes* con plantas presentes en la región.

Planta		% de Celulosa	Planta		% de Celulosa
Nombre	Nombre común		Nombre	Nombre común	
<i>Eichhornia crassipes</i>	Lirio	27	<i>Cupressus sempervirens</i>	Ciprés	28
<i>Myrtillocactus geometrizans</i>	Garambullo	40	<i>Citrus limon</i>	Limón	69
<i>Acacia farnesiana</i>	Huizache	42	<i>Psidium guajava</i>	Guayaba	13
<i>Ipomoea murucoides</i>	Cazahuate	33	<i>Stenocereus queretaroensis</i>	Pitayo	17
<i>Viscum album</i>	Muérdago blanco	20	<i>Cupressus lusitanica</i>	Cedro	59
<i>Schinus molle</i>	Pirúl	67	<i>Nerium oleander</i>	Laurel Rosa	45
<i>Mimosa monancistra</i>	Uña de gato	27	<i>Ligustrum lucidus</i>	Trueno	13
<i>Cylindropuntia imbricata</i>	Cardenche	14	<i>Bougainvillea spectabilis</i>	Bugambilia	27
<i>Propopis laevigata</i>	Mezquite	17	<i>Pssitacanthus schiedeanus</i>	Muérdago naranja	20
<i>Tillandsia recurvata</i>	Barba de viejo	28	<i>Yucca elephantipes</i>	Yuca	88
<i>Jacaranda mimosifolia</i>	Jacaranda	30	<i>Platycadus orientalis</i>	Tulia	40
<i>Bursera fagaroides</i>	Palo Xixote	28	<i>Leonotis nepetifolia</i>	Cordón de sol	13
<i>Aloe vera</i>	Sábila	58	<i>Ricinus comunis</i>	Hilguerilla	35
<i>Thevetia thevetioides</i>	Fraile	15	<i>Phoenix canariensis</i>	Palma canaria	30
<i>Bahuinia variegata</i>	Pata de vaca	37	<i>Nicotiana glauca</i>	Tabaquillo	60
<i>Bacharis sp.</i>	Jarilla	40	<i>Agave americana</i>	Agave	34
<i>Lysiloma acapulcensis</i>	Tepehuaje	29%	<i>Lantana cámara</i>	Lantana	30
<i>Ficus benjamina</i>	Ficus	35	<i>Washingtonia robusta</i>	Palmera Abanico	28
<i>Prunus persica</i>	Durazno	22	<i>Eriobotrya japonica</i>	Níspero	8
<i>Opuntia sp.</i>	Nopal	20	<i>Persea americana</i>	Aguacate	15
<i>Agave tequiliana</i>	Agave	37	<i>Punica granatum</i>	Granada	10
<i>Eucaliptus globulus</i>	Eucalipto	25	<i>Dasyilirion</i>	Sotol	35

El jacinto de agua o lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) es una planta de rápido crecimiento y cubre extensas áreas provocando bloqueo de canales de riego y ríos, como ya se ha mencionado en párrafos anteriores, restringe el acceso del ganado al agua, destruye los humedales naturales, elimina las plantas acuáticas nativas, reduce la infiltración de la luz solar, conllevando un cambio de la temperatura, el pH y los niveles de oxígeno del cuerpo acuático, reduciendo el intercambio de gases en la superficie del agua, aumentando la pérdida de agua a través de la transpiración (mayor que la evaporación de un cuerpo de agua abierto), alterando los hábitats de organismos acuáticos, restringiendo el uso recreativo de las vías fluviales, reduciendo los valores estéticos de las vías fluviales, reduciendo la calidad del agua de las plantas en descomposición. Algunos trabajos acerca de aplicación para *Eichhornia crassipes* se pueden encontrar en la **Tabla 3**.

1.6 Estado del Arte

En la **Tabla 3**, se puede apreciar el aprovechamiento diverso que se le ha dado al lirio acuático como fuente de celulosa y los estudios que se le han realizado al respecto.

Tabla 3 Trabajos resaltables acerca de obtención de celulosa y nanocelulosa a partir de *Eichhornia crassipes*.

<i>Artículo</i>	<i>Método</i>	<i>Producto</i>	<i>Autor</i>	<i>Publicación</i>
<i>“Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes”</i> [20]	Alcalinización, Blanqueamiento, Hidrólisis ácida y Tratamiento mecánico	Fibras de nanocelulosa Diámetro: 20 - 100 nm	Sundari, M.T. & Ramesh, A.	/ Carbohydrate Polymers 87 (2012) 1701– 1705.
<i>“Cellulose Isolation from Tropical Water Hyacinth for Membrane Preparation”</i> [18]	Tolueno/Etanol, Blanqueamiento, Hidrólisis y Acetilación	Celulosa en Polvo	Istirokhatuna , T.; Rokhatib, N.	Procedia Environmental Sciences, 2014 . 23, 274 – 281.
<i>“Aprovechamiento de Eichhornia crassipes (lirio acuático) proveniente de la zona de Yuriria, Guanajuato, como fuente de Lignina, Celulosa y Hemicelulosa”</i> [21]	Alcalinización, Blanqueamiento, Hidrólisis ácida	Hemicelulosa, celulosa y lignina	Hernández, J.A.; Torres- García.	Innovación y desarrollo tecnológico, Volumen 7 – Número 1, Enero – Marzo 2015
<i>“XRD and FTIR Studies of Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth (Eichhornia crassipes) Fiber”</i> [22]	Alcalinización, Blanqueamiento, Hidrólisis ácida (HCl 5M) y homogeneización ultrasónica.	Círculos de nanocelulosa cristalina (NCC) Diámetro: 10 - 40 nm	Asrofi y colaboradores.	Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials 2017 . Vol. 29, pp 9-16.
<i>“Isolation of Nanocellulose from Water Hyacinth Fiber (WHF) Produced via Digester-Sonication and Its Characterization”</i> [23]	Alcalinización, Blanqueamiento, Hidrólisis ácida doble (HCl 5M, 3.5M) homogeneización ultrasónica.	FNC cristalina (NCC) Diámetro:15.16 nm Longitud:147.4 nm	Asrofi y colaboradores.	Fibers and Polymers 2018 , Vol.19, No.8, 1618-1625
<i>“Water Hyacinth: A Sustainable Lignin-Poor Cellulose Source for the Production of Cellulose Nanofibers”</i> [24]	Tratamiento alcalino	FNC con diámetros de 10 a 30 nm y longitudes de varios μm .	Tanpichai & Biswas	ACS Sustainable Chem. Eng. 2019 , 7, 23, 18884–18893.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

Se sabe que la celulosa es de los materiales más abundantes en la naturaleza. Sus múltiples estructuras en nanoescala que posee, presentan nuevas propiedades de carácter flexible, poroso, biocompatible, entre otras. La nanocelulosa se genera en materiales orgánicos y una forma de extraerla es a partir de ciertas plantas que generan una pulpa con estructuras en nanoescala. Hablando de la estructura de nanofibrillas de celulosa (CNF) son candidatas prometedoras como material de refuerzo de polímero sostenible. Las obtenidas de fuentes naturales a base de fibra tienen aplicaciones potenciales en la preparación de compuestos reforzados, películas delgadas biodegradables, adsorbentes, filtros, etc. Por tanto, la nanocelulosa al ser un tema de relevancia actual, sabiendo que se obtiene de diversas fuentes entre las cuales están las de origen natural y que a su vez el jacinto de agua o lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) es una planta de rápido crecimiento la cual cubre extensas áreas, provocando el bloqueo de canales de riego y ríos. Como ya se ha mencionado anteriormente, ésta restringe el acceso del ganado al agua, destruye los humedales naturales, elimina las plantas acuáticas nativas, reduce la infiltración de la luz solar, lo cual conlleva, a un cambio en la temperatura, en el pH y en los niveles de oxígeno del cuerpo acuático, reduciendo así el intercambio de gases en la superficie del agua, aumentando la pérdida a través de la transpiración (mayor que la evaporación de un cuerpo de agua abierto), también altera los hábitats de organismos acuáticos, restringiendo el uso recreativo de las vías fluviales, reduciendo los valores estéticos de las mismas, reduciendo la calidad del agua de las plantas en descomposición.

3. JUSTIFICACIÓN.

Se pretende lograr la síntesis de nanocelulosa a partir de *Eichhornia crassipes*, adaptando un método de síntesis a partir de otras fuentes vegetales, esto con el fin de aprovechar la abundancia natural que posee esta especie acuática, siendo el presente trabajo de investigación además una propuesta a la solución de una problemática que existe en el estado de Guanajuato.

4. OBJETIVO GENERAL.

Realizar la síntesis y un estudio comparativo de las propiedades de nanocelulosa obtenida de una fuente comercial y de una fuente natural (*Eichhornia crassipes*).

4.1 Objetivos particulares.

- Sintetizar por vía química y caracterizar Nanocelulosa a partir de Celulosa Comercial.
- Sintetizar por vía química y caracterizar Nanocelulosa a partir de *Eichhornia crassipes*.
- Caracterizar las nanocelulosas obtenidas.

5. HIPÓTESIS

Se obtendrá un método de síntesis de nanocelulosa a partir de *Eichhornia crassipes* cuyas propiedades no serán significativamente diferentes a las obtenidas de una fuente comercial demostrando un posible uso a dicha planta considerada una plaga.

6. METODOLOGÍA

6.1 Diseño experimental

El diseño experimental se formuló de la siguiente manera:

A partir de la planta *Eichhornia crassipes* se aislará celulosa, posteriormente a partir de dicha celulosa se obtendrá nanocelulosa mediante el tratamiento propuesto por hidrólisis ácida. También a partir de celulosa comercial se obtendrá nanocelulosa por el mismo método propuesto. Una vez obtenidas todas las muestras se procederá a la caracterización de estas (ver **Figura 4**).

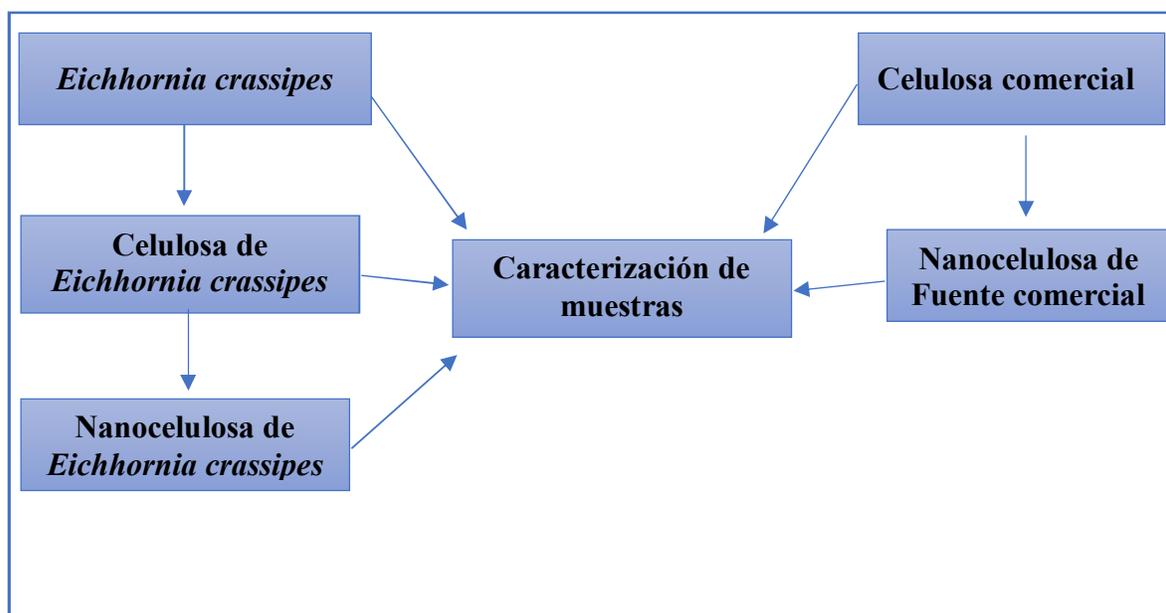


Figura 4 Diseño experimental

6.2 Recolección y caracterización de *Eichhornia crassipes*

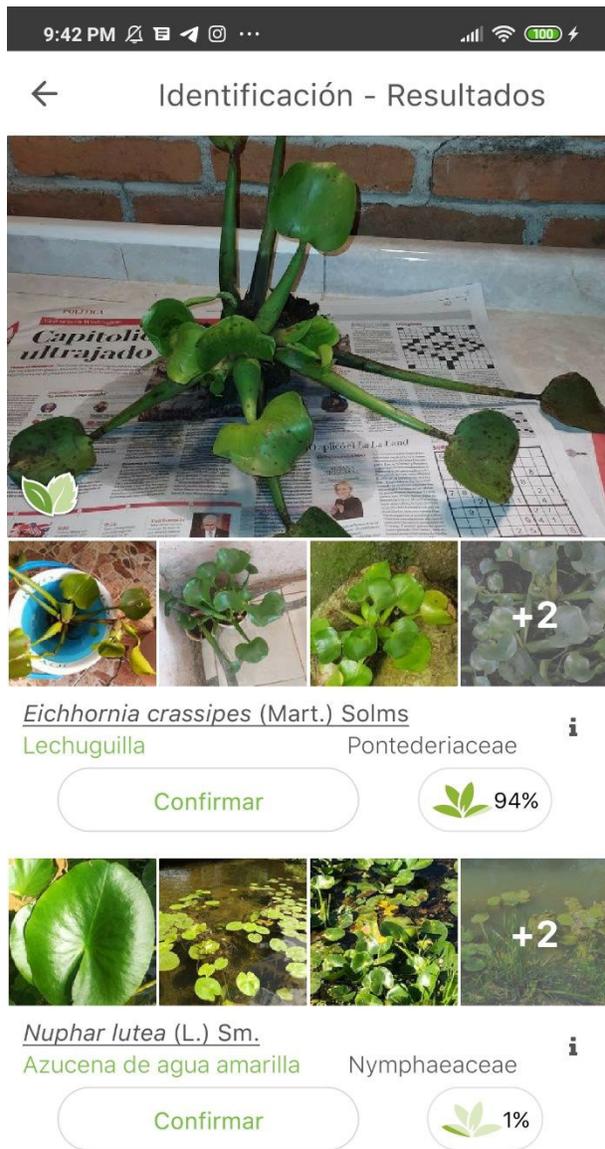
Como primer paso se tuvo que recolectar la planta *Eichhornia crassipes* (lirio acuático) en la ubicación dada por las coordenadas: 20° 13' 15" N y 101° 8' 35" O en el municipio de Yuriria, Guanajuato.

6.2.1 Caracterización mediante software Plant Net

Se tomó una fotografía de la planta recolectada (**Figura 5**) y se cargó en el software de identificación de plantas PlantNet arrojando los siguientes resultados.



Figura 5 Imagen de lirio acuático recolectado.



13 Nombre(s) común(es) (Español)

Eichhornia crassipes (Mart.) Solms

- Lechuguilla
- Bekabe kairanga
- Camalote
- Jacinto de agua
- Jal khumbe
- Jal kumbhi
- Lila de agua
- Lirio acuático
- Taruya
- Choreja
- Lirio de Agua.
- Buchón de agua
- Eichhornia crassipes

Figura 6 Resultado de la aplicación PlantNet para el lirio recolectado.

El software PlantNet identificó el lirio acuático recolectado como *Eichhornia crassipes* con un 94 % de coincidencia.

6.2.2 Caracterización asistida por un Biólogo

La Bióloga Gabriela Gutiérrez Rodríguez cuyos datos de contacto son los siguientes:
Lascuraín de Retana # 5, Col. Centro. Tel. (473) 73 2 00 06 ext, 1005 proporcionó la siguiente ficha técnica ^[68-74].

Pontederiaceae, *Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms (Lirio acuático)



Figura 7 Eichhornia crassipes

Introducción

Esta especie sudamericana es la maleza acuática más seria a nivel mundial. Crece muy rápidamente. Es común en México y causa problemas en lagunas, presas y canales de riego.

1. Nombres

Otros nombres comunes usados en español

Cucharilla, camalote, flor de agua, flor de huauchinango, jacinto, jacinto de agua, lagunera, lechuguilla, lirio acuático, lirio de agua, carolina, papalacate, pico de pato, reina, tamborcillo, violeta de agua, ninfa (Martínez, 1979; Novelo y Ramos, 1998; Rzedowski y Rzedowski, 2001 y 2004).

Nombres comunes en inglés

Water-hyacinth (Correll y Johnston, 1970), water lily.

Categorías taxonómicas superiores

Reino: Plantae; Subreino: Traqueobionta (plantas vasculares); Superdivisión: Spermatophyta (plantas con semillas); División: Magnoliophyta (plantas con flor); Clase: Liliopsida (monocotiledóneas); Subclase: Lilidae; Orden: Liliales.

2. Origen y distribución geográfica

Área de origen

Sudamérica (Rzedowski y Rzedowski, 2004).

Distribución secundaria

Estados Unidos, México, Centroamérica, Las Antillas y partes más cálidas del hemisferio occidental (Novelo y Ramos, 1998); los trópicos del Viejo Mundo. En la Flora de Norteamérica se encuentra un mapa de distribución.

Distribución en México

Se ha registrado en Campeche, Chiapas, Coahuila, Distrito Federal, Durango, Guanajuato, Hidalgo, Jalisco, Estado de México, Michoacán, Morelos, Nayarit, Oaxaca, Querétaro, Quintana Roo, Sinaloa, Sonora, Tabasco, Tamaulipas, Veracruz y Yucatán (Villaseñor y Espinosa, 1998).

Estatus migratorio en México

Exótica.

Forma de migración a larga distancia/asistido por seres humanos

Frecuentemente es dispersada a propósito por personas que la consideran atractiva.

3. Identificación y descripción

¿Con cuáles especies se puede confundir?

Existen otras especies del mismo género, aunque esta es la más común.

Descripción técnica

Basada en Correll y Johnston, 1970; Gleason y Cronquist, 1991; Novelo y Ramos, 1998; Rzedowski y Rzedowski, 2001 y 2004 y observaciones propias (A. Hanan).

Hábito y forma de vida: Planta acuática libremente flotadora o fija al sustrato, perenne.

Tamaño: Muy variable en tamaño, normalmente alrededor de 30 cm. Puede formar matas flotantes grandes.

Tallo: Reducido, estolonífero, aunque un tallo horizontal (rizoma) alargado conecta a diferentes individuos.

Hojas: Formando una roseta basal, los pecíolos largos y cilíndricos en las plantas fijas al sustrato (de 3 a 60 cm de largo), y cortos y globosos en las plantas flotantes, las láminas de las hojas casi circulares o más anchas que largas, de 2.5 a 16 cm de largo y 3 a 12 cm de ancho, ápice truncado, redondeado a ligeramente obtuso, base truncada a algo cordada.

Inflorescencia: Espiciforme, con 4 a 16 flores solitarias y alternar a lo largo del pedúnculo, sésiles, pedúnculo de 6 a 26 (33) cm de largo, grueso, glabro a ligeramente pubescente.

Flores: Grandes (hasta de 5 cm de largo) de color lila, variando del azul a morado, rara vez blanca, con pelillos, con la base tubulosa y hacia el ápice dividida en 6 segmentos desiguales, 3 externos y 3 internos, uno de éstos más ancho y con una mancha amarilla; 6 estambres con pelos glandulares en los filamentos, 3 de ellos más largos, las anteras aflechadas, de un tono azul.

Frutos y semillas: El fruto es una cápsula elíptica, de más o menos 1.5 cm de largo, con 3 ángulos. Las semillas numerosas, de poco más de 1 mm de largo, con 10 costillas longitudinales, de color negruzco.

Raíz: Fibrosas, comúnmente coloreadas.

4. Hábitat

En aguas dulces tranquilas o de ligero movimiento, como zanjas, canales, presas, arroyos, ríos y pantanos; es considerada como maleza acuática (Rzedowski y Rzedowski, 2001).

Distribución por tipo de zonas bioclimáticas

Ambientes acuáticos en todo el país, hasta las partes bajas de los Valles Altos del centro del país.

Distribución altitudinal

En el Valle de México hasta los 2250 m (Rzedowski y Rzedowski, 2001). En el Bajío se registra de los 1750 a los 2000 m (Novelo y Ramos, 1998).

Distribución por tipo de clima

En la actualidad se distribuye en todas las regiones tropicales y subtropicales del mundo (Rzedowski y Rzedowski, 2001).

5. Biología y ecología

Ciclo de vida

Perenne (Rzedowski y Rzedowski, 2001).

Fenología

En el centro de México florece de agosto a octubre (Rzedowski y Rzedowski, 2004) y en el sur de Estados Unidos de abril a julio (Correll y Johnston, 1970). En el Bajío se florece durante todo el año (Novelo y Ramos, 1998).

Plagas, enfermedades y enemigos naturales

Existen varios enemigos naturales que se están aprovechando para control biológico.

Frecuencia y tamaño de las poblaciones

Se estima que cubre aproximadamente 40,000 ha ([ver esta ficha del IMTA](#)). Prácticamente todos los lagos de México tienen problemas con esta especie; por ejemplo, cubre aproximadamente 7000 ha del Lago de Chapala.

6. Impacto e importancia

Efectos sobre la biodiversidad y ecosistemas

Cubre extensas superficies en presas, lagunas y canales, impidiendo el libre paso del agua o la navegación, además afecta la supervivencia de las plantas y los animales nativos (Rzedowski y Rzedowski, 2001 y 2004).

Cultivos afectados y efectos sobre los cultivos

Se afecta la acuacultura, ya que el agua abajo del lirio acuático puede perder su oxígeno.

Usos

En la región chinampera del Valle de México, es usada como abono verde y para levantar el nivel de las chinampas. También se le utiliza como fertilizante, forraje y ornamental (Rzedowski y Rzedowski, 2001 y 2004). Sirve como alimento de carpas, para elaborar artesanías, producir biogás, depurar aguas residuales (Novelo y Ramos, 1998).

Impacto sobre la salud humana

Favorece el desarrollo de mosquitos que producen daños a la salud humana y del ganado (Novelo y Ramos, 1998).

Impacto económico y social

Crea problemas a la pesca, la navegación y al mantenimiento apropiado de áreas recreativas (Rzedowski y Rzedowski, 2004). Se estima que cubre aproximadamente 40,000 ha ([ver esta ficha del IMTA](#)). Prácticamente todos los lagos de México tienen problemas con esta especie; por ejemplo, cubre aproximadamente 7000 ha del Lago de Chapala. Causa problemas para la acuicultura.

Estatus de naturalización de exóticas

Naturalizada.

Situación legal en otros países

Es especie regulada o prohibida en varios estados de E.U.A. ([ver PLANTS](#)).

7. Control

Prevención

Controlar la dispersión por introducciones a propósito como ornamental.

Control cultural

El lirio acuático sólo prospera en aguas con altos contenidos de nutrientes, o sea, contaminados. Controlar los contaminantes también controla al lirio.

Control biológico

Existen numerosos trabajos sobre el control biológico, y algunos éxitos, pero parece que no existe un método que funcione bajo diferentes condiciones.

Control químico

Se puede controlar con 2,4-D, pero su uso es restringido en muchos cuerpos de agua ^[68-74].

6.3 Síntesis de Nanocelulosas

6.2.1. Síntesis química de Nanocelulosa a partir de una fuente comercial.

La síntesis de la nanocelulosa a partir de una fuente comercial se realizó con un método modificado basado en el utilizado por Kloser & Gray en 2010, obteniendo así celulosa cristalina comercial, la cual se sometió a un proceso de hidrólisis ácida:

Se sometió el producto a un tratamiento de hidrólisis con H₂SO₄ al 20 % a 45 °C, con agitación a 600 rpm por 45 min (con una proporción de 10 mL de ácido por g de celulosa).

Para detener la reacción, se diluyó en 5 L de agua destilada. Se realizó un lavado triple y decantado hasta conseguir un pH neutro. Para remover el exceso de agua y ácido, la suspensión fue centrifugada a 6000 rpm por 10 min ^[31]. Por último, la suspensión se sometió a un baño de ultrasonido para obtener una completa separación de las fibras.

6.2.2. Síntesis química de Nanocelulosa a partir de *Eichhornia crassipes* recolectada en el municipio de Yuriria en Guanajuato Gto.

El proceso de obtención de nanocelulosa se basó en el publicado por Kloser y Gray (2010) el cual se modificó para optimizar dicha técnica y adecuarlo a la fuente vegetal utilizada ^[31].

Como primer paso se tuvo que recolectar la planta *Eichhornia crassipes* (lirio acuático) en la ubicación dada por las coordenadas: 20° 13' 15" N y 101° 8' 35" O en el municipio de Yuriria, Guanajuato. Dejando las plantas secar al sol por 4 días, resaltando que el proceso de secado se hizo con temperaturas máximas de 27 °C y mínimas de 15 °C, exponiendo las

plantas de 10:00 am a 10:00 pm a la intemperie y las 12 horas entre cada exposición se dejaron secando en el interior bajo resguardo para evitar humedad del ambiente.

Después comenzó el proceso dividido en tres partes principales:

a) Extracción de celulosa de *Eichhornia crassipes*:

1.- Se tomaron 25 g de planta y se molieron y se sometieron a tratamiento con 250 mL de NaOH al 1 % a 70 °C, con agitación a 1000 r.p.m. por 6 h.

2.- Se lavó con H₂O destilada y se decantó para dejarlo secar a temperatura ambiente 12 h.

3.- Se hizo una desparafinación en equipo Soxhlet del producto anterior sometiéndolo a tratamiento con tolueno/etanol 2:1 a 85 °C con agitación a 800 r.p.m. por 6h.

b) Blanqueamiento de celulosa.

4.- Esta se realizó en un vaso de precipitado y con una parrilla un blanqueamiento alcalino mediante un tratamiento con H₂O₂ al 5% en condiciones alcalinas a 60 °C, con agitación a 600 rpm por 6 h. Con un lavado, decantado y secado por 12 h.

5.- Se realizó en vaso de precipitado con parrilla un blanqueamiento ácido con H₂O₂ al 5% en pH ácido a 60 °C, con agitación a 600 rpm por 6 h. Con un lavado, decantado y secado por 12 h.

c) Hidrólisis ácida

6.- Se realizó un tratamiento de hidrólisis con H₂SO₄ al 20 % a 45 °C, con agitación a 600 rpm por 45 min (con una proporción de 10 mL de ácido por g de celulosa). Para detener la reacción, se diluyó en agua destilada. Lavado y decantado hasta conseguir un pH neutro. Para remover el exceso de agua y ácido, la suspensión fue centrifugada a 6000 rpm por 10 min ^[31]. Por último, la suspensión se sometió a un baño ultrasónico para obtener una completa separación de las fibras.

7. CARACTERIZACIÓN

7.1 Técnicas de Caracterización

7.1.1 Difracción de Rayos X (DRX).

Se utilizó un difractómetro de polvo de rayos X, marca SIEMENS modelo D-500 con tubo de cobre.

La difracción de rayos-X (DRX) es una técnica muy robusta y ampliamente utilizada para estudiar la cristalinidad, la pureza y la estructura de materiales. También a través de ella se pueden determinar los parámetros de red del sistema cristalino y estimar el tamaño medio de cristal del analito.

Los rayos-X son una forma de radiación electromagnética con longitud de onda entre los 10 y 0.01 nm, apareciendo en el espectro electromagnético entre los rayos γ y el ultravioleta. La difracción de rayos X es un fenómeno físico producido al interaccionar un haz de rayos X con una determinada longitud de onda, similar al de la distancia interatómica, con una sustancia cristalina. Su fundamento se basa en la dispersión coherente del haz por parte de la materia y la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio ^[33]. Los rayos son generados por un tubo sellado con un anticátodo de cobre, donde el haz es colimado por un juego de rendijas antes y después de incidir en la muestra. Entonces el haz divergente del tubo de rayos X es difractado en la muestra formando un haz convergente que es interceptado por el detector. El sistema es automatizado y la medida es archivada en un fichero de intensidad en función del ángulo 2θ ^[34].

El modelo más sencillo que permite explicar la difracción de rayos-X fue establecido por Bragg y está representado en la siguiente ley conocida como ley de Bragg:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (01)$$

Donde d es la distancia interplanar, θ es el ángulo que forman el haz incidente y los planos del cristal, n es un número entero y λ es la longitud de onda de la fuente de rayos X. Por ello, el diagrama de difracción (difractograma) de una sustancia es característico de la disposición u ordenamiento de los átomos que la componen y la señal de difracción la “huella de identidad” de su estructura.

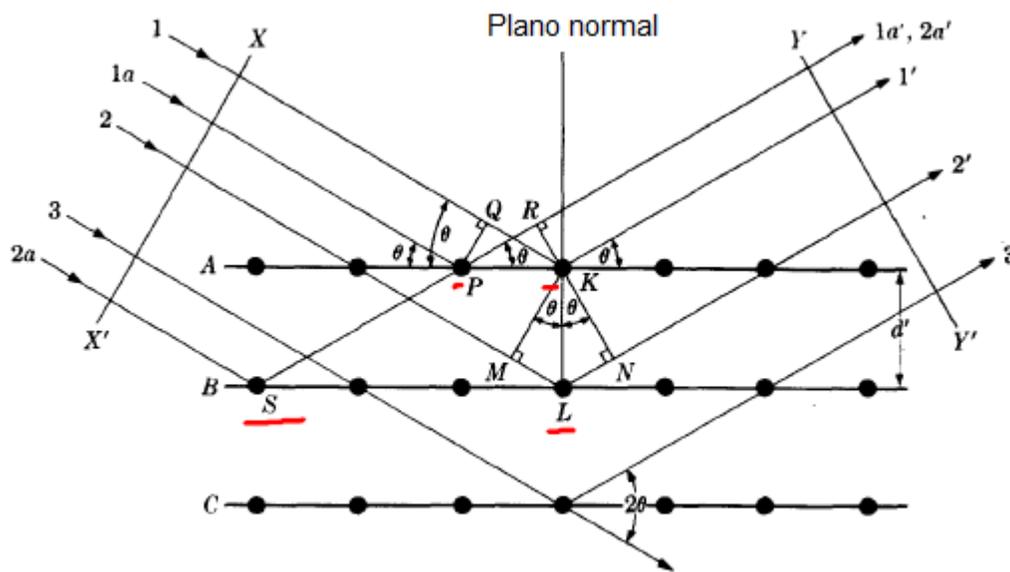


Figura 8 Representación esquemática de la Ley de Bragg. (B. D. Cullity (1967). *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Second Edition Pag: 84.

En muestras con presencia de varias fases cristalinas la intensidad relativa del difractograma es función de la concentración de las diferentes fases presentes.

La comparación de los difractogramas experimentales con los patrones de difracción registrados en las diferentes bases de datos, permiten llevar a cabo la identificación de las fases cristalinas existentes en la muestra.

A través de esta técnica, también se puede calcular el parámetro de celda unitaria, que se define por las direcciones y los módulos de los vectores de traslación a , b y c que a su vez definen los ejes cristalográficos. Entonces, para describir una celdilla unidad se necesita conocer las longitudes a , b y c y los ángulos α , β y γ que forman entre sí los tres vectores; estas seis magnitudes reciben el nombre de parámetros de celdilla, parámetros cristalográficos o parámetros de red, los cuales se pueden observar en la **figura 9**.

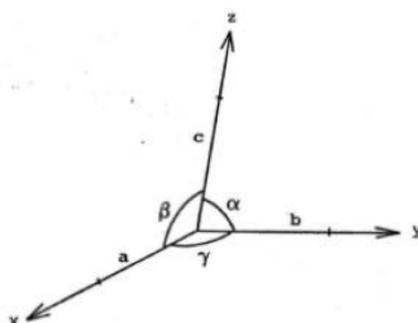


Figura 9 Representación de los parámetros cristalográficos. (B. D. Cullity (1967). *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Pág 109).

Para todo tipo de red se conoce su listado de planos, ordenados por índices de Miller crecientes o, en forma equivalente, por distancias interplanares decrecientes. Por ejemplo, para el caso de una estructura cúbica se emplea la siguiente fórmula:

$$d_{hkl} = \frac{a}{(h^2 + l^2 + m^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (02)$$

Donde d , es el espaciado de la familia de planos, a es la relación axial y $(h\ k\ l)$ son los índices de Miller, que determinan la posición y orientación de cada familia de planos respecto a los ejes cristalográficos. Al ser λ y Θ parámetros conocidos, la obtención de d_{hkl} es inmediata. Como cada compuesto cristalino posee un conjunto de espaciados característicos, correspondientes a las distancias interplanares de su celda unitaria, su conocimiento permite distinguir unos compuestos de otros ^[33,34].

7.1.2 Espectroscopía IR por transformada de Fourier (FTIR).

Se utilizó un espectroscopio marca Bruker modelo Tensor 27 para las pruebas de FTIR.

El principio básico detrás de la espectrometría molecular es que las moléculas absorben energía de la luz en longitudes de ondas específicas, conocidas como sus frecuencias de resonancia (vibración). La radiación infrarroja interacciona con los sistemas materiales modificando su energía vibracional lo que hace posible la caracterización de los principales grupos funcionales de la estructura molecular de un compuesto. Por ejemplo, las moléculas de agua resuenan (vibran) alrededor del número de onda de 3450 (se indica como cm^{-1}), en la región infrarroja del espectro electromagnético. Un número de onda, representado por el símbolo cm^{-1} , es simplemente el inverso de la longitud de onda.

Un espectrómetro infrarrojo funciona con una pequeña muestra que es colocada en una celda infrarroja, donde es sometida a una fuente de luz infrarroja, la cual hace un barrido desde las longitudes de onda de 4000 cm^{-1} hasta 450 cm^{-1} . La intensidad de la luz transmitida a través de la muestra es medida en cada número de onda, lo que permite que la cantidad de luz absorbida por la muestra sea calculada por la diferencia entre la intensidad de la luz antes y después de pasar por la celda de muestra. Esto se conoce como el espectro infrarrojo de la muestra. En un experimento con FTIR, siempre que se cumpla con la resonancia (vibración) de algunas de las moléculas que se encuentran en la muestra, la cantidad de luz absorbida se incrementará, o lo que es lo mismo, la luz transmitida a través de la muestra disminuirá [37-

43].

En la **figura 10** se presenta un esquema del funcionamiento de un espectrofotómetro infrarrojo:

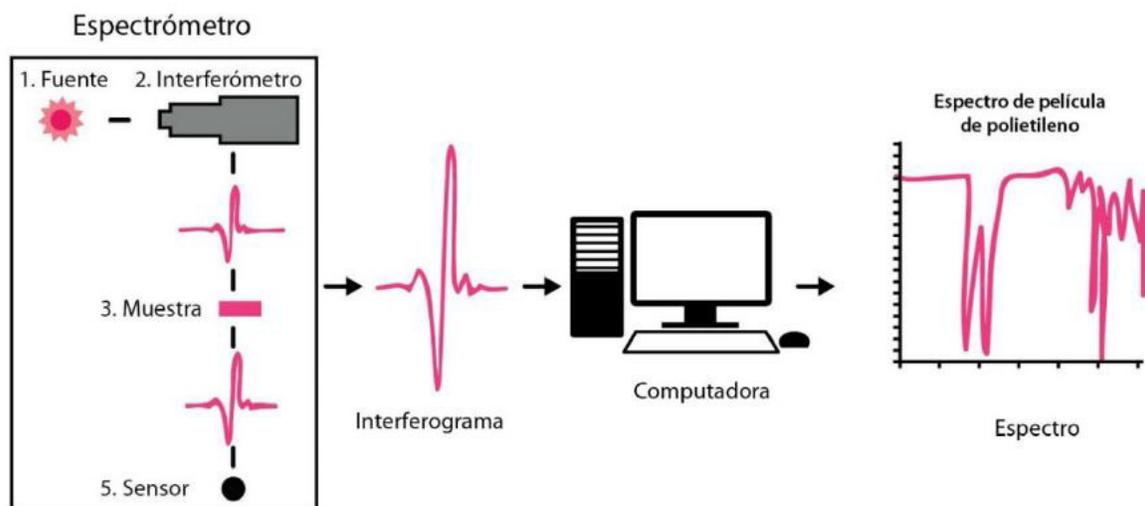


Figura 10 Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro infrarrojo. (Noria 2017).

7.1.3 Resonancia magnética nuclear (NMR).

La Resonancia Magnética Nuclear (RMN) es una técnica espectroscópica no destructiva, basada en las propiedades magnéticas de la materia y aplicada a cualquier sustancia química en estado líquido o sólido que contenga núcleos con espines nucleares. La Resonancia Magnética Nuclear es una de las técnicas espectroscópicas más utilizadas en la actualidad que permite resolver diversos problemas, permite realizar elucidación estructural, determinación conformacional, establecimiento de equilibrios químicos, cinéticas químicas, cuantificación de mezclas, control de calidad, análisis conformacionales y estereoquímicos, entre otros. Los ensayos se realizan en solución con muestras solubles en disolventes deuterados.

Esta técnica espectroscópica puede utilizarse sólo para estudiar núcleos atómicos con un número impar de protones o neutrones (o de ambos). Esta situación se da en los átomos de ^1H , ^{13}C , ^{19}F y ^{31}P . Este tipo de núcleos son magnéticamente activos, es decir poseen espín, igual que los electrones, ya que los núcleos poseen carga positiva y poseen un movimiento de rotación sobre un eje que hace que se comporten como si fueran pequeños imanes. En ausencia de campo magnético, los espines nucleares se orientan al azar. Sin embargo, cuando una muestra se coloca en un campo magnético, los núcleos con espín positivo se orientan en la misma dirección del campo, en un estado de mínima energía denominado estado de espín α , mientras que los núcleos con espín negativo se orientan en dirección opuesta a la del campo magnético, en un estado de mayor energía denominado estado de espín β . Existen más núcleos en el estado de espín α que en el β pero aunque la diferencia de población no es enorme sí que es suficiente para establecer las bases de la espectroscopia de RMN. La diferencia de energía entre los dos estados de espín α y β , depende de la fuerza del campo

magnético aplicado H_0 . Cuanto mayor sea el campo magnético, mayor diferencia energética habrá entre los dos estados de espín. Por ejemplo: cuando una muestra que contiene un compuesto orgánico es irradiada brevemente por un pulso intenso de radiación, los núcleos en el estado de espín α son promovidos al estado de espín β . Esta radiación se encuentra en la región de las radiofrecuencias (rf) del espectro electromagnético por eso se le denomina radiación de rf. Cuando los núcleos vuelven a su estado inicial emiten señales cuya frecuencia depende de la diferencia de energía (ΔE) entre los estados de espín α y β .

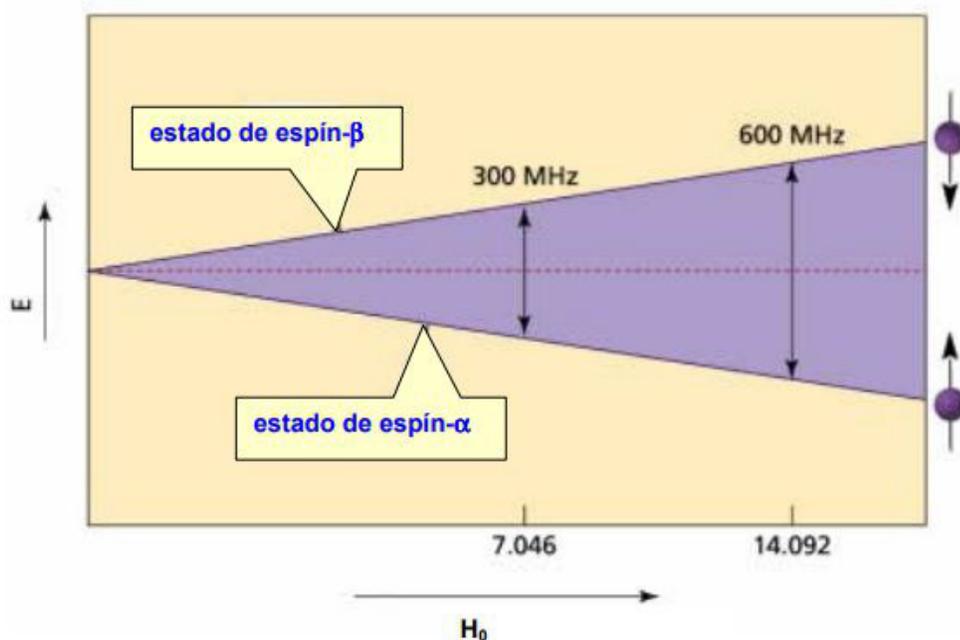


Figura 11 Diagrama de estados de espín α y β . (Reich, 2017)

El espectrómetro de RMN detecta estas señales y las registra como una gráfica de frecuencias frente a intensidad, que es el llamado espectro de RMN. Los núcleos alineados en la muestra con el imán de campo magnético B poseen una particularidad y es que estos no quedan totalmente estáticos en una posición y girando sobre su propio vector de momento magnético,

sino que obtienen un tipo de movimiento especial llamado movimiento precesional, un gráfico que representa este movimiento es el siguiente.

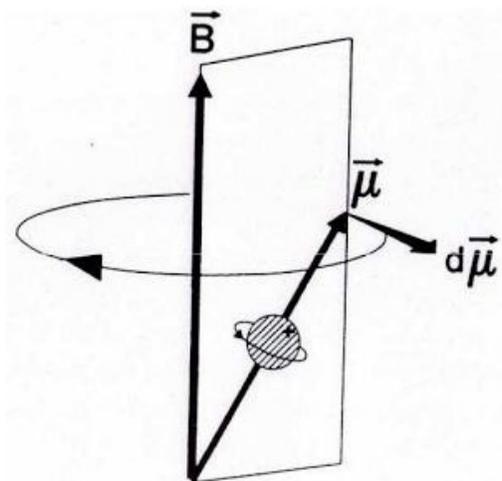


Figura 12 Diagrama de movimiento precesional. (Reich, 2017)

La frecuencia ν a la que este precesa es también llamada frecuencia Larmor.

$$\nu = \frac{\gamma B_0}{2\pi} \quad (09)$$

Donde B es el campo magnético del imán, y ν es la frecuencia de precesión.

Esta frecuencia es en lo que se basa la RMN ya que la frecuencia de la onda de rf con la cual se irradia la muestra debe entrar en resonancia con el movimiento precesional del núcleo para hacerlo subir de nivel energético de ahí el término resonancia magnética nuclear. Es decir, los núcleos pasan de un estado de espín a otro como respuesta a la radiación rf a la que son sometidos. La siguiente ecuación muestra la dependencia entre la frecuencia de la señal y la fuerza del campo magnético H_0 (medida en Teslas, T)

$$\Delta E = h\nu = h \frac{\gamma}{2\pi} H_0 \quad (10)$$

El valor del radio giromagnético depende del tipo de núcleo que se está irradiando; en el caso del ^1H es de $2.675 \times 10^8 \text{ T}^{-1}\text{s}^{-1}$. Si el espectrómetro de RMN posee un imán potente, éste debe trabajar a una mayor frecuencia puesto que el campo magnético es proporcional a dicha frecuencia. Así, por ejemplo, un campo magnético de 14.092 T requiere una frecuencia de trabajo de 600 MHz. Hoy en día los espectrómetros de RMN trabajan a 200,300, 400, 500 y 600 MHz [44-48].

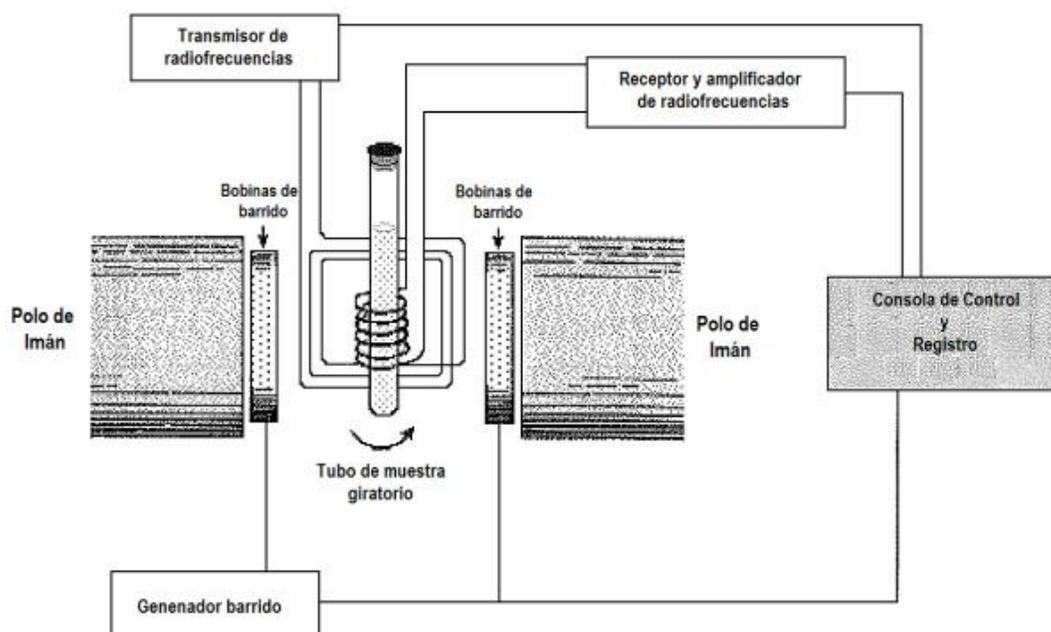


Figura 13 Diagrama de funcionamiento de un espectrómetro de resonancia magnética nuclear. (Reich 2017).

7.1.4 Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Se utilizó un calorímetro modelo DSC 2000 marca TA Instruments para las pruebas necesarias. La calorimetría diferencial de barrido (CDB) es una técnica de análisis térmico empleada en la medida de temperaturas y flujos de calor asociados con transiciones de fases de la materia como cristalización, fusión y evaporación, o con reacciones químicas como hidrólisis y oxidación, como una función del tiempo y de la temperatura.

Es una técnica que analiza el cambio de la Capacidad Calorífica de un material (C_p) con la temperatura. Una muestra de masa conocida es calentada o enfriada y los cambios en su capacidad calorífica se siguen como cambios en el flujo de calor. Los datos se obtienen como entradas diferenciales de calor en función de la temperatura.

La capacidad calorífica y del contenido de calor de un material (entalpía) se utiliza para estimar la eficiencia del proceso. Vale indicar que prácticamente todos los materiales pueden analizarse con DSC. Por lo anteriormente mencionado el DSC es la técnica de análisis térmico más común y se utiliza en: control de procesos, en garantías de calidad, y en laboratorios de investigación y desarrollo.

La cantidad de calor que se requiere para aumentar la temperatura por el mismo incremento (ΔT) de una muestra (q_s) es mayor que la cantidad de calor requerida para la referencia (q_r) por el exceso de calor absorbido por la muestra (Δq).

Debido al C_p de la muestra, hay una diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia, que se mide por termopares de área, y el flujo de calor consiguiente se determina por el equivalente térmico de la ley de Ohm:

$$q = \frac{\Delta T}{R} \quad (11)$$

Dónde q es el "flujo de calor de la muestra", ΔT la "diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia", y R la "resistencia del disco termoeléctrico".

El C_p a presión constante es una derivada de la temperatura en la función de entalpía (ec 13), y por lo tanto, la función de entalpía se puede medir a través de la integración de la C_p (ec 14).

$$C_p = \left(\frac{\Delta H}{\Delta T} \right)_p \quad (12)$$

$$H(T) = \int_{T_0}^T C_p dT + HT_0 \quad (13)$$

La estabilidad de una reacción se relaciona directamente con la energía libre de Gibbs (ΔG) del sistema y esta se relaciona con las relaciones termodinámicas entre la diferencia de entalpía (ΔH) y la diferencia de entropía (ΔS). Cuanta más negativa es ΔG , más estable es la reacción.

El DSC mide la variación de entalpía (ΔH) como resultado de la desnaturalización por calor. El punto medio de transición T_m es considerado como la temperatura, donde el 50% de la muestra posee su conformación nativa (estado original), y el resto permanece desnaturalizado.

El C_p para el estado de transición se obtiene a través de la diferencia entre las líneas de base antes y después de la transición.

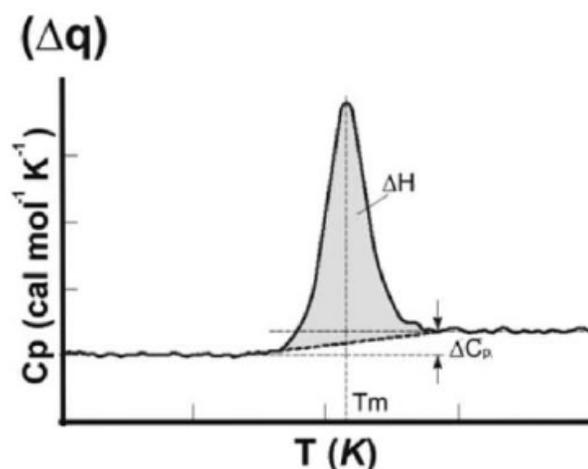


Figura 14 Obtención del C_p para el estado de transición. (Venegas, 2017).

La curva de C_p contra T se cambia a C_p/T frente a T dividiendo el valor de C_p por T y trazando los resultados como una función de T . Por integración, esta curva da lugar a la entropía de transición (ΔS).

$$\Delta S = \int \frac{C_p}{T} dT \quad (14)$$

Por lo tanto, un termograma DSC da como resultado ΔH , ΔS y ΔC_p . Después de conocer los datos anteriores, la energía libre de transición (ΔG) puede darse a cada temperatura (T) a través de la ecuación termodinámica:

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (15)$$

Otra de las transiciones que experimentan la mayor parte de los materiales vítreos y que puede ser fácilmente observada por DSC es la transición vítrea, es decir el paso del material vítreo a líquido subenfriado, o viceversa. Esto es debido al hecho de que al calentar, o enfriar, un vidrio su capacidad calorífica, C_p , aumenta o disminuye, en un valor del orden de la mitad de su valor original en el corto intervalo de temperaturas en que tiene lugar la transición líquido subenfriado \leftrightarrow vidrio. La técnica de DSC permite realizar medidas absolutas de

capacidad calorífica, a partir de las cuales se pueden evaluar las variaciones de entalpía o de entropía en la transición ^[53]. En la técnica experimental de Calorimetría Diferencial de Barrido se dispone de dos cápsulas. Una de ellas contiene la muestra a analizar y la otra está generalmente vacía y es la llamada cápsula de referencia. Se usan calefactores individuales para cada cápsula y un sistema de control comprueba si se producen diferencias de temperatura entre la muestra y la referencia. Si se detecta cualquier diferencia, los calefactores individuales se corregirán de tal manera que la temperatura se mantendrá igual en ambas cápsulas. Es decir, cuando tiene lugar un proceso exotérmico o endotérmico, el instrumento compensa la energía necesaria para mantener la misma temperatura en ambas cápsulas. Como regla general, puede decirse que todas las transformaciones o reacciones donde se produce un cambio de energía pueden medirse por DSC. Entre las diversas utilidades de la técnica de DSC podemos destacar las siguientes:

- Medidas de capacidad calorífica aparente (fenómenos de relajación estructural).
- Determinación de temperaturas características de transformación o de transición tales como: transición vítrea, transición ferro-paramagnética, cristalización, transformaciones polimórficas, fusión, ebullición, sublimación, descomposición, isomerización, etc.
- Estabilidad térmica de los materiales.
- Cinética de cristalización de los materiales ^[54].

7.1.5 Microscopía óptica

La microscopía óptica es una técnica que se ha utilizado como una herramienta fundamental para proporcionar imágenes magnificadas de objetos imperceptibles a simple vista. Una imagen óptica es una representación discreta de distribución de intensidades en una superficie hacia la cual se dirigen los rayos que derivan de un objeto iluminado tras interactuar con un sistema óptico [75].

El resultado de la interacción de la luz con la muestra y su entorno es impreso en la imagen, ésta provee información sobre la estructura de la muestra como su morfología y distribución espacial [76].

La técnica más popular es la microscopía de campo claro, la cual se describe a continuación.

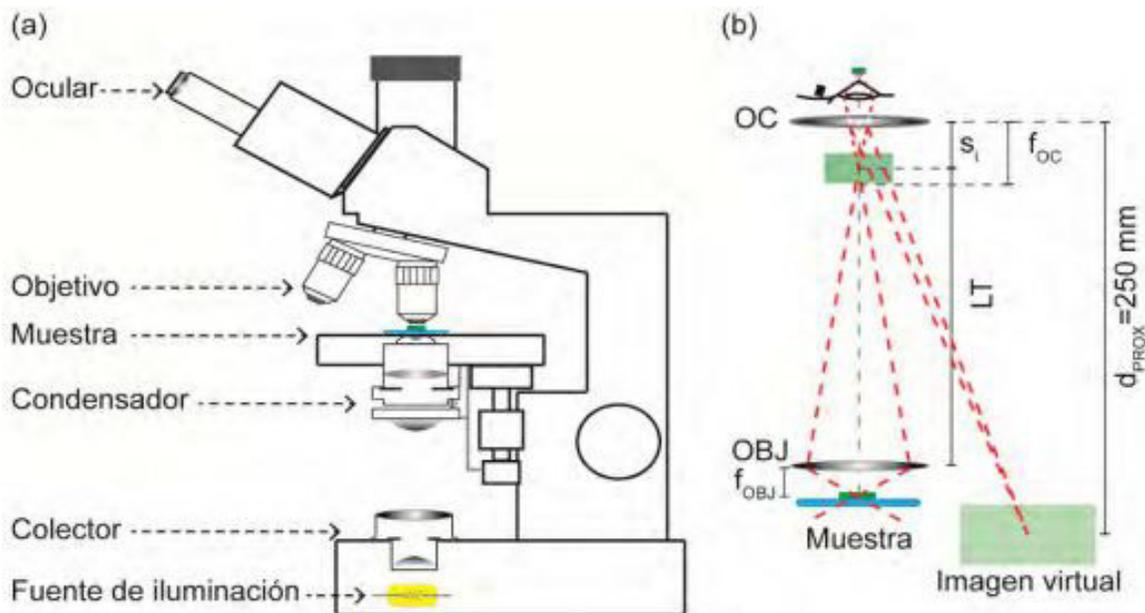


Figura 15 Componentes de un microscopio óptico de campo claro.

El microscopio de campo claro (**Figura 15**) se muestra el esquema del microscopio de campo claro, cuyo principio de operación es el siguiente: la luz que emite la fuente de iluminación

del microscopio es ópticamente conjugada con en el plano de la muestra a través las lentes del colector y el condensador. Una vez que la luz interacciona con la muestra, la luz reemitida por ella se conjuga ópticamente con el plano del observador para formar la imagen muestra, empleando para ello el lente objetivo (llamado comúnmente objetivo) y el lente ocular (ocular). La imagen de la muestra en el plano del observador es magnificada y el grado de aumento es caracterizado por el factor de aumento total (MT). El MT está determinado por el factor de amplificación proporcionado por el objetivo (M_{OBJ}) y por el ocular (M_{OC}), mediante la ecuación: $MT = M_{OBJ} * M_{OC}$. Como se observa en la **Figura 15**, el objetivo forma la imagen intermedia de la muestra a una distancia conocida como la longitud de tubo del microscopio (LT); esta posición ubica a la imagen a una distancia menor (S_i) a la distancia focal del ocular (f_{oc}). Con este arreglo se forma una imagen virtual de la muestra, situada a 25 cm de observador (punto cercano).

La iluminación del microscopio de campo claro

La correcta iluminación de una muestra juega un papel crítico en la formación de su imagen, ya que una distribución de intensidades no homogénea espacialmente provoca o acentúa señales de ruido en ella, lo que contribuye a reducir su calidad [77, 78]. Los métodos principales para estructurar la iluminación en campo claro son:

La iluminación crítica o Nelsoniana. En esta configuración el plano de la fuente de iluminación se conjuga ópticamente con el plano de la muestra, para proporcionar una iluminación que resalte el contraste en las imágenes. Este método tiene como desventaja la falta de uniformidad en la iluminación en el campo visual y el traslape de la imagen de la fuente de luz en el plano de la muestra. Para reducir el efecto del traslape se utiliza un difusor de luz en la fuente [78].

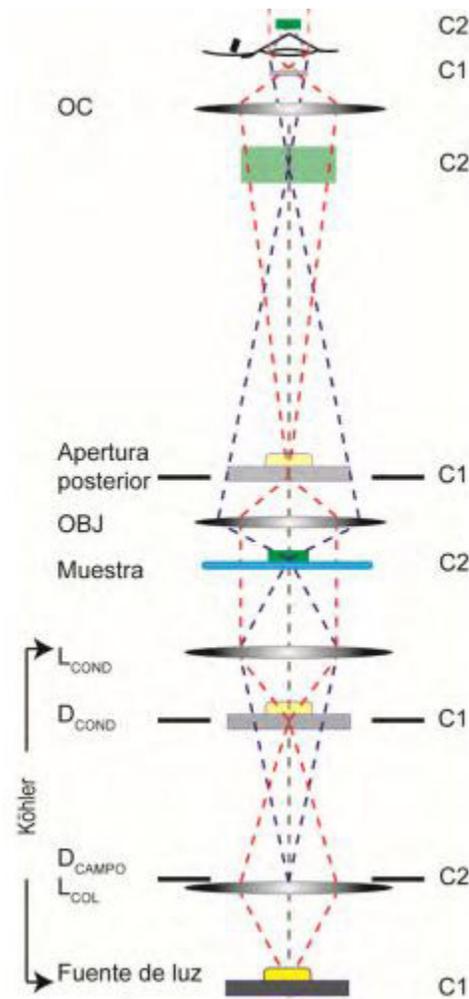


Figura 16 El método de iluminación Köhler

La iluminación Köhler. A diferencia de la iluminación crítica, forma 2 conjuntos de planos ópticamente conjugados C1 y C2 (véase la **Figura 16**) para iluminar homogéneamente en el campo visual de la muestra sin que la imagen de la fuente interfiera con el plano de la muestra [79]. El conjunto de planos C1 tiene como punto de inicio la fuente de iluminación (la cual es ópticamente conjugada con el foco de la lente condensadora, L_{COND}) formando un frente óptico plano que emerge de la apertura de salida de L_{COND} y a su vez forma el campo de iluminación de la muestra. El área del campo de iluminación puede ajustarse con el diafragma

de campo (D_{CAMPO}). C1 también es ópticamente conjugado en la apertura trasera del objetivo y en el foco del observador (ojo humano, cámara o sensor óptico) a través del ocular (OC) evitando que se forme la imagen de la fuente de iluminación en el plano del observador. El conjunto C2 corresponde al plano del diafragma de campo (D_{CAMPO}) o la apertura de salida de L_{COL} , que actúa como una fuente virtual de iluminación y es ópticamente conjugado con el plano de la muestra, el plano de la imagen intermedia del objetivo y el plano del observador. El frente de onda que incide en la muestra (C2) es distinto al del campo visual (C1), por lo que el contraste de la imagen se controla de manera independiente con el diafragma del condensador (D_{COND}). En este método la intensidad lumínica del campo visual es más homogénea en comparación a la iluminación crítica ya que el haz de luz emergente del condensador está colimado. Además, el área se puede ajustar al tamaño del campo visual del objetivo, condición que reduce los reflejos inducidos por la iluminación de un área mayor al del campo visual. La luz que provee cualquiera de estos métodos incide sobre la muestra difractándose y es colectada por el objetivo, el cual define la calidad de las imágenes y se describe a continuación.

El objetivo del microscopio

El objetivo del microscopio es considerado el elemento más importante de un sistema de microscopía óptica ya que proporciona el factor de magnificación principal (M_{OBJ}) de la imagen, define el valor máximo de contraste y reduce de manera significativa las aberraciones^[80]. El grado de corrección en los objetivos depende del sistema óptico añadido en su estructura, así como del tipo de lentes utilizados en su construcción. Existen objetivos que realizan la corrección de la AC para el rojo y el azul (hablando del color de la luz o su longitud de onda), además de realizar la compensación de la aberración esférica (AE) para el

verde, este tipo de objetivos se conocen como objetivos acromáticos. Los objetivos semiapocromáticos corrigen la AC para el rojo, el azul y en cierto grado al verde, en el caso de la AE se corrige para el verde y el azul. Los objetivos que poseen un mayor nivel de corrección de aberraciones son los apocromáticos que corrigen la AC para 4 colores: el azul oscuro, el azul, el rojo y el verde; mientras que la corrección de la AE es para dos o tres colores. Los tres tipos de objetivos proyectan imágenes con curvaturas y al corregirse para este defecto se denominan plan-acromáticos, semiplano acromáticos o plan-apocromáticos. El rango de ángulos para los cuales el objetivo acepta luz, están representados por un número adimensional que se conoce como la apertura numérica (numerical aperture o NA) y se determina con la siguiente expresión.

$$NA = \eta \sin \theta$$

Donde η es el índice de refracción del medio en el que la lente se encuentra y θ es la mitad del ángulo del cono máximo de luz que puede entrar al objetivo con referencia a un punto o un objeto que se observa.

El campo visual del objetivo está también definido por un número y se conoce como número de campo (field number o fn) con el cual se puede conocer el tamaño de campo en el plano de la muestra con la ecuación

$$tc = fn / M \quad (1.2)$$

donde tc es el tamaño del campo visual en el plano de la muestra y M es el factor de magnificación de objetivo.

De acuerdo con las necesidades del diseño, los objetivos pueden configurarse para que formen una imagen real e invertida a 160 mm después de la apertura trasera del objetivo (óptica finita), esta imagen se conoce como imagen intermedia.

El ocular

Para conjugar ópticamente el plano la imagen intermedia del objetivo con el plano del observador se utiliza la lente ocular que proporciona un factor de magnificación adicional al objetivo (4x, 10x, 15x o 20x) y en algunos casos aporta un factor corrección de la AC y la AE. Una lente ocular del tipo Abbe no proporciona corrección cromática ni de esfericidad, un ocular aplanar corrige la AE y un ocular aplanar-cromático corrige la AE y la AC lateral para el color rojo y azul ^[81].

8. RESULTADOS.

8.1 Caracterización de Nanocelulosa

8.1.1 Difracción de rayos X (DRX).

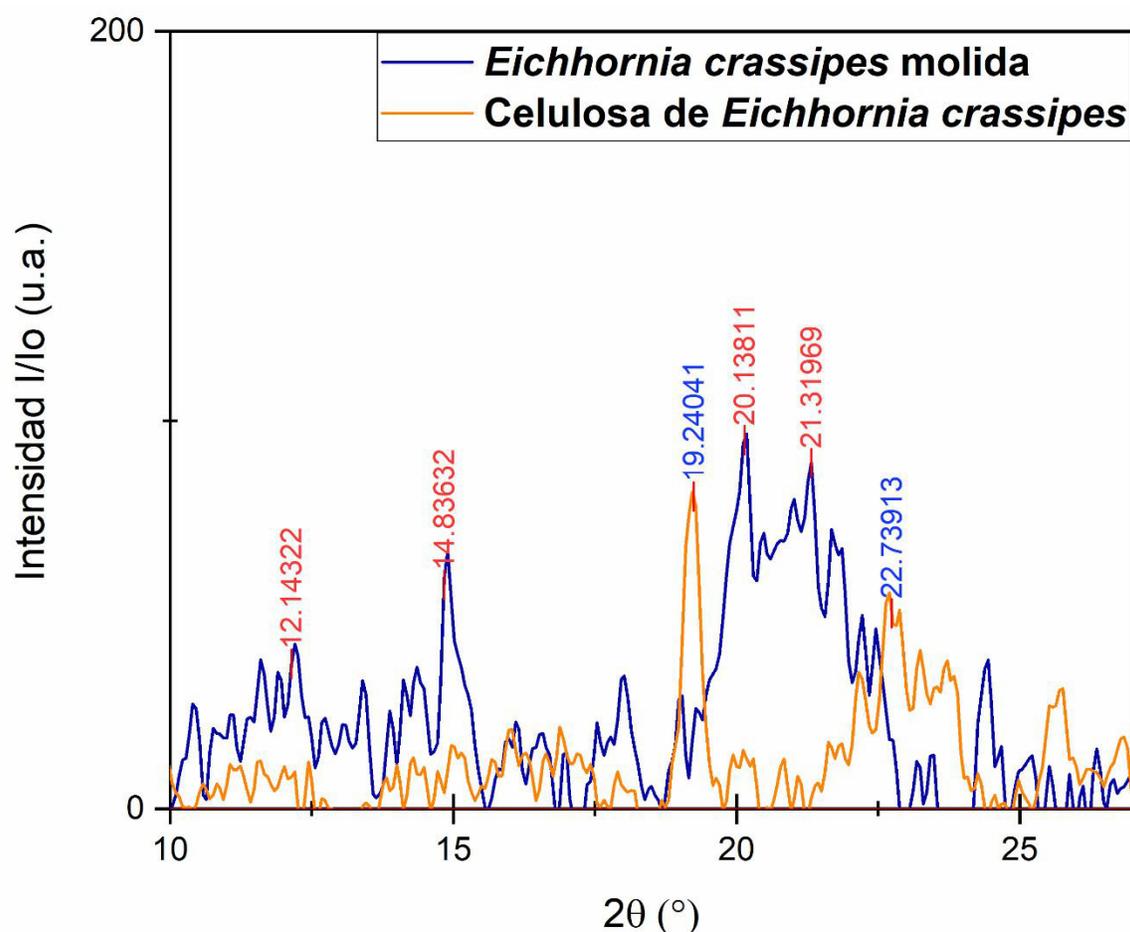


Figura 17 Difractograma de una muestra de *Eichhornia crassipes* molida vs Celulosa de *Eichhornia crassipes*.

En el difractograma de **la figura 17** de la muestra de *Eichhornia crassipes* molida se observan bandas en $2\theta = 14.83^\circ$, 20.13° , 21.31° estas se pueden atribuir a estructura de celulosa tipo I natural presente en las plantas ^[62,63]. Al someter a tratamiento se observa que tras el tratamiento para aislar celulosa disminuyen dichas bandas y en la celulosa obtenida se presentan picos característicos de celulosa tipo I ($2\theta = 22.73^\circ$ y 14.83°) aunque con menor intensidad, así como picos característicos de

celulosa tipo II ($2\theta = 19.24^\circ$ y 22.2°)^[62,63]. La conversión parcial de un polimorfismo al otro se debe al tratamiento alcalino al que fue sometida la muestra y subsecuentes lavados para obtener la celulosa.

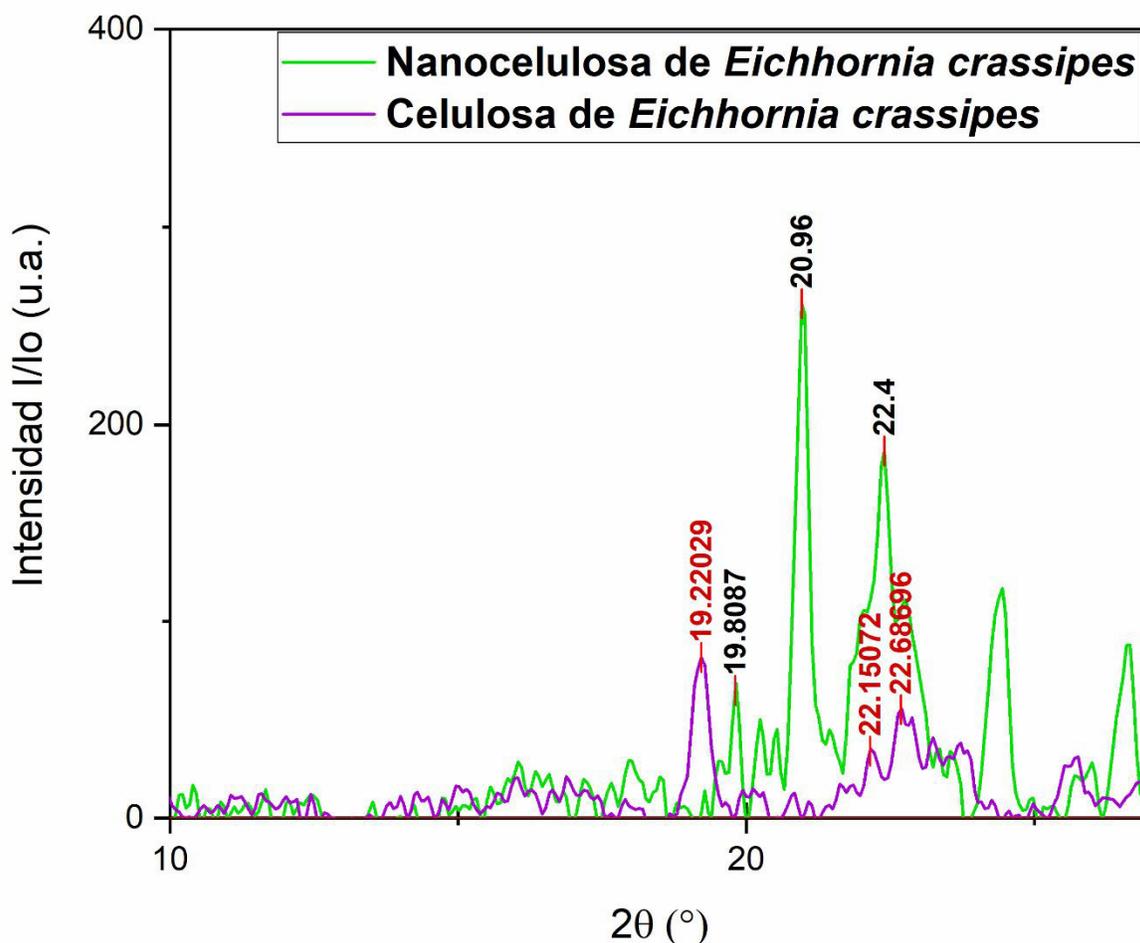


Figura 18 Diffractograma de celulosa de *Eichhornia crassipes* vs nanocelulosa de de *Eichhornia crassipes*.

En la **figura 18** se muestra como someter la celulosa al tratamiento de hidrólisis ácida para obtener nanocelulosa, el pico cercano a $2\theta = 25^\circ$ (el cual es característico de la celulosa cristalina) aumenta notoriamente. Lo cual es señal de una mayor presencia de cristalinidad en la muestra^[55]. Sin embargo, la presencia también de pico ancho cercano a $2\theta = 21.5^\circ$ es indicio de la contribución hecha por la presencia de celulosa amorfa.

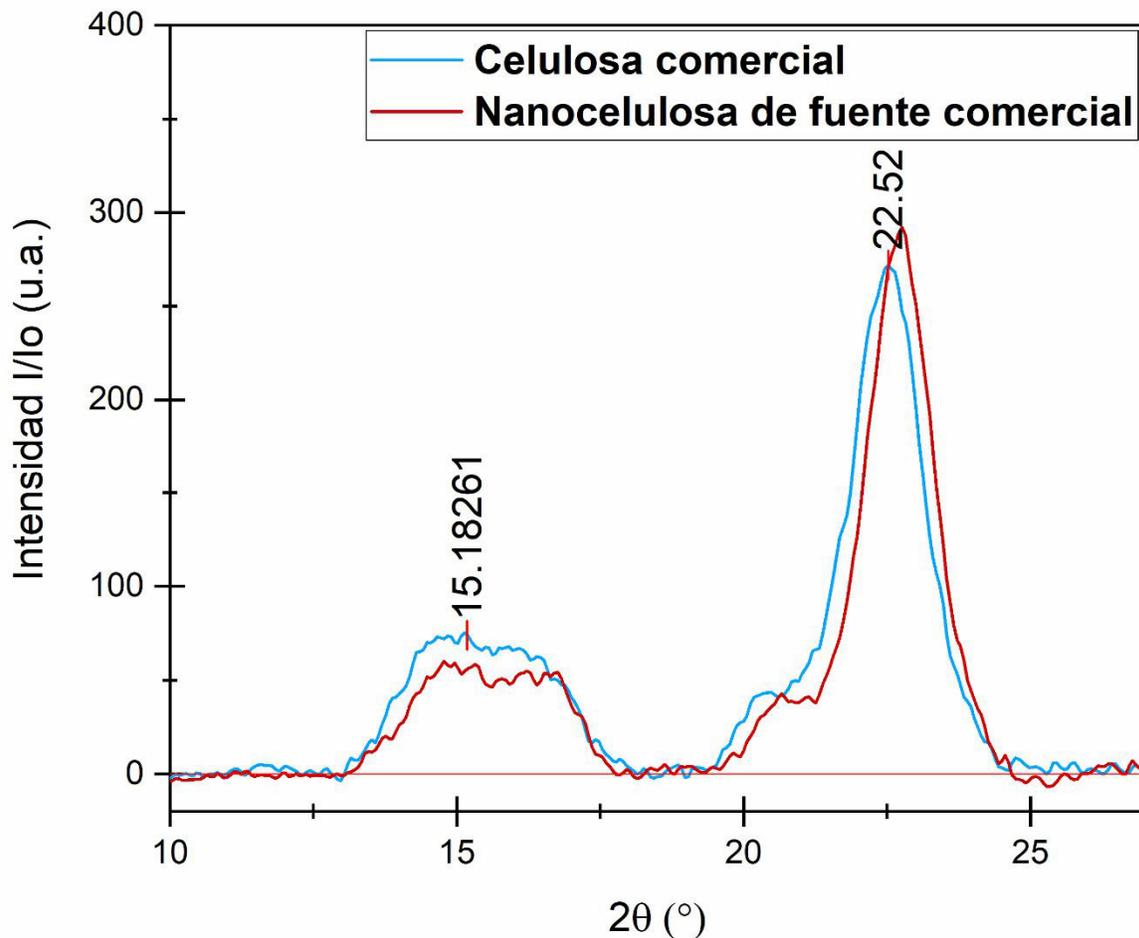


Figura 19 Difractograma de celulosa comercial vs nanocelulosa de fuente comercial.

En la **figura 19** se observa como la celulosa comercial al recibir el tratamiento de hidrólisis ácida para obtener nanocelulosa, presenta una disminución de intensidad en el pico en la zona de $2\theta = 15.18^\circ$ así como un incremento en el pico de la zona de cristalinidad en $2\theta = 22.52^\circ$.

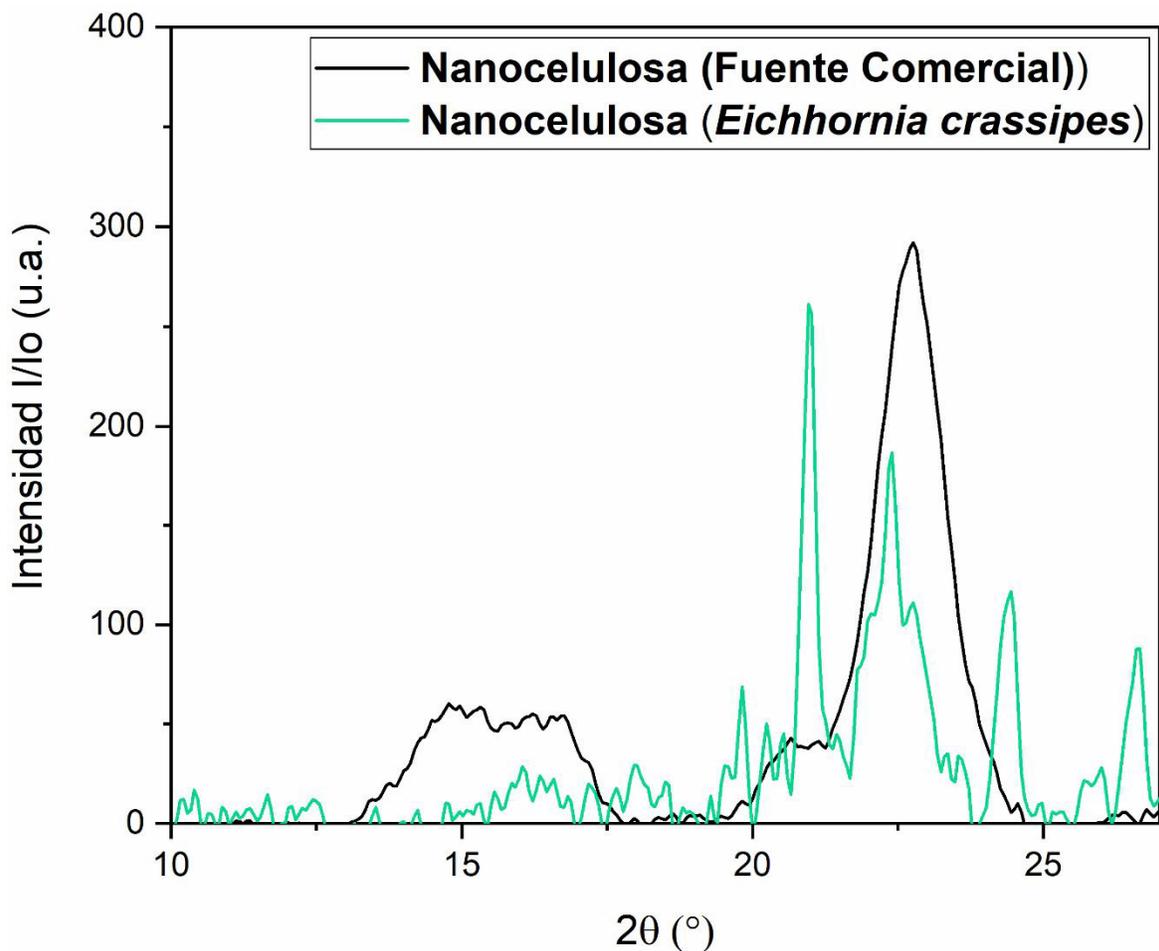


Figura 20 Difractograma de nanocelulosa de fuente comercial vs nanocelulosa de *Eichhornia crassipes*.

En la **figura 20** se observa como los picos de difracción en la zona cercana $2\theta = 15.18^\circ$ de la parte amorfa son menores en la nanocelulosa obtenida de *Eichhornia crassipes* y los picos de la zona $2\theta = 22.52^\circ$ pese a ser menores tienen una presencia importante representando la zona de cristalinidad, lo cual permite afirmar que ambas nanocelulosas tienen un porcentaje de cristalinidad aceptable.

8.1.2 Espectroscopía IR por transformada de Fourier (FTIR).

Se recurrió a la técnica de infrarrojo por transformada de Fourier FTIR para comprobar la presencia de celulosa y su aislamiento a partir de las muestras obtenidas tanto de la planta *Eichhornia crassipes*. Se realizó en placas de KBr ya que permiten visualizar la parte del espectro que va desde 4000cm^{-1} a 400 cm^{-1} .

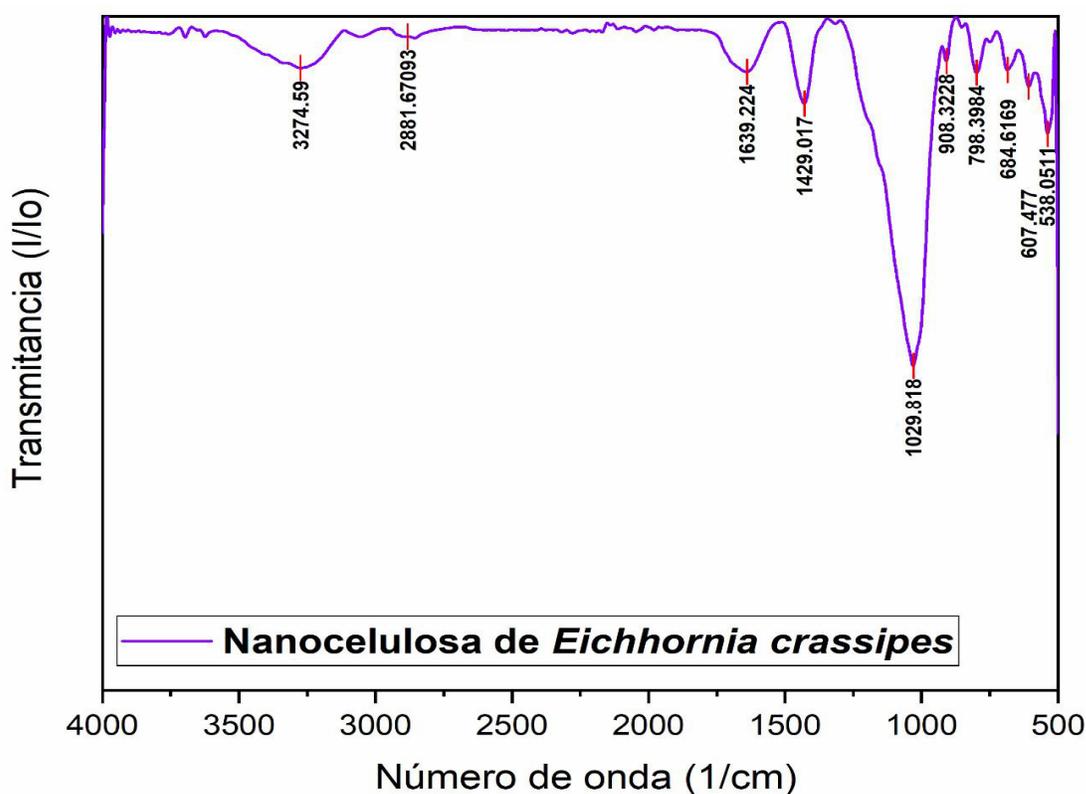


Figura 21 Espectro FTIR de nanocelulosa obtenida a partir de *Eichhornia crassipes*.

Tabla 4 Asignación de señales de FTIR de la muestra de nanocelulosa obtenida a partir de *Eichhornia crassipes* con el tratamiento 3.

$\tilde{\nu}$ (cm ⁻¹)	Tipo de vibración	Enlace	Molécula
3300-3400	Alargamiento	O-H	Nanocelulosa
2850-2950	Alargamiento	C-H	Nanocelulosa
1100-1150	Alargamiento	C-O	Nanocelulosa
1050	Alargamiento	C-OH	Nanocelulosa
900	Deformación	C-H	Nanocelulosa
700-800	Vib. fuera de plano	C-H	Nanocelulosa

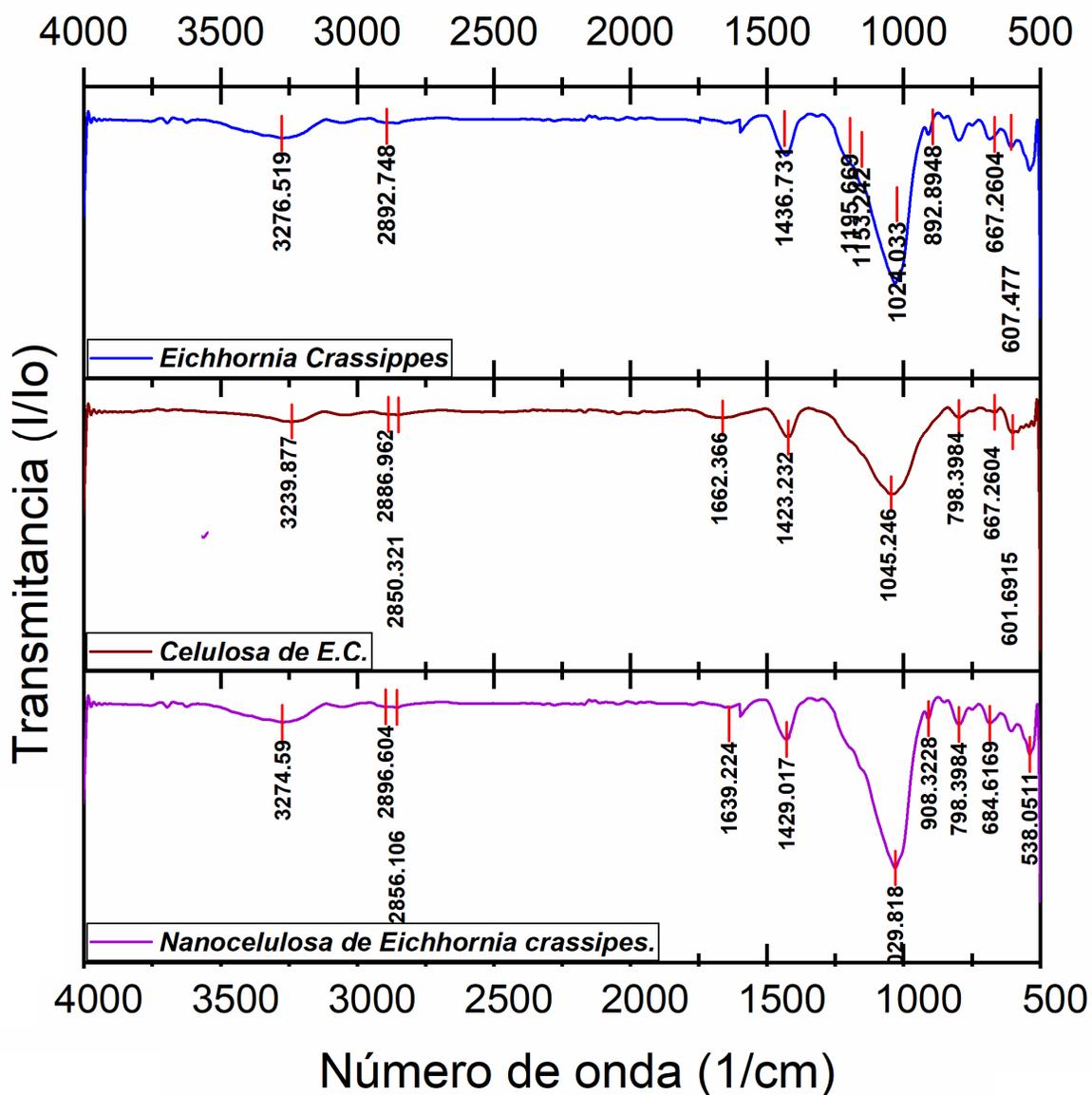


Figura 22 Comparativa de espectros FTIR de las muestras de *Eichhornia crassipes*, Celulosa de *Eichhornia crassipes* y nanocelulosa de de *Eichhornia crassipes*.

En los espectros consecutivos de la planta *Eichhornia crassipes* (**figura 22**), la celulosa aislada o la nanocelulosa al terminar los tratamientos se aprecia como algunas bandas van disminuyendo su intensidad al pertenecer a moléculas como hemicelulosas o lignina por ejemplo las bandas en: $1700-1750^{-1}$ (alargamiento de C=O perteneciente a grupos carboxilo en esteres o ácidos como el p-coumerico, ferúlico y urónico), en $3000-3050\text{ cm}^{-1}$ y $1600-1650\text{ cm}^{-1}$ aproximadamente perteneciente a C=C de anillo aromático de la lignina, o la de

1300-1350 cm^{-1} de alargamiento C-H de metileno, o la banda en 1200-1250 cm^{-1} de alargamiento de C-O-C. A su vez se observa como las bandas características de la nanocelulosa van aumentando tales como: la banda en 3300-3400 cm^{-1} alargamiento de O-H, 1100-1150 cm^{-1} alargamiento C-O, 1050 cm^{-1} alargamiento de C-OH en alcohol primario, 900 cm^{-1} deformación de C-H y la de 700-800 cm^{-1} vibración fuera de plano de C-H [56,57]. También se observa un aumento en la intensidad de la banda 1430 cm^{-1} , esta banda es también conocida como la “banda de cristalinidad”, indicando que un aumento en su intensidad refleja un aumento en el grado de cristalinidad de la muestra. Los picos característicos de los enlaces de hidrógeno de los espectros de celulosas amorfas se volvieron más nítidos, aunque con menor intensidad, en comparación a las muestras de celulosa previa al tratamiento, lo cual puede ser correlacionado con la escisión de los enlaces de hidrógeno intra e intermoleculares. La presencia de celulosa amorfa en la muestra de nanocelulosa tratada se puede confirmar también por el cambio de la banda de 2900 cm^{-1} , correspondiente a la vibración de estiramiento C-H, a mayor valor de número de onda y por la disminución de la intensidad de esta banda [58, 59].

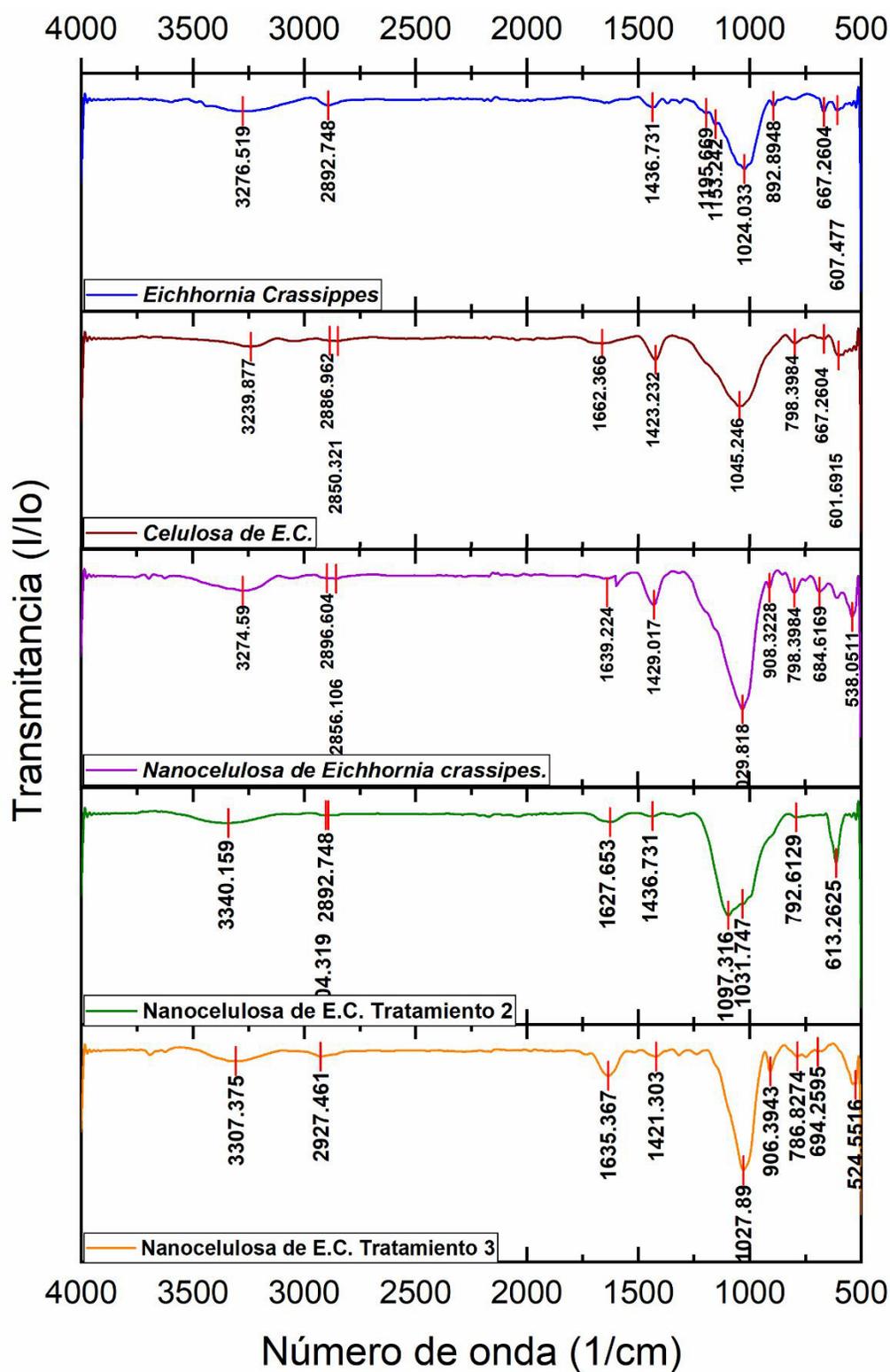


Figura 23 Comparativa de espectros FTIR de celulosa y nanocelulosa de fuente E.C. así como celulosa y nanocelulosa de fuente comercial.

Al analizar el espectro de la celulosa comercial y el espectro de la nanocelulosa posteriormente obtenida de la misma (**figura 23**), se aprecia que las bandas características de la nanocelulosa se intensifican: la banda en 3300-3400 cm^{-1} alargamiento de O-H, la de 2850-2950 cm^{-1} de alargamiento de C-H, 1100-1150 cm^{-1} alargamiento C-O, 1050 cm^{-1} alargamiento de C-OH en alcohol primario, 900 cm^{-1} deformación de C-H y la de 700-800 cm^{-1} vibración fuera de plano de C-H [56-59]. Al comparar con la celulosa y nanocelulosa obtenidas de *Eichhornia crassipes* se puede concluir que no hay diferencias significativas entre las de fuente comercial y las de *Eichhornia crassipes* como fuente.

Por tanto, de los espectros anteriores se puede inferir que se logró aislar exitosamente celulosa a partir de *Eichhornia crassipes* y muy posiblemente se pudo haber logrado sintetizar nanocelulosa lo cual se debe poder confirmar con más técnicas.

8.1.3 Resonancia magnética Nuclear de ^{13}C

Se hicieron pruebas a las muestras mediante la técnica de resonancia magnética nuclear de ^{13}C de sólidos. Todos los espectros de RMN (^{13}C) se corrieron a 25 °C en el equipo Bruker Avance III HD 400N (400MHz).

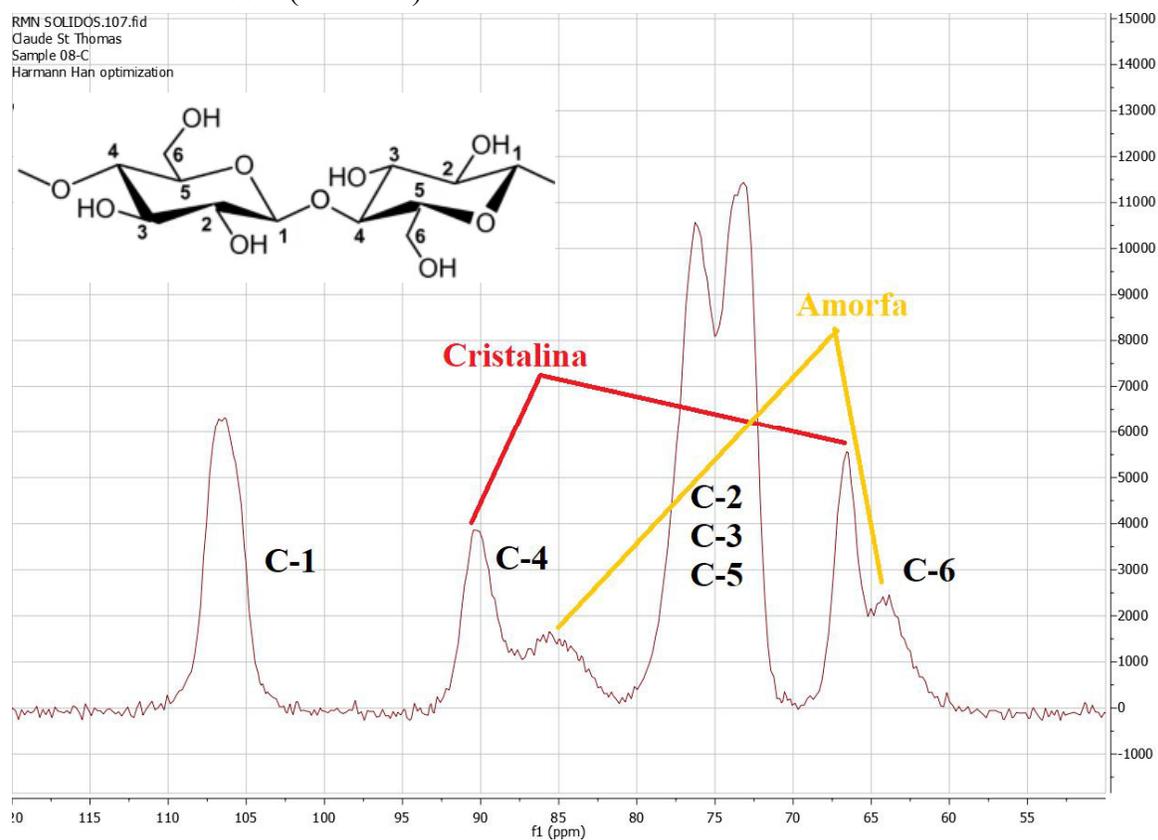


Figura 24 Espectro de resonancia magnética de ^{13}C para la muestra de celulosa de fuente comercial.

Tabla 5 Asignación de señales del espectro de RMN de ^{13}C de la muestra celulosa de fuente comercial.

Tipo de carbono	Compuesto	Desplazamiento
C-O	Celulosa	66.54
C-CO-C	Celulosa	73.18
C-CO-C	Celulosa	73.71
C-CO-C	Celulosa	76.24
C-O	Celulosa	90.40
H ₂ C-O	Celulosa	106.73

En el espectro de RMN de la **figura 24**, el pico a 90.4 ppm se asigna al carbono C4 en estructuras de celulosa tipo I en su parte cristalina, el pico a 85 ppm se asigna al carbono C4 de celulosa amorfa ^[60,61]. El pico del carbono C1 está en 106.73 ppm y el pico del carbono C6 se encuentra en 66.54 siendo celulosa tipo I ^[67].

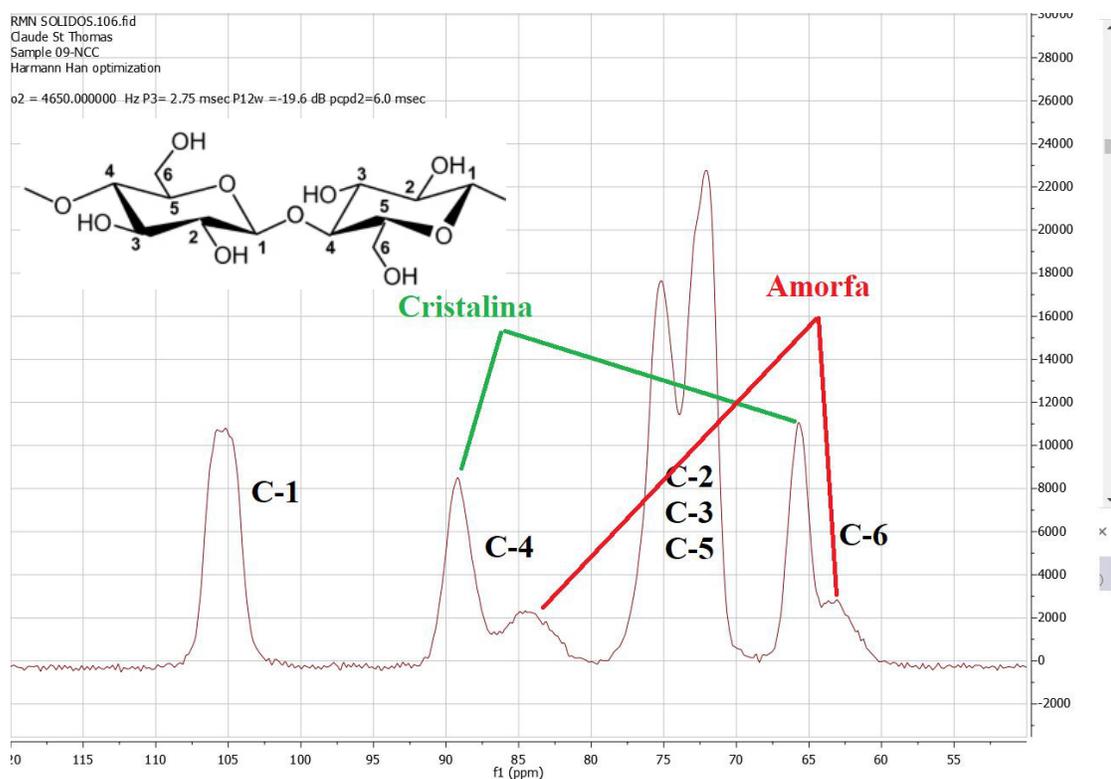


Figura 25 Espectro de resonancia magnética de ¹³C para la muestra de nanocelulosa de fuente comercial.

Tabla 6 Asignación de señales del espectro de RMN de ¹³C de la muestra nanocelulosa de fuente comercial

Tipo de carbono	Compuesto	Desplazamiento
C-O	Celulosa	65.7
C-CO-C	Celulosa	71.91
C-CO-C	Celulosa	72.07
C-CO-C	Celulosa	75.17
C-O	Celulosa	89.19
H ₂ C-O	Celulosa	105.76

En el espectro de RMN de la **figura 25** de la muestra de nanocelulosa de fuente comercial se nota que tras el tratamiento de hidrólisis ácida se observan con mayor intensidad el pico a un desplazamiento menor de 89.19 ppm que se asigna al carbono C4 en estructuras de celulosa cristalinas, y el pico a 84.4 ppm se asigna al carbono C4 de celulosa amorfa [60,61,67].

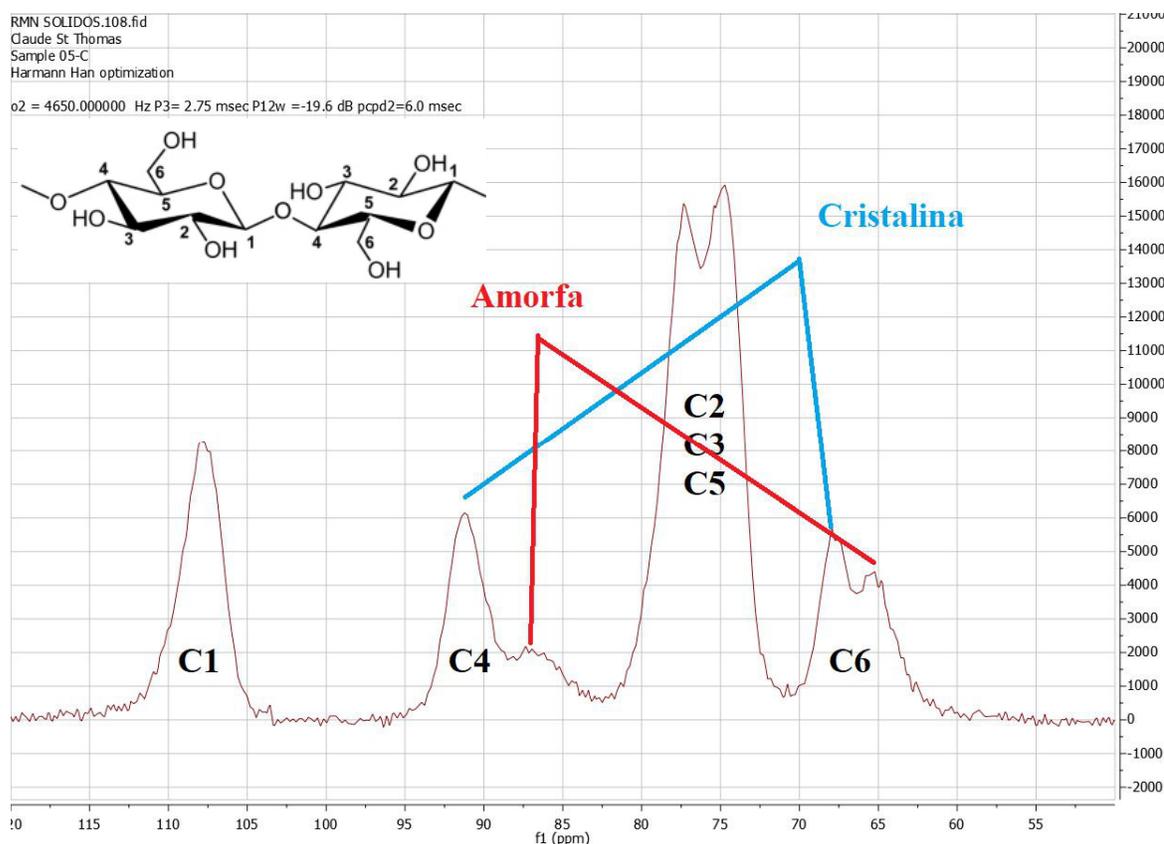


Figura 26 Espectro de resonancia magnética de ^{13}C para la muestra de nanocelulosa *Eichhornia crassipes*.

Tabla 7 Asignación de señales del espectro de RMN de ^{13}C de la muestra nanocelulosa de *Eichhornia crassipes*.

Tipo de carbono	Compuesto	Desplazamiento
C-O	Celulosa	67.93
C-CO-C	Celulosa	74.75
C-CO-C	Celulosa	75.37
C-CO-C	Celulosa	77.34
C-O	Celulosa	91.21
H ₂ C-O	Celulosa	107.76

En el espectro de RMN de la **figura 26** de la muestra de nanocelulosa obtenida a partir de *Eichhornia crassipes* se observan también el pico a 91.21 ppm que se asigna al carbono C4 en estructuras de celulosa cristalinas, y el pico a 87 ppm se asigna al carbono C4 de celulosa amorfa ^[60,61]. También es notable remarcar que la intensidad de los picos de la muestra de nanocelulosa comercial y la de *Eichhornia crassipes* es casi equivalente.

8.1.4 Calorimetría diferencial de Barrido (DSC).

Las muestras se analizaron en un con el equipo “FKJ5193 TA Instruments Discovery” en un intervalo de temperaturas de -90 hasta 100 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C/min. Las muestras fueron corridas en atmosfera de N₂ de ultra alta pureza. Se utilizó esta técnica para determinar las fases de transición de los componentes de las fibras.

M169 01- P
RAMPA 10C/MIN
G. MENDEZ
C:\2021 DSC\M169 01- P.tri

DSC2500,17/06/2021 10:58:54 a. m.
8.500 mg
Tzero Aluminum
INTERNO

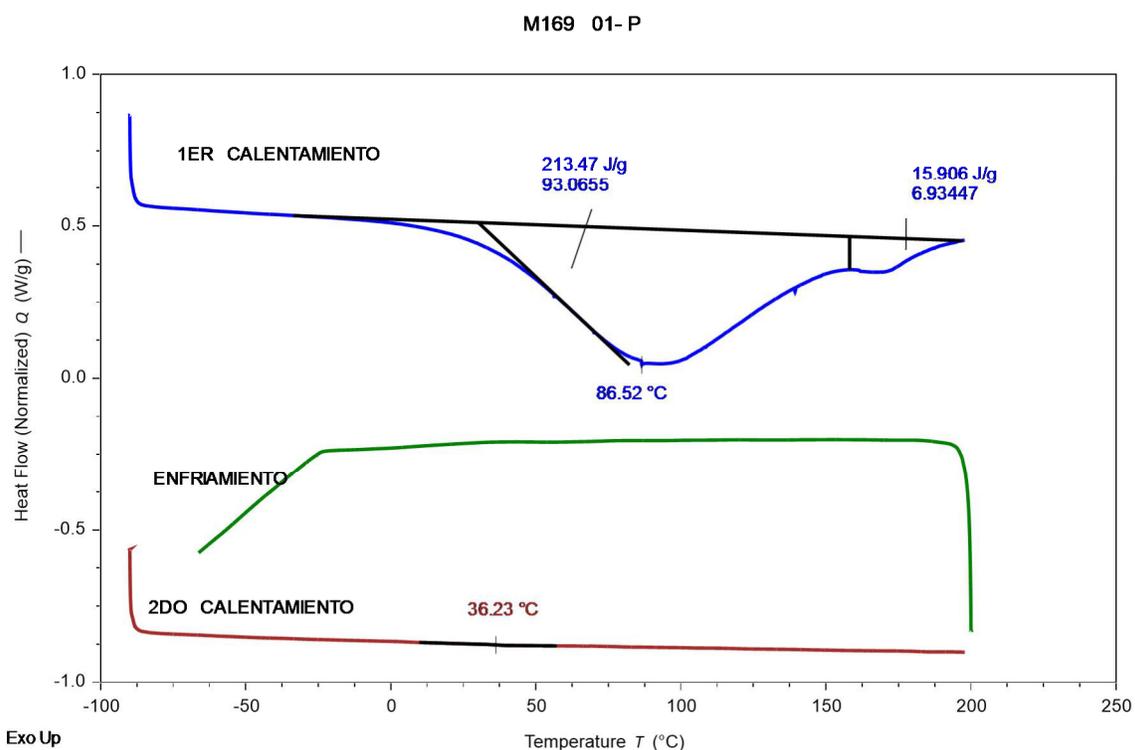


Figura 27 Curvas de DSC de *Eichhornia crassipes*

En la **figura 27** se observa que la planta *Eichhornia crassipes* en el primer calentamiento presenta una endoterma a los 86.52 °C con una entalpía de $\Delta H = 213$ J/g y una segunda endoterma menor aproximadamente a los 175°C con entalpía de $\Delta H = 15.9$ J/g. Estas

endotermas se deben tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa- lignina [64].

M169 07-C
RAMPA 10C/MIN
G. MENDEZ
c:\2021 dsc\m169 07-c .tri

DSC2500,16/06/2021 01:25:27 p. m.
10.50 mg
Tzero Aluminum
INTERNO

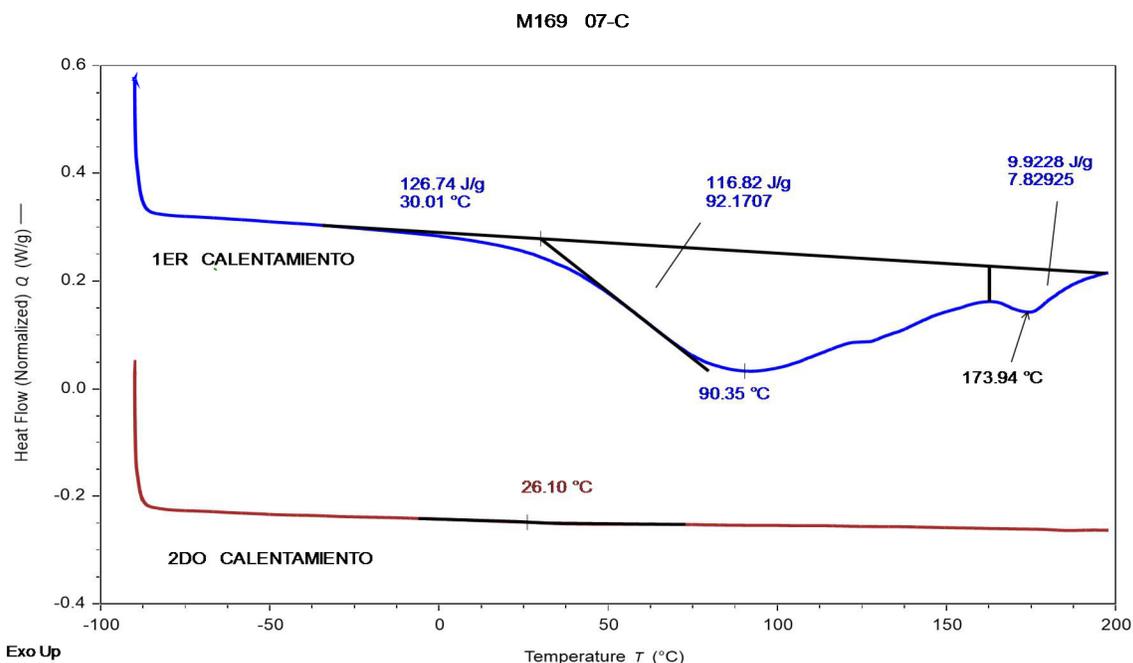


Figura 28 Curvas de DSC de celulosa extraída de *Eichhornia crassipes*.

En la **figura 28** se observa que la planta *Eichhornia crassipes* en el primer calentamiento presenta una endoterma a los 90.35 °C con una entalpía de $\Delta H = 116.81$ J/g y una segunda endoterma menor a los 173.94°C con $\Delta H = 9.92$ J/g. Estas endotermas se deben tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa- lignina [64]. La diferencia principal, es que, en las endotermas de las fibras tratadas, es menor la entalpía si se compara con la de la planta, probablemente debido a la eliminación cadenas de azúcares más grandes por la hidrólisis ácido álcali. En cuanto a los componentes de hemicelulosa, celulosa y lignina, hacen mención de que a temperaturas debajo de 130 °C hay pérdida de humedad específicamente en fructanos [64-66].

M169 08- C

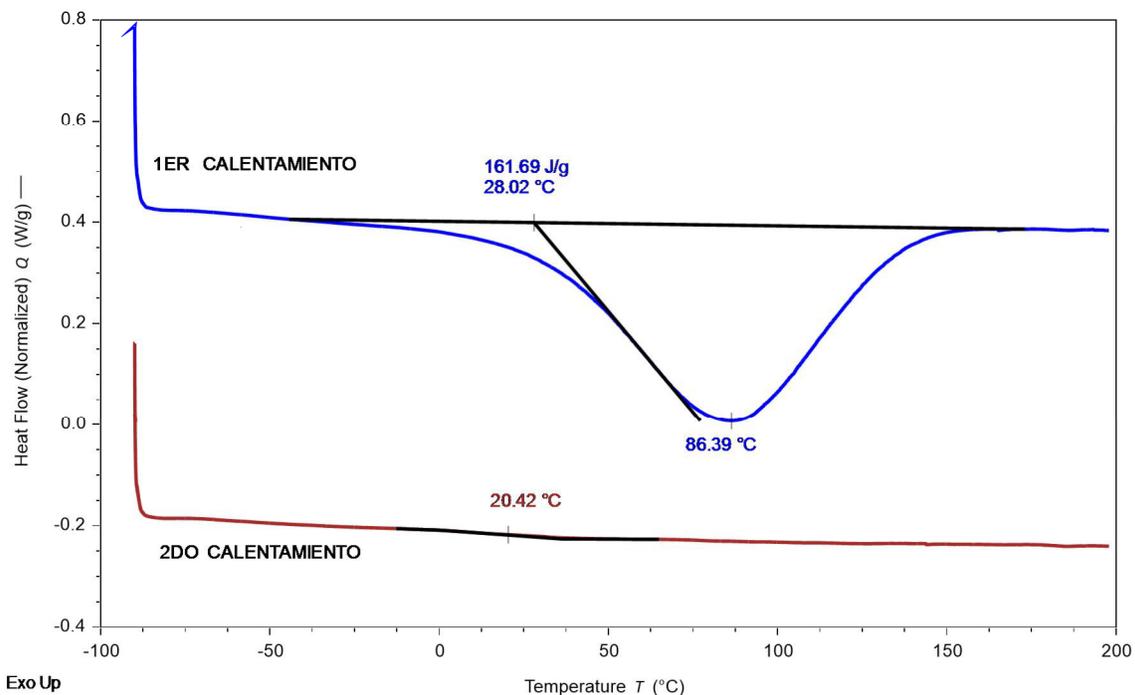


Figura 29 Curvas de DSC de celulosa de fuente comercial.

En la **figura 29** se observa que la celulosa comercial en el primer calentamiento presenta una endoterma a los 86.39 °C con una entalpía de $\Delta H = 161.69$ J/g. Esta endoterma se debe tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa- lignina ^[64].

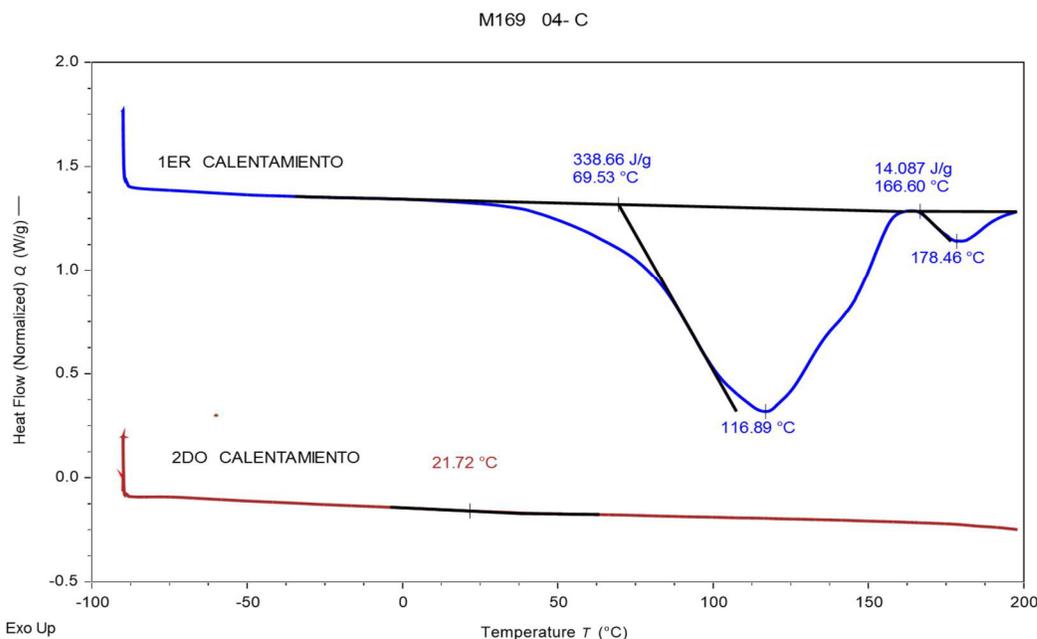


Figura 30 Curvas de DSC de nanocelulosa de *Eichhornia crassipes* fuente comercial

En la **figura 30** se observa que la planta *Eichhornia crassipes* en el primer calentamiento presenta una endoterma a los 116.89 °C con una entalpía de $\Delta H = 338.66$ J/g y una segunda endoterma menor a los 178.46 °C con $\Delta H = 14.087$ J/g. Estas endotermas se deben tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa- lignina ^[64]. La diferencia principal, es que, en las endotermas de las fibras tratadas, es menor la entalpía si se compara con la de la planta, probablemente debido a la eliminación cadenas de azúcares más grandes por la hidrólisis ácido álcali. En cuanto a los componentes de hemicelulosa, celulosa y lignina, hacen mención de que a temperaturas debajo de 130 °C hay pérdida de humedad específicamente en fructanos ^[64-66].

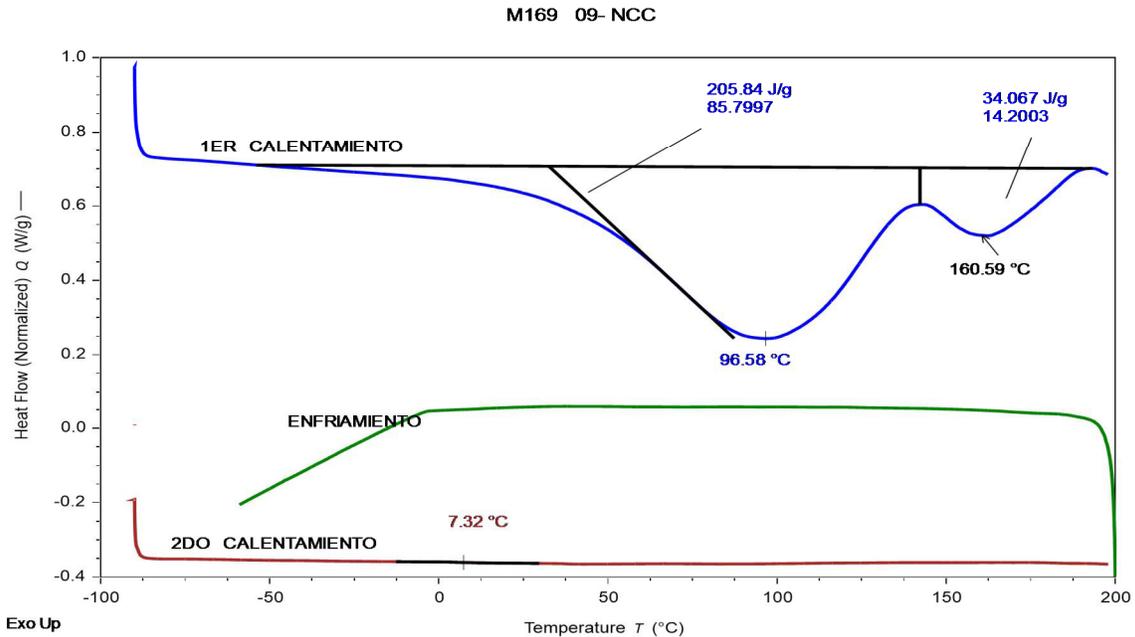


Figura 31 Curvas de DSC de nanocelulosa de fuente comercial

Diversos autores como Mana y colaboradores (2010) establecieron que a temperaturas inferiores a 200 °C se descomponen térmicamente azúcares entre otros compuestos volátiles unidos a las fibras de celulosa. Se tiene reportado que los azúcares unidos a lignina pueden ser muy volátiles y que la degradación térmica de la celulosa ocurre en dos etapas: en la primera se observa una reducción del tamaño de cadena de la celulosa debido a rupturas de enlace generando radicales libres, grupos carboxilos y carbonilos, así como la formación de carbón. Mientras que en la segunda etapa de degradación térmica se incluye la despolimerización de la celulosa por ruptura de las unidades glucosídicas y la formación de levoglucosano. Arriba de 410 °C se atribuye la segunda etapa de degradación de la celulosa y lignina [64-66].

8.1.5 Microscopía óptica

Se realizó una prueba a la muestra de nanocelulosa de *Eichhornia crassipes* con un microscopio óptico con un aumento de 100X, obteniendo la siguiente imagen.

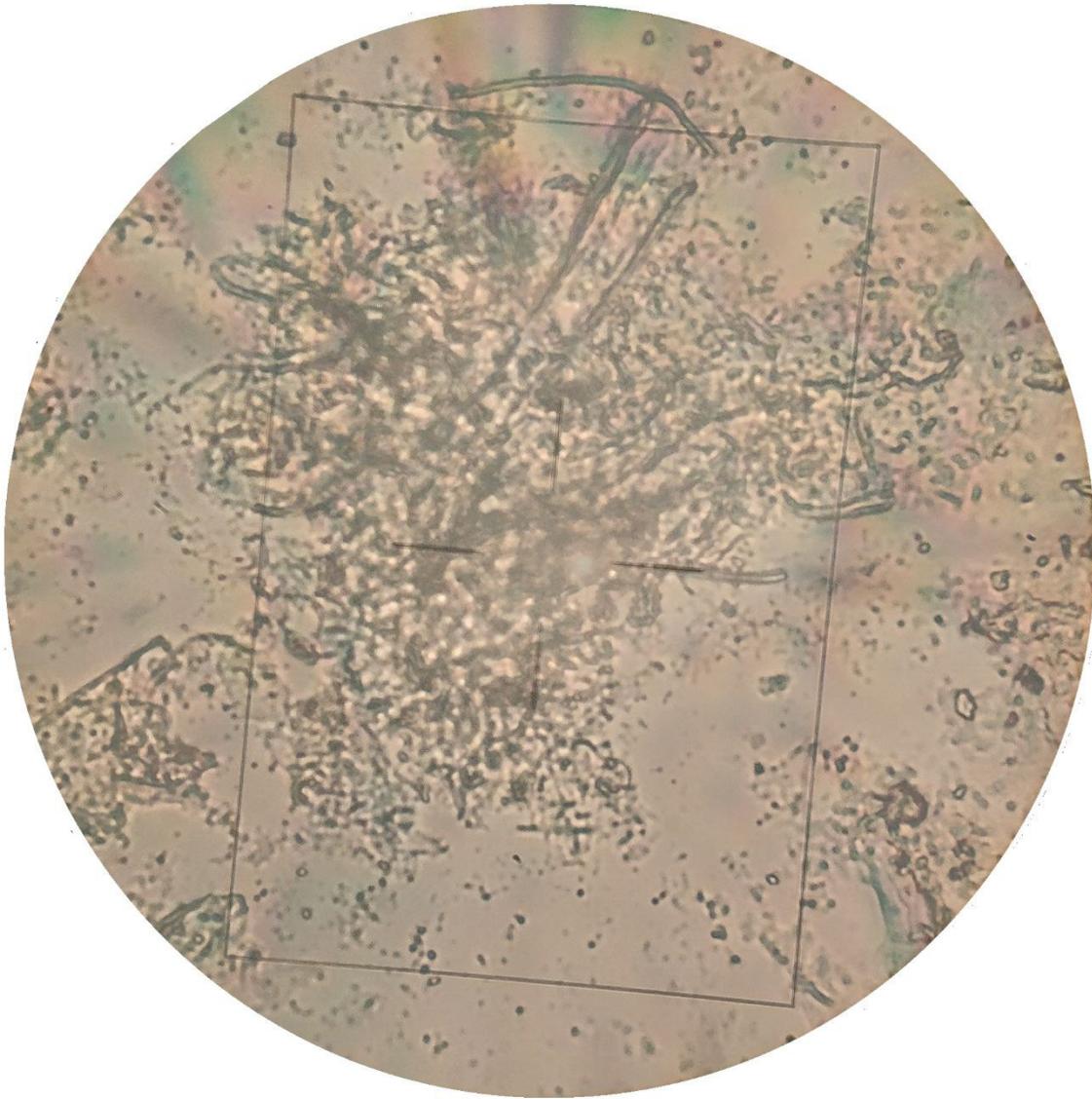


Figura 32 Fotografía obtenida del microscopio óptico con aumento de 100x de la muestra nanocelulosa de *Eichhornia crassipes*

9. CONCLUSIONES.

- El proceso de obtención de nanocelulosa propuesto y modificado basado en el de Kloser y Gray (2010) demostró ser una ruta segura para el aislamiento de nanocelulosa logrando optimizarlo para utilizar concentraciones de ácido menos agresivas con el ambiente y eliminando el uso de compuestos clorados del mismo.
- La técnica de difracción de Rayos X (DRX) comprobó que se obtuvo nanocelulosa con mayor presencia de las regiones cristalinas en comparación con las amorfas, tal como se esperaba, de acuerdo con la literatura.
- La técnica de espectroscopía infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) demostró que se logró aislar la nanocelulosa de acuerdo con las bandas observadas según lo reportado en literatura.
- La técnica de resonancia magnética nuclear (RMN) de ^{13}C de sólidos permitió caracterizar las muestras con presencia de Nanocelulosa en forma cristalina y amorfa.

10. TRABAJO A FUTURO.

- Llevar a cabo más pruebas como microscopía electrónica de barrido (SEM) para comprobar el tamaño de las fibras y gránulos producidos y verificar con más evidencia el aislamiento de nanocelulosa.
- Realizar cambios en el proceso experimental para evaluar el efecto de incorporar nanocelulosa dentro de procesos de polimerización para estudiar el efecto que tiene en la distribución de estas, así como en las propiedades de los composites llevados a cabo con polímeros.

12. BIBLIOGRAFÍA

1. Contreras L., D.; Saldívar-G., E. & Luna-B., G. **2013**. “*Copolymerization of isoprene with polar vinyl monomers: Reactivity ratios, characterization and thermal properties.*” *European Polymer Journal* 49, 2013, 1760–1772.
2. Tayeb, A., Amini, E., Ghasemi, S., & Tajvidi, M. **2018**. “*Cellulose Nanomaterials-Binding Properties and Applications: A Review.*” *Molecules*, 23(10), 2684.
3. Pulido B., E.; Morales C. B.; Zamudio A. M. y Lugo, Del Angel, F. **2016**. "Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de tule (*Typha domingensis*)". *Revista de Energía Química y Física* 2016, 3-6: 31-38.
4. Kalia, S., Dufresne, A., Cherian, B. M., Kaith, B. S., Avérous, L., Njuguna, J., & Nassiopoulos, E. 2011. "Cellulose-Based Bio- and Nanocomposites: A Review." *International Journal of Polymer Science*, 2011, 1–35.
5. Islam, M. T.; Alam, M. M.; Patrucco, A.; Montarsolo, A. & Zoccola, M. **2014**. "Preparation of nanocellulose: a review." *AATCC J. Res.* 2014, 1 (5),17–23.
6. Salimi, S.; Sotudeh G., R.; Zarghami, R.; Yee C., S. & Hay Y., K. **2019**. "Production of Nanocellulose and Its Applications in Drug Delivery: A Critical Review". *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2019, 7, 15800–15827.
7. Gañán, P.; Zuluaga, R.; Castro, C.; Restrepo-Osorio, A.; Velásquez, J.; Osorio1, M.; Montoya, U.; Vélez, L.; Álvarez, C.; Correa, C. & Molina, C. **2017**. “*Celulosa: Un polímero de siempre con mucho futuro*”. *Revista Colombiana de Materiales*. ISSN 2256-1013, Edición Especial, pp. 01-04.

-
8. Siqueira, G.; Abdillahi, H.; Bras, J. & Dufresne, A. **2010**. “*High reinforcing capability cellulose nanocrystals extracted from Syngonanthus nitens (Capim Dourado)*”. *Cellulose* (2010) 17:289–298.
 9. X. Xu, F. Liu, L. Jiang, J. Y. Zhu, D. Haagenson, and D. P. Wiesenborn. **2013**. “*Cellulose Nanocrystals vs. Cellulose Nanofibrils: A Comparative Study on Their Microstructures and Effects as Polymer Reinforcing Agents*”. *ACS Appl. Mater. Interfaces*.
 10. Shaosheng, D.; Yuezhen W. & Zhiqian, Z. **1999**. “*Study on the Synthesis of Heat-Resistant PMMA*”. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 72, 1335–1339.
 11. Behbahani, A.F.; Vaez-Allaei, S.M.; Motlagh, G.; Eslami, H. & Harmandaris, V. **2018**. “*Structure and dynamics of stereo-regular poly(methyl-methacrylate) melts through atomistic molecular dynamics simulations.*” *Soft Matter*, 2018, 14, 1449.
 12. Huang, X. & Brittain, W. **2001**. “*Synthesis and Characterization of PMMA Nanocomposites by Suspension and Emulsion Polymerization*” *Macromolecules* 2001, 34, 3255-3260.
 13. Gaytán L., F.J.; Galindo G., M. del R. & Contreras L., D. **2018**. “*Síntesis de polímeros de estireno con monómeros polares por el proceso de emulsión.*” *Jóvenes en la ciencia*, Vol. 4 no. 1, Verano de la Investigación Científica, 201
 14. Kalfas, G. y Ray, W. H. **1993**. “*Modeling and experimental studies of aqueous suspension polymerization processes.*” *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 32(9):1822-1830.

-
15. L. M. Gugliotta, L. M. **2013**. “*Polimerizaciones radicalarias heterogéneas*”. Grupo de Polímeros y Reactores de Polimerización INTEC.
16. Di Mauro, A.; Cantarella, M.; Nicotra, G.; Pellegrino, G.; Gulino, A.; Brundo, M.V.; Privitera, V. & Impellizzeri, G. **2017**. “*Novel synthesis of ZnO/PMMA nanocomposites for photocatalytic applications*”. Scientific Reports 7:40895.
17. Hirata, T.; Taneda, H.; Nishio, K.; Inutsuka, M.; Yamada, N.L.; Nemoto, F.; Minagawa, Y.; Matsuno, H & Tanaka, K. **2020**. “*A Facile Surface Functionalization Method for Polymers Using a Nonsolvent*”. ACS Appl. Bio Mater. 2020, 3, 2170–2176.
18. Istirokhatun, T.; Rokhati, N.; Rachmawaty, R.; Meriyani, M.; Priyanto, S. & Susanto, H. **2014**. “*Cellulose Isolation from Tropical Water Hyacinth for Membrane Preparation*”. Procedia Environmental Sciences 23 (2015) 274 – 281.
19. Zhou, W., Zhu, D., Langdon, A., Li, L., Liao, S. & Tan, L. **2009**. “*The structure characterization of cellulose xanthogenate derived from the straw of Eichhornia crassipes*.” Bioresource Technology, 100, 5366–5369.
20. Sundari, M.T. & Ramesh. A. **2012**. “*Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes*”. Carbohydrate Polymers 87 (2012) 1701–1705.
21. Hernández, J.A.; Torres-García, A.; Conejo-Moreno, F.B.; Oliva-González, A.S. & Ardila, A.N. **2015**. “*Aprovechamiento de Eichhornia crassipes (lirio acuático) proveniente de la zona de Yuriria, Guanajuato, como fuente de Lignina, Celulosa y Hemicelulosa*”. Innovación y desarrollo tecnológico revista digital, Volumen 7 – Número 1, Enero – Marzo 2015.

-
22. Asrofi1, M.; Abral, H.; Kasim, A. & Pratoto, A. **2017**. “*XRD and FTIR Studies of Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth (Eichornia crassipes) Fiber*”. Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials Vol. 29.
23. Asrofi1, M.; Abral, H.; Kasim, A.; Pratoto,A.; Mahardika, M.; Park, J.-W. & Kim, H-J. **2018**. “*Isolation of Nanocellulose from Water Hyacinth Fiber (WHF) Produced via Digester-Sonication and Its Characterization*”. Fibers and Polymers 2018, Vol.19, No.8, 1618-1625.
24. Tanpichai, S.; Biswas, S.K.; Witayakran, S.& Yano, H. “*Water Hyacinth: A Sustainable Lignin-Poor Cellulose Source for the Production of Cellulose Nanofibers*”. ACS Sustainable Chem. Eng. 2019, 7, 23, 18884–18893.
25. Sain, S.; Dipa Ray, D.; Mukhopadhyay, A.; Sengupta, S.; Kar, T.; Ennis, C.J. & Rahman, P.K. S.M. **2012**. “*Synthesis and Characterization of PMMA-Cellulose Nanocomposites by In Situ Polymerization Technique*”. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 126, E127–E134.
26. Kiziltas, E.E.; Kiziltas, A.; Bollin, S.C. & Gardner, D.J. **2015**. “*Preparation and characterization of transparent PMMA–cellulose-based nanocomposites*”. Carbohydrate Polymers, Volume 127, 381-389.
27. Huang, T.; Kuboyama, K.; Fukuzumi, H. & Ougizawa, T. **2018**. “*PMMA/TEMPO-oxidized cellulose nanofiber nanocomposite with improved mechanical properties, high transparency and tunable birefringence*”. Cellulose 25 (4), 2393-2403.
28. Fujisawa, S.; Togawa, E. & Kimura, S. **2018**. “*Large specific surface area and rigid network of nanocellulose govern the thermal stability of polymers: Mechanisms of enhanced thermomechanical properties for nanocellulose/PMMA nanocomposite*”. Materials Today Communications 16 (2018) 105–110.

-
-
29. Kim, D.W.; Shin, J & Choi, S.Q. **2020**. "Nano-dispersed cellulose nanofibrils-PMMA composite from pickering emulsion with tunable interfacial tensions". *Carbohydrate Polymers*, 247, 116762.
30. Visakh, P. M. & Thomas, S. **2010**. "Preparation of bionanomaterials and their polymer nanocomposites from waste and biomass" *Waste and Biomass Valorization*, vol. 1, no. 1, pp. 121–134, 2010.
31. Kloser E., Gray D. G. **2010**. "Surface Grafting of Cellulose Nanocrystals with Poly(ethylene oxide) in Aqueous Media." *Langmuir*, 26 (16), 13450 – 13456.
32. Mabrouk, A.B.; Kaddami, H.; Magnin, A.; Belgacem, M.N.; Dufresne, A. & Boufi, S. **2011**. "Preparation of Nanocomposite Dispersions Based on Cellulose Whiskers and Acrylic Copolymer by Miniemulsion Polymerization: Effect of the Silane Content". *Polymer engineering and science* -2011.
33. Galindo G., M. **2013**. "Síntesis y caracterización de ferrita de níquel y su aplicación como material de electrodo." *Universidad Autónoma de Madrid*.
34. Ramachandran, V. S. & Beaudoin, J.J. **2001**. "Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology: Principles, Techniques and Applications." 275-286.
35. Valencia R., S. **2018**. "Desarrollo del recubrimiento para protección a los rayos UV del acabado del cuero para la industria automotriz." *Universidad de Guanajuato*.
36. Atole, D.M & Rajput. **2017**. "Ultraviolet spectroscopy and its pharmaceutical applications: A brief Review." *Asian J Pharm Clin Res*, Vol 11, Issue 2, 2018, 59-66.
37. Mata-Miranda, M.M.; Guerrero-Robles, C.I.; Rojas-López, M.; Delgado-Macuil, R.J.; González-Díaz, C.A.; Sánchez-Monroy, V.; Pérez-Ishiwara, D. G. & Vázquez-Zapién, G.J. **2017**. "Componentes Principales mediante Espectroscopia FTIR como

Técnica de Caracterización Innovadora durante la Diferenciación de Células Madre Pluripotentes a Células Pancreáticas.” Revista mexicana de ingeniería biomédica, Vol. 38, No. 1, enero - abril 2017, pp 225-234.

38. Liang, N.; Lu, X.; Hu, Y. & Kitts, D.D. **2016**. “*Application of Attenuated Total Reflectance–Fourier Transformed Infrared (ATR-FTIR) Spectroscopy To Determine the Chlorogenic Acid Isomer Profile and Antioxidant Capacity of Coffee Beans.*” J. Agric. Food Chem. 64, 681–689.
39. Mert, O.; Doganci, E.; Erbil, H. Y. & Demir, A. S. **2007**. “*Surface Characterization of Poly(L-lactic acid)-Methoxy Poly(ethyleneglycol) Diblock Copolymers by Static and Dynamic Contact Angle Measurements, FTIR, and ATR-FTIR.*” Langmuir 2008, 24, 749-757.
40. Contreras H.J.; Trujillo, H.A.; Arias, G.; Pérez, J.L. & Delgado, E. **2010**. “*ATR-FTIR spectroscopy of cellulose: instrumental aspect and mathematical treatment of spectra.*” e-Gnosis [online] Vol. 8, Art. 9.
41. Smith, J.P. & Hinson-Smith, V. **2003**. “*The Endearing FTIR Spectrophotometer.*” Analytical chemistry, January, 37 - 39 A.
42. Velandia C., J.R. **2017**. “*Identificación de polímeros por espectroscopía infrarroja.*” Revista Ontare – Volumen 5 – 2017.
43. Noria. **2017** “Beneficios del análisis FTIR”. Recuperado de <http://noria.mx/lublearn/beneficios-del-analisis-ftir/>. (2017, noviembre 10).
44. Chamberlain, P.H. **2013**. “*Identification of an Alcohol with ¹³C NMR Spectroscopy.*” | J. Chem. Educ. 2013, 90, 1365–1367.

-
45. Contreras L., D. **2014**. “*Modificación y Síntesis de Polímeros de Isopreno vía Polimerización Radicálica Controlada.*” Tesis Doctoral. CIQA.
46. Levitt, M.H. “*Spin Dynamics: Basics of Nuclear Magnetic Resonance.*” (2nd Edition) John Wiley & Sons, Ltd.
47. Álvarez, G.A.; Zwick, A. & Fainstein, A. “*Espectroscopia por Resonancia Magnética Nuclear (RMN).*”
http://fisica.cab.cnea.gov.ar/galvarez/images/docencia/2018-04-18-materia_Espectroscopia_RMN-Parte1.pdf
48. Jaume. **2011**. “*Espectroscopia de resonancia magnética nuclear.*” Grupo de Síntesis orgánica. <http://www.sinorg.uji.es/Docencia/FUNDQO/TEMA10FQO.pdf>
49. Rodríguez, E. & Villegas, E. **2011**. “*Caracterización de polímeros aplicando el método Termogravimétrico.*” Métodos y Materiales, Volumen 2, 2012.
50. Conesa F., J.A. Curso básico de análisis térmico. San Vicente: Club Universitario, 2000. Recuperado de <http://www.editorial-club-universitario.es/pdf/174.pdf>. Páginas 20.
51. Güemez H., A.A. **2018**. “*Síntesis de Materiales Estirénicos de Impacto Resistentes a la Flama por el Proceso de Polimerización Masa – Masa, a través de la Incorporación In Situ de Nano-Cargas Minerales Silíceas del Tipo Vermiculita.*” Tesis. Maestría en tecnología de polímeros. CIQA.
52. Cao, X.T.; Bach, L.G.; Islam, M.R. & Lim, K.T. **2015**. “*A Simple Synthesis, Characterization, and Properties of Poly(methyl methacrylate) Grafted CdTe Nanocrystals.*” Molecular Crystals and Liquid Crystals, 618:1, 111-119.

-
53. Venegas V., D. **2017**. “*Calorimetría diferencial de barrido.*” Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales. Universidad de Concepción, Chile. ResearchGate.
54. Suriñach, S.; Baro, M.D.; Bordas, S.; Clavaguera, N. & Clavaguera-Mora, M. T. “*La calorimetría diferencial de barrido y su aplicación a la Ciencia de Materiales.*” Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. 31 (1992) /, 11-17.
55. Vega-Baudrit, J.; Sibaja B., M.; Nikolaeva N., S. & Rivera A., A. **2014**. “*Synthesis and characterization of amorphous cellulose from triacetate of cellulose*”. Rev. Soc. Quím. Perú vol.80 no.1.
56. Jiang, F.; Hsieh, Y. **2013**. “*Chemically and Mechanically Isolated Nanocellulose and their Self-Assembled Structures*”. ELSEVIER. 95, 32-40.
57. Lu, P.; Hsieh, Y. **2010**. “*Preparation and properties of cellulose nanocrystals: Rods, spheres, and network.*”. ELSEVIER. 82, 329-336.
58. Ciolacu, D.; Ciolacu, F. & Popa, Valentin I. **2011**. “*Amorphous cellulose – structure and characterization.*” Cellulose Chem. Technol., 45 (1-2), 13-21.
59. Oh, S.Y.; Yoo, D.I.; Shin, Y.; Kim, H.C.; Kim, H.Y.; Chung, Y.S.; Park, W.H. & Youk, J.H. **2005**. “*Crystalline structure analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide by means of X-ray diffraction and FTIR spectroscopy*”. Carbohydrate Research 340, 2376–2391.
60. Park, S. Baker, J.O.; Himmel, M.E.; Parilla, P.A. & Johnson, D.K. **2010**. “*Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance*”. Biotechnology for Biofuels 2010, 3:10.

-
61. Atalla R.H & Vanderhart D.L. **1999**. “*The role of solid state ^{13}C NMR spectroscopy in studies of the nature of native celluloses*”. Solid State Nucl Magn Reson, 15:1-19.
62. Bolio L., G; Valadez G., A.; Veleza, L. & Andreeva, A. **2011**. “*Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: Obtención y caracterización.*” Revista mexicana de ingeniería química, 10 (2): 291-299.
63. Bondeson, D.; Mathew, A. & Oksman, K. **2006**. “*Optimization of the isolation of nanocrystals from microcrystalline cellulose by acid hydrolysis*”. Cellulose 13 (2): 171-180.
64. Kestur, G. S.; Flores-Sahagún, T. H. S.; Pereira Dos Santos, L.; Dos Santos, J.; Mazzaroc, I. and Mikowski A. **2013**. “*Characterization of blue agave bagasse fibers of Mexico*”. Composites: Part A. 45:153-161.
65. Balam, C. R. J.; Duarte, A. S. adn Canché, E. G. **2006**. “*Obtención y caracterización de materiales compuestos de las fibras de henequén y polipropileno*”. Rev. Mex. Ing. Quím. 5(1):39-44.
66. Espinosa-Andrews, H. y Urias-Silvas, J. E. **2012**. “*Thermal properties of agave fructans (Agave tequilana Weber var. Azul)*”. Carbohydrate Polymers. 87:2671-2676.
67. Isogai, A.; Kato, T.; Uryu, T. & Atalla, R.H. **1993**. “*Solid-state CP/MAS ^{13}C -NMR analysis of cellulose and tri-O-substituted cellulose ethers*”. Carbohydrate Polymers 21, 277-281.
68. Correll, D. S. y M. C. Johnston, **1970**. “*Manual of the vascular plants of Texas*”. Texas Research Foundation. Renner, Texas.

-
69. Gleason, H. A. y A. Cronquist, **1991**. “*Manual of the vascular plants of northeastern United States and adjacent Canada*”. 2a ed. The New York Botanical Garden. Bronx, New York, USA.
70. Martínez, M., **1979**. “*Catálogo de nombres vulgares y científicos de plantas mexicanas*”. Fondo de Cultura Económica. México, D.F.
71. Novelo, A. y L. Ramos, **1998**. “*Pontederiaceae. En: Rzedowski, G. C. de y J. Rzedowski (eds.). Flora del Bajío y de regiones adyacentes*”. Fascículo 63. Instituto de Ecología-Centro Regional del Bajío. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y Comisión Nacional para el Conocimiento y Uso de la Biodiversidad. Pátzcuaro, Michoacán, México.
72. Rzedowski, G. C. de y J. Rzedowski, **2001**. “*Flora fanerogámica del Valle de México*”. 2a ed. Instituto de Ecología y Comisión Nacional para el Conocimiento y Uso de la Biodiversidad. Pátzcuaro, Michoacán, México.
73. Rzedowski, G. C. de y J. Rzedowski, **2004**. “*Manual de Malezas de la Región de Saltillo, Coahuila. En: Rzedowski, J. y G. Calderón de R. (eds.). Flora del Bajío y de Regiones Adyacentes.*” Fascículo complementario XX. Instituto de Ecología-Centro Regional del Bajío. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y Comisión Nacional para el Conocimiento y Uso de la Biodiversidad. Pátzcuaro, Michoacán, México.
74. Villaseñor R., J. L. y F. J. Espinosa G., **1998**. “*Catálogo de malezas de México*”. Universidad Nacional Autónoma de México. Consejo Nacional Consultivo Fitosanitario. Fondo de Cultura Económica. México, D.F.

-
75. Masters, B. R. **2013**. *"Fundamentals of Light Microscopy and Electronic Imaging, Second Edition,"* J. Biomed. Opt. 18, 029901. 2. J.
76. Pawley. **2010**. *"Handbook of biological confocal microscopy"*. Springer.
77. Hopkins, H. H. & Barham, P. M. **1950**. *"The influence of the condenser on microscopic resolution"*. P. Phys. Soc. Lond. B 63, 737
78. Seward, G. **2010**. *"Optical design of microscopes"* SPIE.
79. Inoué, S. & Walter. R. J. **1986**. *"Video microscopy"*. Plenum Press New York.
80. Keller, H. E. **2006**. *"Objective Lenses for Confocal Microscopy,"*. Handbook Of Biological Confocal Microscopy, J. B. Pawley, ed. Springer. pp. 145-161.
81. Guzmán Altamirano, M.A. **2015**. *"Remoción de la aberración cromática lateral en imágenes de microscopía óptica de campo claro"*. Posgrado en ciencias aplicadas, Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica A.C.