



**UTMACH**

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD**

**CARRERA DE INGENIERIA QUIMICA**

**OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL RAQUIS  
DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO**

**AGUILAR ESPINOZA JEAN ARTURO  
INGENIERO QUIMICO**

**BEJARANO LÓPEZ DARWIN ADRIÁN  
INGENIERO QUIMICO**

**MACHALA  
2024**



**UTMACH**

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD**

**CARRERA DE INGENIERIA QUIMICA**

**OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL  
RAQUIS DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE AZUL  
DE METILENO**

**AGUILAR ESPINOZA JEAN ARTURO  
INGENIERO QUIMICO**

**BEJARANO LÓPEZ DARWIN ADRIÁN  
INGENIERO QUIMICO**

**MACHALA  
2024**



**UTMACH**

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD**

**CARRERA DE INGENIERIA QUIMICA**

**TRABAJOS EXPERIMENTALES**

**OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL  
RAQUIS DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE  
AZUL DE METILENO**

**AGUILAR ESPINOZA JEAN ARTURO  
INGENIERO QUIMICO**

**BEJARANO LÓPEZ DARWIN ADRIÁN  
INGENIERO QUIMICO**

**YANEZ ROMERO MARIA ELENA**

**MACHALA  
2024**

# OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL RAQUIS DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO

*por* Jean Arturo Aguilar Espinoza

---

**Fecha de entrega:** 13-ago-2024 01:30p.m. (UTC-0500)

**Identificador de la entrega:** 2431622080

**Nombre del archivo:** TESIS\_FINAL.pdf (2.22M)

**Total de palabras:** 15891

**Total de caracteres:** 90014

# OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL RAQUIS DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO

## INFORME DE ORIGINALIDAD

10%

INDICE DE SIMILITUD

8%

FUENTES DE INTERNET

3%

PUBLICACIONES

3%

TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

## FUENTES PRIMARIAS

1	María del Rocío Díaz Rey. "Optimización de procesos de revalorización de olefinas ligeras mediante el empleo de catalizadores basados en zeolitas nanocristalinas", Universitat Politècnica de Valencia, 2023 Publicación	<1 %
2	<a href="http://www.scielo.org.pe">www.scielo.org.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
3	Submitted to Universitat Politècnica de València Trabajo del estudiante	<1 %
4	<a href="http://riudg.udg.mx">riudg.udg.mx</a> Fuente de Internet	<1 %
5	<a href="http://ri.conicet.gov.ar">ri.conicet.gov.ar</a> Fuente de Internet	<1 %
6	Submitted to Universidad de Sevilla Trabajo del estudiante	<1 %

## CLÁUSULA DE CESIÓN DE DERECHO DE PUBLICACIÓN EN EL REPOSITORIO DIGITAL INSTITUCIONAL

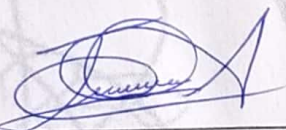
Los que suscriben, AGUILAR ESPINOZA JEAN ARTURO y BEJARANO LÓPEZ DARWIN ADRIÁN, en calidad de autores del siguiente trabajo escrito titulado OBTENCIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DEL RAQUIS DE BANANO APLICADO EN LA REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO, otorgan a la Universidad Técnica de Machala, de forma gratuita y no exclusiva, los derechos de reproducción, distribución y comunicación pública de la obra, que constituye un trabajo de autoría propia, sobre la cual tienen potestad para otorgar los derechos contenidos en esta licencia.

Los autores declaran que el contenido que se publicará es de carácter académico y se enmarca en las disposiciones definidas por la Universidad Técnica de Machala.

Se autoriza a transformar la obra, únicamente cuando sea necesario, y a realizar las adaptaciones pertinentes para permitir su preservación, distribución y publicación en el Repositorio Digital Institucional de la Universidad Técnica de Machala.

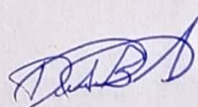
Los autores como garantes de la autoría de la obra y en relación a la misma, declaran que la universidad se encuentra libre de todo tipo de responsabilidad sobre el contenido de la obra y que asumen la responsabilidad frente a cualquier reclamo o demanda por parte de terceros de manera exclusiva.

Aceptando esta licencia, se cede a la Universidad Técnica de Machala el derecho exclusivo de archivar, reproducir, convertir, comunicar y/o distribuir la obra mundialmente en formato electrónico y digital a través de su Repositorio Digital Institucional, siempre y cuando no se lo haga para obtener beneficio económico.



AGUILAR ESPINOZA JEAN ARTURO

0705608701



BEJARANO LÓPEZ DARWIN ADRIÁN

0706884772

## DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mis padres, quienes me han brindado educación, sabios consejos y un apoyo incondicional. Ellos me han inculcado el valor del conocimiento y la perseverancia, y sin su influencia, nada de esto habría sido posible. A mis hermanos, por su constante ánimo y compañía en los buenos y malos momentos. Agradezco también a mis amistades por su respaldo incondicional a lo largo de todo este tiempo. Esta tesis es tanto de ustedes como mía, pues sin su amor y apoyo no habría sido posible.

*Jean Arturo Aguilar Espinoza*

Con todo mi corazón dedico este trabajo a mis padres y a mi abuela, quienes me brindaron educación, apoyo incondicional y numerosos consejos importantes; sin ustedes, esto no habría sido posible. Agradezco a mis compañeros de estudio por las valiosas experiencias compartidas, a mis hermanos, especialmente a mi hermana quien siempre ha sido mi mayor motivación e inspiración, y a todos mis maestros, que nunca desistieron en su labor de enseñar a diario.

*Darwin Adrián Bejarano López*

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco profundamente a Dios por haberme guiado a lo largo de este extenso trayecto, por brindarme sabiduría y fortaleza; sin Su presencia, este logro no habría sido posible. Mi sincera gratitud va a mi tutora, Ing. María Elena Yáñez, y a mi cotutor, Ing. Byron Lapo, cuya orientación experta y dedicación fueron fundamentales en cada etapa de esta investigación. También quiero expresar mi agradecimiento a la Ing. Tanya Carchi y al Ing. Humberto Ayala por su valiosa ayuda y sabios consejos; su apoyo constante elevó la calidad de este trabajo de titulación. A mis compañeros y amigos, les estoy profundamente agradecido por su inquebrantable apoyo, ánimo y comprensión. A mi familia, gracias por su paciencia y comprensión a lo largo de este arduo proceso académico; su apoyo ha sido un pilar esencial en mi vida y en la culminación de esta tesis. Finalmente, agradezco a todos aquellos que, de una u otra manera, contribuyeron a la realización de este logro, su ayuda y respaldo fueron cruciales para llevar a cabo este trabajo.

*Jean Arturo Aguilar Espinoza*

Primero, agradezco a Dios por darme la sabiduría y la fortaleza para alcanzar una de las metas más importantes en mi vida. A mi familia que es el motor que me impulsa a esforzarme cada día, gracias por su apoyo incondicional durante todo el proceso de mi carrera profesional. A mi tutora, Ing. María Elena Yáñez y a mi cotutor Ing. Byron Lapo, agradezco sus conocimientos y guía a lo largo de esta investigación. Expreso mi más sincero agradecimiento a la Ing. Tanya Carchi por su ayuda y paciencia durante todo el proceso de mi trabajo de titulación. También deseo manifestar mi sincero agradecimiento al Ing. Humberto Ayala, quien siempre estuvo dispuesto a ofrecerme su ayuda y orientación. Agradezco a todos los que contribuyeron a este logro: familia, amigos y docentes que conocí a lo largo de mi formación profesional.

*Darwin Adrián Bejarano López*



## RESUMEN

En los últimos años, el desarrollo de materiales sostenibles y la exploración de alternativas para reducir la contaminación en los sistemas acuáticos han cobrado una importancia significativa. Esta investigación se centra en la producción de nanofibras de celulosa (NFC) a partir de un residuo agrícola, concretamente el raquis de banano, con el objetivo de utilizarlas como material adsorbente para el azul de metileno (AM).

Para la obtención de NFC, se implementó un único método de extracción basado en un proceso químico, el cual incluye un blanqueado y la hidrólisis ácida. Las nanofibras resultantes fueron identificadas como: NFC. La caracterización del material se realizó a través de FTIR, la determinación del pH del punto de carga cero (pHpzc), SEM, y estudios destinados a evaluar la eficiencia de adsorción de AM.

La caracterización de FTIR reveló varios picos característicos de las nanofibras de celulosa en su composición química y estructura. Destacando el pico  $3333.32\text{ cm}^{-1}$  que es ancho y fuerte corresponde a la vibración de estiramiento del enlace O-H de los grupos hidroxilo (-OH) presentes en la celulosa. También el pico  $2885.94\text{ cm}^{-1}$  que se asigna a la vibración de estiramiento del enlace C-H de los grupos metileno presentes en la cadena de celulosa. Además, se utilizó microscopía electrónica de barrido, observándose nanofibras con una gran variabilidad en morfología y tamaño.

El estudio de pH refleja que a pH 6 el material adsorbente NFC tiene mayor capacidad de atraer iones positivos resultando beneficioso para la adsorción del azul de metileno, consecuentemente el material adsorbente presentó la mejor remoción del 77.98%. En el estudio de fuerza iónica se determinó que el porcentaje de adsorción de azul de metileno disminuyó de 57.08% a 2.29% conforme la concentración de NaCl aumentaba de 0 a 0.15 M.

Los hallazgos de este trabajo indican que los residuos lignocelulósicos del raquis de banano que usualmente son descartados, pueden servir como una materia prima para producir materiales adsorbentes de bajo costo. Dado que Ecuador es un país exportador de banano y solo utiliza aproximadamente el 25 % de la biomasa, quedando sin usar casi el 75 % de la cosecha, se considera viable emplear estos residuos. Esto los convierte en una fuente renovable, sostenible y rentable para la obtención de materiales adsorbentes destinados a la eliminación de AM y diversos contaminantes más.

**Palabras claves:** nanofibras de celulosa, raquis de banano, azul de metileno, adsorción.

## ABSTRACT

The development of sustainable materials and the search for alternatives to reduce the contamination of aquatic systems have gained great relevance in recent years. This research focuses on the production of cellulose nanofibers (CFN) from an agricultural residue, specifically banana rachis, to be used as an adsorbent material for methylene blue (MB).

To obtain NFC, only one extraction method was used, which is the chemical method, based on bleaching and acid hydrolysis. The nanofibers obtained were identified as: NFC. The characterization of the material was evaluated by FTIR, determination of the pH of zero charge potential (pHpzc), SEM, and studies for the evaluation of the adsorption efficiency of AM.

FTIR characterization revealed several peaks characteristic of cellulose nanofibers in their chemical composition and structure. Highlighting the peak 3333.32  $\text{cm}^{-1}$  which is broad and strong corresponds to the stretching vibration of the O-H bond of hydroxyl (-OH) groups present in cellulose. Also, the peak 2885.94  $\text{cm}^{-1}$  which is assigned to the stretching vibration of the C-H bond of the methylene groups present in the cellulose chain. In addition, scanning electron microscopy was used, observing nanofibers with a great variability in morphology and size.

The pH study shows that at pH 6 the NFC adsorbent material has a greater capacity to attract positive ions, which is beneficial for the adsorption of methylene blue, consequently the adsorbent material presented the best removal of 77.98%. In the ionic strength study, it was determined that the percentage of methylene blue adsorption decreased from 57.08% to 2.29% as NaCl concentration increased from 0 to 0.15 M.

The findings of this work indicate that lignocellulosic residues from banana rachis, which are usually discarded, can serve as a raw material to produce low-cost adsorbent materials. Given that Ecuador is a banana exporting country and only uses approximately 25 % of the biomass, leaving almost 75 % of the harvest unused, it is considered viable to use these residues. This makes them a renewable, sustainable and cost-effective source for obtaining adsorbent materials for the elimination of AM and other pollutants.

**Key words:** cellulose nanofibers, banana rachis, methylene blue, adsorption.

## ÍNDICE

	Pág.
DEDICATORIA .....	III
AGRADECIMIENTO .....	IV
RESUMEN .....	V
ABSTRACT .....	VI
ÍNDICE DE TABLAS .....	X
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XI
LISTADO DE ABREVIATURAS .....	XII
INTRODUCCIÓN.....	12
OBJETIVOS.....	14
1. MARCO TEÓRICO .....	15
1.1 Residuos agrícolas.....	15
1.1.1 Producción de banano en el Ecuador.....	15
1.1.2 Desechos del banano. ....	16
1.1.3 Raquis de banano. ....	17
1.2 Componentes de los residuos .....	18
1.2.1 Celulosa.....	18
1.2.2 Hemicelulosa. ....	18
1.2.3 Lignina. ....	19
1.3 Nanocelulosa .....	20
1.3.1 Celulosa Bacteriana. ....	21
1.3.2 Nanocristales de celulosa. ....	21
1.3.3 Nanofibras de celulosa.....	21
1.4 Métodos de obtención de las nanofibras de celulosa .....	22
1.4.1 Métodos químicos. ....	22
1.4.2 Liofilización. ....	23
1.5 Caracterización de material .....	24
1.5.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier.....	24

1.5.2	Potencial de carga cero (pHPZC).....	24
1.5.3	Microscopia electrónica de barrido.....	25
1.6	Aplicaciones.....	26
1.6.1	Adsorción.....	26
1.6.2	Adsorbentes.....	26
1.6.3	Bioadsorbentes.....	27
1.6.4	Remoción de Azul de Metileno con nanofibras de celulosa.....	27
1.7	Azul de metileno.....	27
1.8	Estudio de adsorción.....	28
1.8.1	Influencia del pH.....	28
1.8.2	Fuerza iónica.....	28
1.8.3	Adsorción en columna.....	29
1.8.4	Desorción en columna.....	29
2.	METODOLOGÍA.....	31
2.1	Sujeto/s o unidad/es de análisis.....	31
2.1.1	Tipo de investigación.....	31
2.1.2	Ubicación geográfica.....	31
2.1.3	Toma de muestras.....	31
2.2	Materiales y métodos.....	31
2.2.1	Materiales, reactivos y equipos.....	31
2.2.2	Métodos.....	33
2.3.1	Caracterización del material.....	36
2.3.2	Estudio de Adsorción.....	37
2.3	Proceso de recolección y análisis de los datos.....	42
2.3.1	Diseño experimental.....	42
2.3.1.1	Estudio de pH.....	42
2.3.1.2	Fuerza iónica.....	42
2.3.1.3	Adsorción en columna.....	42
2.3.1.4	Desorción en columna.....	43

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	44
3.1 Caracterización de nanofibras de celulosa. ....	44
3.1.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). ....	44
3.1.2 Potencial de carga cero (pHPZC). ....	45
3.1.3 Microscopia electrónica de barrido. ....	46
3.2 Estudio de adsorción .....	47
3.2.1 Estudio de pH. ....	47
3.2.2 Fuerza iónica. ....	48
3.2.3 Adsorción en columna. ....	51
3.2.4 Desorción en columna. ....	52
4. CONCLUSIONES .....	54
5. RECOMENDACIONES .....	55
BIBLIOGRAFÍA.....	56
ANEXOS .....	63
Anexo A. Recolección de materia prima (raquis de banano).....	63
Anexo B. Peso de materia prima troceada.....	63
Anexo C. Peso de materia prima libre de humedad .....	64
Anexo D. Molienda de materia prima .....	64
Anexo E. Proceso de blanqueamiento .....	65
Anexo F. Liofilización de NFC.....	65
Anexo G. NFC liofilizadas .....	66
Anexo H. Microscopia óptica de NFC.....	66
Anexo I. Microscopia óptica de NFC .....	67
Anexo J. Desorción en columna de AM .....	67

## ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Materiales, reactivos y equipos.....	31
Tabla 2. Soluciones empleadas para estudio de fuerza iónica .....	39

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
<b>Figura 1.</b> Porcentaje de participación en la superficie cosechada de banano 2021....	16
<b>Figura 2.</b> Diferentes partes de la biomasa residual del banano. ....	17
<b>Figura 3.</b> Enlaces de hidrógeno intra e intermoleculares en la estructura de la celulosa. .....	18
<b>Figura 4.</b> Estructura de Hemicelulosa .....	19
<b>Figura 5.</b> Estructura de lignina.....	20
<b>Figura 6.</b> Flujo de proceso de obtención de raquis puro (polvo) .....	33
<b>Figura 7.</b> Diagrama de flujo de obtención de NFC.....	34
<b>Figura 8.</b> Espectro FT-IR del material adsorbente NFC .....	44
<b>Figura 9.</b> Potencial de carga cero de NFC .....	46
<b>Figura 10.</b> Micrografía SEM de nanofibras de celulosa CNF3 de raquis de banano ...	47
<b>Figura 11.</b> Efecto del pH en el porcentaje de adsorción de NFC. ....	48
<b>Figura 12.</b> Capacidad de adsorción del material NFC .....	49
<b>Figura 13.</b> Porcentaje de adsorción del material NFC .....	50
<b>Figura 14.</b> Capacidad de adsorción de NFC en columna.....	51
<b>Figura 15.</b> Porcentaje de desorción en el material NFC .....	52

## LISTADO DE ABREVIATURAS

**NFC:** Nanofibras de celulosa

**AM:** Azul de Metileno

**FTIR:** Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

**ppm:** Partes por millón

**SEM:** Microscopia electrónica de barrido

**um:** micrómetro

**nm:** nanómetro



## INTRODUCCIÓN

En los últimos años las investigaciones sobre la obtención de celulosa a nanoescala y sus diversas aplicaciones en materiales compuestos han tomado fuerza, esto se debe al gran número de características presentes en la nanocelulosa, que contienen: la renovabilidad, el bajo costo de la materia prima para su obtención, porosidad, alta resistencia, rigidez, bajo coeficiente de expansión térmica y peso, baja densidad, alta biodegradabilidad, entre otros.<sup>1</sup>

En este contexto, la industria bananera enfrenta uno de sus principales desafíos ambientales en la considerable cantidad de desechos vegetales que genera. Mientras que el fruto de exportación representa solo una fracción mínima, el 11.16%, del peso total de la planta, el resto se compone de diversos residuos, tanto fibrosos como no fibrosos. Entre los desechos fibrosos, que constituyen el 54.3% del peso total de la planta, se incluyen racimos, tallos y hojas, de los cuales se pueden extraer haces de fibras. Para separar estos haces de fibras de los recursos vegetales, se han desarrollado diversos métodos, que pueden ser biológicos, químicos o mecánicos. Cada uno de estos métodos tiene sus propias ventajas y desventajas, las cuales afectan tanto la cantidad como la calidad de las fibras obtenidas. La calidad de las fibras depende de varios factores, como la presencia de residuos vegetales en la superficie, así como la longitud y las propiedades intrínsecas de las fibras.<sup>2</sup>

En relación con esto, la nanocelulosa es una fibra natural obtenida de la celulosa que se distingue por su diminuto tamaño, con un diámetro generalmente inferior a 100 nm y una longitud de varios micrómetros. Esta nanofibra biodegradable se caracteriza por ser ligera, de baja densidad (alrededor de 1,6 g/cm<sup>3</sup>) y por poseer una resistencia extraordinaria. También es transparente y cuenta con una superficie altamente reactiva, enriquecida con grupos hidroxilo que pueden ser funcionalizados para dotarla de diversas propiedades superficiales. La nanocelulosa se puede dividir en tres categorías principales: celulosa nanocristalina, celulosa nanofibrilada y nanocelulosa bacteriana. Aunque estos tipos comparten una composición química similar, varían en su morfología, tamaño de partícula, cristalinidad y ciertas propiedades debido a las diferencias en sus fuentes y métodos de extracción.<sup>3</sup>

La adsorción ha sido reconocida como una de las técnicas más efectivas para depurar contaminantes presentes en aguas residuales. Esto se debe a su flexibilidad, facilidad de implementación, posibilidad de reutilizar el material adsorbente, bajo coste y su naturaleza respetuosa con el medio ambiente. Dada su eficacia y beneficios, la

adsorción ha sido objeto de extensos estudios e implementaciones en diversas aplicaciones relacionadas con el tratamiento de aguas residuales.<sup>4</sup>

Por lo tanto, este trabajo de investigación tiene como objetivo explorar el proceso de obtención de nanofibras de celulosa a partir del raquis de banano y su uso en la remoción de azul de metileno. Se busca contribuir al desarrollo de tecnologías sostenibles para el tratamiento de aguas residuales. Mediante una caracterización detallada de los materiales y la evaluación de parámetros de adsorción, se pretende comprender los mecanismos subyacentes y optimizar el rendimiento de este sistema para su posible aplicación a nivel comercial e industrial.

## OBJETIVOS

### Objetivo general:

Evaluar las nanofibras de celulosa extraídas del raquis de banano aplicadas en la remoción de azul de metileno en aguas residuales.

### Objetivos específicos:

- Obtener nanofibras de celulosa a partir del raquis de banano mediante la aplicación de un tratamiento químico (Hidrolisis acida).
- Caracterizar las nanofibras de celulosa obtenida por tratamiento químico.
- Desarrollar el estudio de fuerza iónica para determinar la afinidad del material adsorbente (NFC).
- Analizar la eficiencia de las nanofibras de celulosa aplicadas la remoción de azul de metileno en soluciones acuosas.

## 1. MARCO TEÓRICO

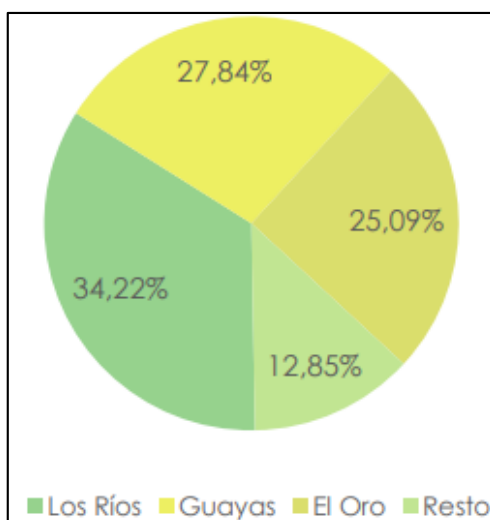
### 1.1 Residuos agrícolas

Los residuos agrícolas se refieren a materiales de procedencia vegetal producidos por las actividades agrícolas y silvícolas, tales como tallos, hojas, ramas y frutos no recolectados. Estos constituyen una fuente abundante de materia prima con alto contenido de celulosa. Dada su abundancia, se presentan como una opción ideal para la fabricación de nanofibras de celulosa (NFC), un material polivalente con diversas aplicaciones. La elaboración de NFC a partir de desechos agrarios puede contribuir a la sostenibilidad al disminuir la dependencia de recursos forestales, además de promover la economía circular al otorgar valor a materiales que de otra forma serían desechados.<sup>5</sup>

1.1.1 *Producción de banano en el Ecuador.* El banano es uno de los tres productos más prominentes en términos de exportación, generando ingresos positivos en la balanza comercial. Ecuador destaca como el principal exportador mundial, contribuyendo con más del 30% de la oferta global de esta fruta. A pesar de enfrentar desafíos como caídas en la producción debido a fenómenos naturales, el banano mantiene estándares de calidad elevados y sigue siendo una opción popular en muchas dietas diarias en diversos países.<sup>6</sup>

Basándose en ESPAC en 2021, la extensión de tierra dedicada al cultivo de banano alcanzó las 164.085 hectáreas, evidenciando un aumento del 2.15% en comparación con el año 2020. La producción de banano destinado a la exportación se concentra principalmente en la Región Costa. Según se observa en la ilustración 1, tres provincias: Los Ríos, Guayas y El Oro, representan conjuntamente el 87.15% del total de tierras dedicadas al cultivo de banano a nivel nacional. Por otro lado, en la Región Sierra, la participación es del 12.85%.<sup>7</sup>

**Figura 1.** Porcentaje de participación en la superficie cosechada de banano 2021.



**Fuente:** <sup>7</sup>

La producción anual de banano alcanzó 6.68 millones de toneladas, experimentando un incremento del 10.98 % en comparación con el año previo. Entre las provincias del país, El Oro se destaca como uno de los tres principales productores de banano, contribuyendo con el 25.09 % de la producción total a nivel nacional según ESPAC 2021.<sup>7</sup>

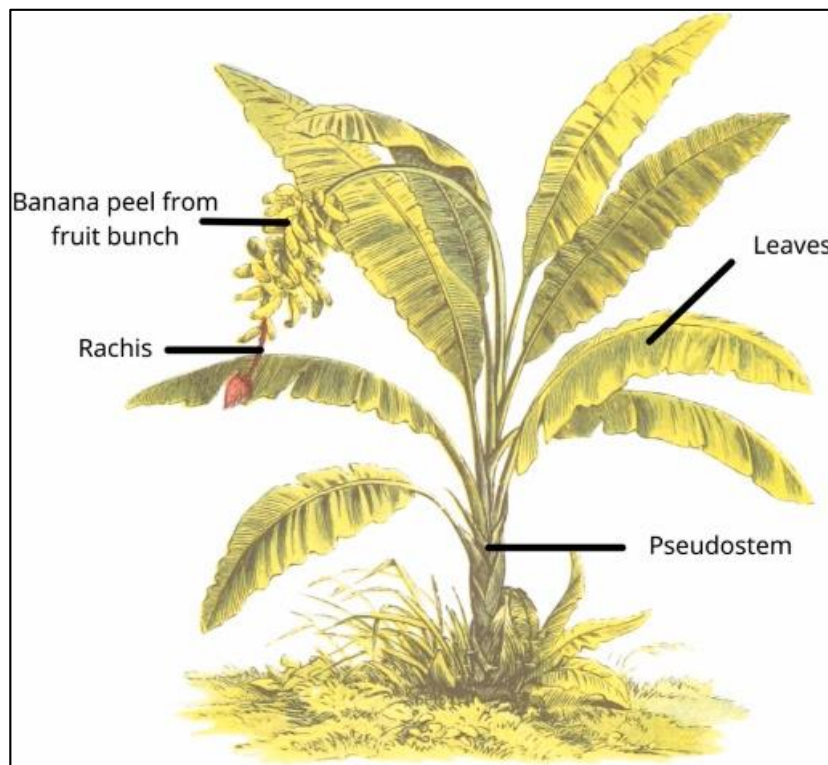
En las últimas dos décadas, el crecimiento de este sector ha servido como sostén económico frente a posibles crisis, no obstante, es esencial comprender el futuro comportamiento del comercio exterior agropecuario para evitar alteraciones significativas en su estructura. Ecuador al ser un importante productor de banano a nivel mundial, también genera una cantidad significativa de residuos postcosecha, los cuales se pueden usar como materia prima para obtener un producto con valor agregado, en este caso, las nanofibras modificadas a partir del raquis de banano.<sup>6</sup>

1.1.2 *Desechos del banano.* Entre los principales residuos del banano implican pseudotallo de banano, el raquis de banano, cascaras de banano y hojas de banano. Habitualmente también se originan desechos de banano en industrias en las que producen chips, pure, productos y harina de banano. En las bananeras donde existe una gran producción, los frutos que se encuentren en mal estado suelen ser rechazados y desechados en el sector. El manejo inadecuado de estos residuos puede causar grandes impactos ambientales significativos, afectando principalmente al recurso hídrico y al recurso suelo.<sup>8</sup>

El tallo del banano es un subproducto de la agricultura del banano que se considera un residuo agrícola. Con una producción anual mundial de banano que oscila entre 118 y 145 millones de toneladas, el tallo del banano contiene aproximadamente un 35-40% de celulosa, lo que lo convierte en una importante fuente de este compuesto.<sup>9</sup>

Anualmente, se genera una considerable cantidad de desechos de plantas de banano, lo que se convierte en un impacto ambiental significativo. La planta de este fruto se divide principalmente en cuatro partes: el pseudotallo, el pedúnculo, las hojas y el raquis.<sup>10</sup>

**Figura 2.** Diferentes partes de la biomasa residual del banano.



**Fuente:** <sup>8</sup>

1.1.3 *Raquis de banano.* La producción de banano ocasiona una notable cantidad de desechos fibrosos, como el raquis, que es el eje del racimo en la planta y se descarta en el suelo después de la cosecha. Sin embargo, los haces vasculares de este material han despertado interés como potenciales refuerzos en la fabricación de materiales compuestos, o para extraer microfibrillas de celulosa mediante el aislamiento.<sup>11</sup>

El raquis de banano presenta un contenido de carbohidratos que oscila entre el 79.60% y el 81.03%, con un 1.65% de fibra cruda, siendo el almidón el componente principal entre los carbohidratos. Debido a sus propiedades químicas, especialmente su alto

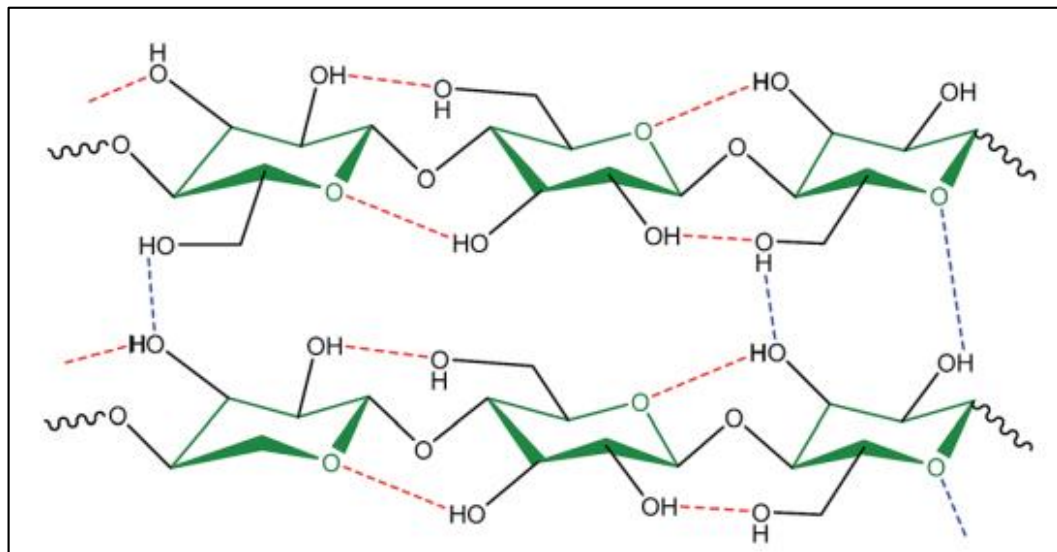
contenido de almidón, se le reconoce como un material prometedor con relevancia para la fabricación de plásticos biodegradables o papel.<sup>12</sup>

## 1.2 Componentes de los residuos

1.2.1 *Celulosa*. La celulosa es un biopolímero lineal abundante en la naturaleza, es muy utilizado en la industria textil y en la elaboración de papel. Este polisacárido está compuesto por la fusión de moléculas  $\beta$ -glucosa, unido mediante enlaces de  $\beta$ -1,4-glucosídico, lo que aporta propiedades de insolubilidad en medios líquidos.<sup>13</sup>

La celulosa es un material esencial para las paredes celulares de las plantas porque se origina en la materia vegetal, formando así una fuente infinita de glucosa al renovarse constantemente a través de un proceso de fotosíntesis.<sup>13</sup> La celulosa se destaca como el biopolímero ecológico con mayor disponibilidad en el planeta.<sup>10</sup>

**Figura 3.** Enlaces de hidrógeno intra e intermoleculares en la estructura de la celulosa.



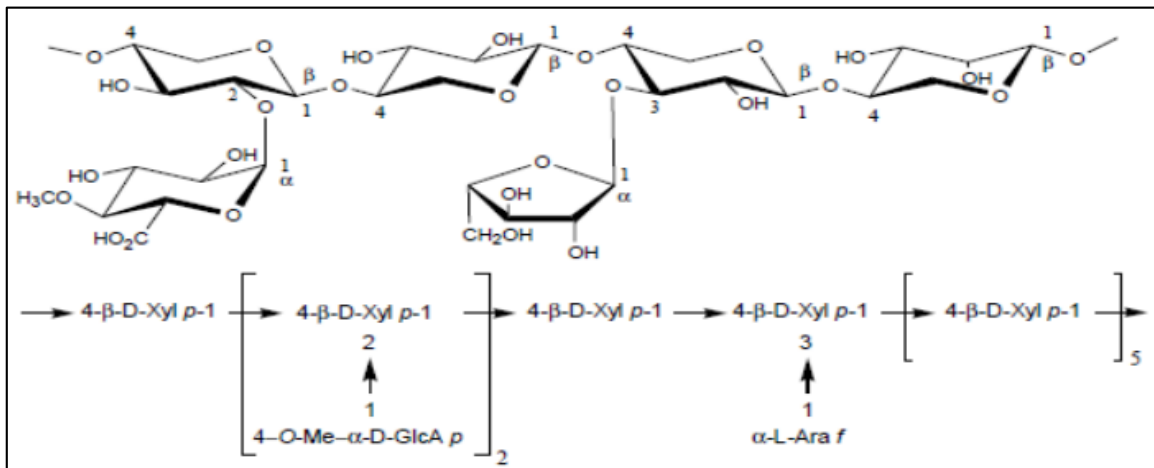
**Fuente:** <sup>14</sup>

1.2.2 *Hemicelulosa*. Son polisacáridos cortos y altamente complejos, que se forman a partir de varias cadenas y se hallan en la pared celular junto con la celulosa, consisten en cadenas entrelazadas de xilosa, arabinosa y otros monosacáridos. Este polímero ramificado, que normalmente constituye entre el 20% y el 40% del compuesto.<sup>14</sup>

Las hemicelulosas, componentes de los heteropolisacáridos presentes en las paredes celulares de las plantas, constituyen cerca de un tercio de la masa seca de estas estructuras, posicionándose como la segunda biomasa más prevalente en el mundo después de la celulosa. Su particular atractivo radica en su capacidad de ser obtenidas de subproductos de distintas industrias, como la silvicultura y la agricultura.<sup>15</sup>

En su mayoría, se disuelven fácilmente en agua y exhiben cualidades notables como la capacidad para crear películas, emulsionar y estabilizar tanto física como oxidativamente diversas disoluciones.<sup>15</sup>

**Figura 4.** Estructura de Hemicelulosa



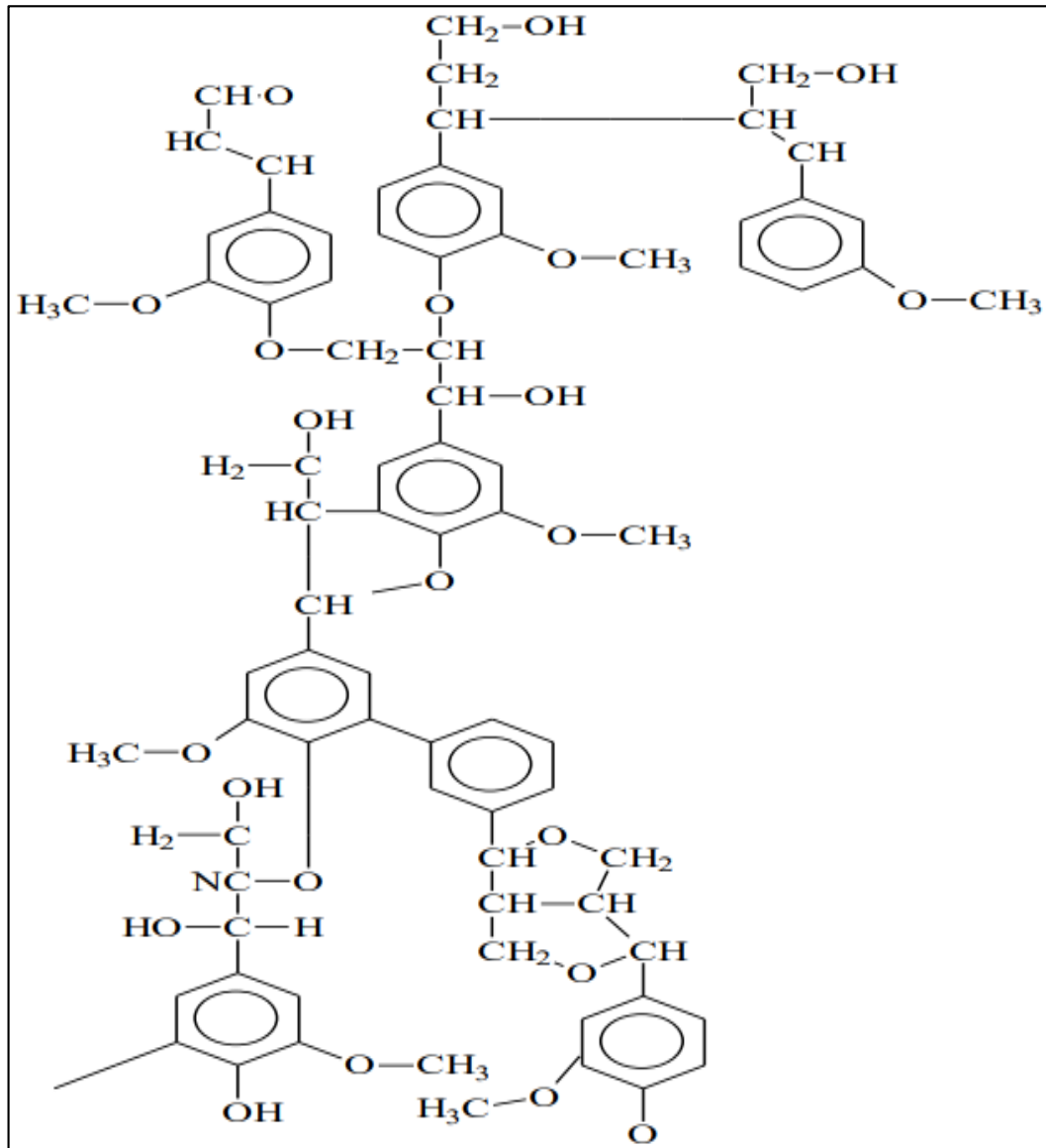
**Fuente:** <sup>16</sup>

1.2.3 *Lignina*. La lignina, uno de los principales elementos de la pared celular de las plantas, constituye entre el 10 y el 40% de la materia seca de la biomasa lignocelulósica. Tradicionalmente, se desprende como un subproducto de las industrias de refinación de biomasa, principalmente del sector papelerero. Se estima que la producción anual mundial de lignina procedente de esta industria alcanza los 70 millones de toneladas.<sup>17</sup>

Sin embargo, el 98% de esta lignina industrial se quema como combustible, mientras que solo el 2% restante se aísla y se utiliza comercialmente. Con el aumento continuo de la industria de refinación de biomasa en respuesta a los cambios climáticos, se espera que la producción de lignina como subproducto se triplique para 2030, llegando a unos 225 millones de toneladas anuales. Este crecimiento ha generado un creciente interés en la valorización de la lignina.<sup>17</sup>



**Figura 5.** Estructura de lignina



**Fuente:** <sup>16</sup>

### 1.3 Nanocelulosa

Es un compuesto natural y renovable derivado de materiales lignocelulósicos, cuyas dimensiones en la escala nano oscilan entre 1 nm y 100 nm. Entre sus atributos más destacados se encuentran su disponibilidad, coste reducido, relación superficie-volumen favorable, resistencia y rigidez elevadas, ligereza, baja densidad, alta relación de aspecto y capacidad de biodegradación, entre otros. Estas cualidades han propiciado que este biopolímero sea un recurso de gran potencial en diversos sectores industriales y campos científicos, los cuales están en constante evolución con el fin de generar nuevos materiales sostenibles.<sup>18</sup>

La nanocelulosa se refiere a la celulosa que ha sido reducida a dimensiones pequeñas en la escala nanométrica.<sup>19</sup> La nanocelulosa posee una disponibilidad amplia, se renueva naturalmente, es biodegradable y puede ser transformada en una variedad de configuraciones, tales como hidrogeles, aerogeles, fibras y compuestos. Se distinguen tres tipos principales: nanocristales de celulosa (CNC), nanofibrillas de celulosa (CNF) y nanocelulosa bacteriana (BNC).<sup>20</sup>

1.3.1 *Celulosa Bacteriana*. El principal tipo de microorganismo que produce la celulosa bacteriana y que a su vez sirve como modelo para la síntesis de la misma es el *Komagataeibacter* (anteriormente conocido como *Gluconacetobacter*), que integra a la familia *Acetobacteraceae*. Estas bacterias son bacilos Gram negativos y requieren oxígeno para vivir. Se pueden encontrar en la superficie de varias flores y frutas, como la caña de azúcar, así como en bebidas fermentadas. La producción de celulosa por parte del *Komagataeibacter* es una respuesta a necesidades fisiológicas.<sup>21</sup>

Las bacterias se unen al biopolímero con el fin de incrementar su acceso al oxígeno y aprovechar los nutrientes presentes en los líquidos absorbidos del entorno, al mismo tiempo que las resguarda de la radiación ultravioleta.<sup>21</sup>

1.3.2 *Nanocristales de celulosa*. Los nanocristales de celulosa (CNC), considerados como uno de los materiales biodegradables prometedores en la industria de la nanotecnología, generalmente se obtienen de la pulpa de madera o de desechos agrícolas mediante un proceso de hidrólisis ácida. Este método se emplea para eliminar la zona no estructurada de la celulosa. Los CNC tienen una forma semejante a las varillas con un diámetro de hasta 100 nm y una longitud de cientos de nanómetros. Exhiben notables propiedades, siendo no tóxicos, biodegradables, renovables, y una morfología única, alta cristalinidad y baja expansión térmica.<sup>22</sup>

1.3.3 *Nanofibras de celulosa*. Las nanofibras de celulosa son un polímero de material lignocelulósico, que normalmente se producen al descomponer fibras de celulosa a través de su eje longitudinal con la ayuda de un triturador, un homogeneizador, un microfluidizador, etc., siempre manteniendo la figura cristalina y la longitud de las fibrillas. Los métodos mecánicos tradicionales consumen una cantidad significativa de energía debido a la gran cantidad de grupos hidroxilo en la superficie que generan vastas interacciones de enlaces de hidrógeno entre las nanofibrillas.<sup>23</sup>

Las nanofibras de celulosa, son estructuras celulósicas en forma de finas fibrillas, generalmente presentan medidas que oscilan entre 3 y 100 nm de diámetro, con longitudes que van desde varios cientos de nm hasta algunas micras. Estas nanofibras exhiben propiedades ventajosas, tales como una alta relación de aspecto, una

resistencia a la tracción y rigidez sobresalientes, un coeficiente de expansión térmica bajo, un notable potencial de refuerzo, una amplia área de superficie específica, una baja masa y un costo reducido. Estas cualidades positivas convierten a las nanofibras de celulosa en materiales nanoestructurados prometedores, con potenciales aplicaciones de valor añadido en compuestos poliméricos, embalajes y campos de ingeniería biomédica.<sup>24</sup>

#### **1.4 Métodos de obtención de las nanofibras de celulosa**

Los procedimientos utilizados para producir nanofibras de celulosa abarcan una variedad de tratamientos, incluyendo métodos mecánicos, físicos, químicos y enzimáticos. La selección de estos tratamientos se basa en las propiedades y la naturaleza de la materia lignocelulósica original, así como en las características específicas de las fibras de celulosa deseadas. Por ejemplo, la aplicación de un tratamiento ácido puede reducir el contenido de lignina en el material lignocelulósico.<sup>18</sup>

Los procedimientos de extracción de nanofibras varían dependiendo del material que se quiere obtener. Estas nanofibras se obtienen por medio de un tratamiento químico; asimismo, se utilizará un método químico para modificarlas y mejorar sus propiedades en cuanto a la eficiencia para la remoción de azul de metileno en el recurso hídrico.<sup>25</sup>

1.4.1 *Métodos químicos.* Para la obtención de nanofibras de celulosa se utiliza un conjunto de procesos químicos entre los cuales: blanqueamiento y la hidrólisis ácida.

1.4.1.1 *Blanqueamiento.* El proceso de blanqueo consiste en eliminar la lignina y la hemicelulosa restantes tras el pretratamiento, preservando tanto el rendimiento como la integridad de las fibras de pulpa. Dado que la lignina presenta una estructura molecular compleja con diferentes tipos de enlaces, el blanqueo químico de la pulpa se lleva a cabo en múltiples etapas utilizando compuestos que contienen cloro u oxígeno para descomponer los diversos enlaces presentes en la lignina.<sup>26</sup>

Los productos químicos blanqueadores se clasifican en tres categorías según sus funciones. Estos grupos de agentes blanqueadores incluyen: a) Cloro gaseoso ( $\text{Cl}_2$ ), Ozono ( $\text{O}_3$ ) y Peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), que interactúan con las unidades de lignina aromática; b) Dióxido de cloro ( $\text{ClO}_2$ ) y Oxígeno gaseoso ( $\text{O}_2$ ), que actúan sobre estructuras de lignina que contienen grupos hidroxilo fenólicos libres; y c) Hipoclorito ( $\text{NaClO}$  o  $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ ) y Peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), que reaccionan específicamente con ciertos grupos funcionales como los  $\alpha$ -carbonilos.<sup>26</sup>

Comúnmente se emplean tres sustancias químicas para el proceso de blanqueo de las fibras celulósicas: cloro, clorito de sodio ( $\text{NaClO}_2$ ) y peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )<sup>26</sup>. Sin

embargo, muchos de estos químicos, como el dióxido de cloro ( $\text{ClO}_2$ ), el hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) y el hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), son reactivos y representan peligros durante su transporte, por lo que suelen producirse in situ o en las cercanías de las instalaciones. Asimismo, se ha dejado de utilizar el hipoclorito en el proceso de blanqueo comercial de la pulpa debido a su tendencia a liberar compuestos organoclorados y cloroformo, lo que genera preocupaciones ambientales. En respuesta a estas inquietudes por un posible impacto ambiental significativo, los blanqueadores libres de cloro han ganado mayor atención recientemente.<sup>27</sup> El peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) y/o el ditionito de sodio o hidrosulfito de sodio ( $\text{NaS}_2\text{O}_4$ ) son alternativas más económicas y seguras, ya que son respetuosas con el medio ambiente. Sin embargo, su efectividad está condicionada por el bajo contenido de lignina y extractos en las especies de madera utilizadas.<sup>26</sup>

1.4.1.2 *Hidrólisis ácida*. La hidrólisis ácida emplea ácidos inorgánicos u orgánicos como el sulfúrico, el clorhídrico, el fosfórico y el acético glacial, se presenta como el método más establecido para la producción de nanocelulosa, descomponiendo la región amorfa que rodea a la celulosa. El ácido más utilizado para el proceso de la hidrólisis ácida es el ácido sulfúrico.<sup>28</sup>

La acción de la hidrólisis puede descomponer enlaces químicos, transformando así macromoléculas presentes en exudados de plantas, predominantemente compuestos fenólicos, en moléculas de menor tamaño. Este proceso de hidrólisis ácida se lo usa para que rompa los enlaces glucosídicos en la molécula.<sup>29</sup>

1.4.2 *Liofilización*. La liofilización es una técnica de conservación que utiliza la sublimación para minimizar la pérdida de componentes volátiles o sensibles al calor. Este proceso avanzado y eficaz es ideal para preservar productos biológicos y nanofibras de celulosa, entre otros, combinando la congelación y la deshidratación, los métodos más confiables. Sin necesidad de conservantes ni productos químicos, la liofilización es perfecta para mantener células, enzimas, vacunas, virus, levaduras, sueros, derivados sanguíneos, algas, frutas, vegetales, carnes, pescados y alimentos en general. Los productos tratados de esta manera conservan sus propiedades intactas y se rehidratan fácilmente.<sup>30</sup>

La liofilización no altera la estructura físico-química del material, permitiendo que las nanofibras de celulosa mantengan su integridad estructural y funcional, lo que facilita su conservación indefinida sin necesidad de cadena de frío, con menos del 15% de humedad y alta estabilidad microbiológica. A diferencia del secado por calor, la liofilización reduce al mínimo el encogimiento y preserva el aspecto, la textura, el sabor

y el aroma de los alimentos, mejorando sus características nutricionales. Este método es ideal para conservar productos alimenticios, farmacéuticos y biológicos que no deben exponerse a temperaturas moderadas.<sup>30</sup>

Además, la liofilización es esencial para mantener la alta superficie específica y la porosidad de las nanofibras de celulosa, características cruciales para su rendimiento en aplicaciones como la filtración, la liberación controlada de fármacos y la fabricación de materiales compuestos. La capacidad de conservar estas propiedades garantiza que las nanofibras mantengan su funcionalidad y eficiencia en sus diversas aplicaciones.<sup>30</sup>

## 1.5 Caracterización de material

1.5.1 *Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier.* La técnica de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una herramienta eficaz y rápida que posibilita tanto la identificación cualitativa como cuantitativa de diversas clases de lípidos. Esto se logra mediante la detección de las distintas moléculas que conforman la estructura lipídica, evidenciadas por los picos de absorción en los espectros FTIR, los cuales se corresponden con números de onda específicos. La magnitud de la absorbancia IR proporciona información acerca de la presencia de grupos funcionales característicos, mientras que la configuración de los picos refleja la estructura química y conformacional de las moléculas.<sup>31</sup>

FTIR es una técnica ampliamente utilizada que permite analizar la composición química al generar un espectro de absorción infrarroja, lo que facilita el estudio de la estructura molecular. A continuación, se enumeran algunas ventajas que ofrece esta tecnología: 1) No se requieren condiciones específicas en cuanto al tamaño, contenido de agua o forma de la muestra a analizar. 2) La preparación de la muestra es sencilla y no causa daños. 3) El detector sensible garantiza una precisión precisa, con una zona de medición reducida y una capacidad de detección que puede variar desde unas pocas micras hasta varias micras.<sup>32</sup>

1.5.2 *Potencial de carga cero (pHPZC).* El término "punto de carga cero" (PZC) hace referencia al nivel de pH en el cual la carga eléctrica total (considerando tanto la carga externa como la interna) de todas las partículas adheridas a la superficie del material adsorbente se vuelve neutra. En otras palabras, en este punto, el número de sitios con carga positiva es igual al número de sitios con carga negativa.<sup>18</sup>

La interacción entre un sólido y una fase acuosa conlleva la adquisición de una carga eléctrica superficial, ocasionada por la redistribución de especies cargadas en la región de interfaz. La presencia de iones adsorbidos en la superficie del adsorbente puede

generarse a través de interacciones covalentes, ejerciendo una influencia directa sobre la carga superficial del sólido.<sup>33</sup> Mediante la utilización de datos provenientes de mediciones potenciométricas ácido-base realizadas sobre el adsorbente en diversas concentraciones de un electrolito no reactivo (conocido como ion espectador), es posible representar gráficamente las curvas de consumo neto de protones (expresadas en mmol/g) en relación al pH. Estas curvas, que muestran el comportamiento del sistema en diferentes condiciones, convergen en un punto común de pH denominado punto de carga cero (PZC), el cual sirve como referencia para la carga de las superficies sólidas.<sup>33</sup>

*1.5.3 Microscopía electrónica de barrido.* La concepción de la microscopía electrónica de barrido (SEM) surgió en el siglo XX. En 1933, los físicos Ruska y Knoll construyeron una versión inicial de un microscopio electrónico. Luego, en 1938, Von Ardenne avanzó esta tecnología al incorporar una bobina de exploración en el microscopio electrónico de transmisión (TEM). Esto resultó en la creación de un microscopio electrónico de transferencia de barrido (STEM) con un voltaje de 23 kV, un aumento de 8000x y una resolución de entre 50 y 100 nm.<sup>34</sup>

Se encontró que los electrones, cuando interactúan con campos eléctricos y magnéticos, actúan de forma análoga a la luz visible al pasar por espejos y lentes. En un microscopio electrónico de barrido, un haz de electrones acelerados por un potencial eléctrico alto (25,000 voltios) se emplea como fuente de radiación.<sup>35</sup>

Aunque la comercialización de estos microscopios comenzó alrededor de 1960, su rendimiento y facilidad de uso han mejorado continuamente. Los microscopios actuales permiten visualizar muestras con una resolución cercana a los 4 nanómetros y aumentos de hasta 300,000x. Esto posibilita obtener imágenes detalladas de diversos materiales estructurales o biológicos con una preparación mínima, y observar directamente varias superficies con una gran profundidad de campo. Esta característica, exclusiva de los microscopios electrónicos, permite obtener micrografías nítidas de superficies irregulares, como una superficie de fractura.<sup>35</sup>

Para utilizar un SEM, las muestras deben estar limpias, secas, resistentes al alto vacío del instrumento y ser buenos conductores eléctricos. En el caso de materiales no conductores, generalmente se recubren con una fina capa de metal, como oro, o se desecan previamente si contienen altos niveles de vapor de agua.<sup>35</sup>

Un SEM ofrece imágenes en tiempo real con resolución manométrica y una amplia área de escaneo, lo que permite la integración de métodos robóticos de nano manipulación dentro de una cámara de vacío para obtener imágenes y realizar interacciones directas con muestras a nano escala simultáneamente. Las técnicas emergentes de

manipulación nano robótica durante la obtención de imágenes SEM permiten la caracterización de nano materiales y nano estructuras, así como la creación y ensamblaje de prototipos de nano dispositivos. Estos microscopios cuentan con una gran profundidad de campo, lo cual es ventajoso ya que permite enfocar varias muestras al mismo tiempo. Según el tipo de microscopio, la resolución puede variar entre 4 y 20 nm.<sup>34</sup>

## 1.6 Aplicaciones

Las nanofibras de celulosa tiene una variedad única y versátil de propiedades que les permite una amplia gama de aplicaciones interesantes. Una de las aplicaciones es la mejora de materiales compuestos avanzados, donde actúan como refuerzos mejorando la resistencia y propiedades mecánicas de polímeros, plásticos y otros materiales. También desempeñan un papel importante en la elaboración de embalajes biodegradables<sup>36</sup>. Además, su transparencia y facilidad para formar películas las hace perfectas para la producción películas plásticas transparentes, que son necesarias para su aplicación en envases alimenticios y la fabricación de productos electrónicos. Asimismo, desempeñan un papel fundamental en la fabricación de textiles funcionales, mejorando las propiedades antibacterianas, repelentes al agua y aislantes térmicos de la ropa y otros textiles.<sup>36</sup>

1.6.1 *Adsorción*. La eliminación de contaminantes en aguas residuales mediante adsorción es reconocida como un método altamente eficiente, destacando por su versatilidad, diseño sencillo, potencial para reutilizar el adsorbente, bajos costos y consideración hacia la preservación del medio ambiente. En este proceso, iones y moléculas se adhieren físicamente o se unen a las superficies de otras sustancias moleculares, siendo los componentes de la fase líquida denominados adsorbatos, mientras que la fase sólida es referida como adsorbente. La aplicabilidad ambientalmente consciente de la adsorción ha sido extensamente examinada y empleada en diversas circunstancias para abordar los desafíos asociados a la contaminación del agua.<sup>37</sup>

1.6.2 *Adsorbentes*. El biocarbón se usa extensamente como agente adsorbente para eliminar metales pesados de las aguas residuales. Una estrategia económica y simple implica emplear directamente desechos de biomasa como adsorbentes para eliminar estos metales. La capacidad de adsorción puede incrementarse al alterar la estructura o los grupos funcionales superficiales de los residuos de biomasa. Vale la pena señalar que los adsorbentes de carbono derivados de residuos de biomasa suelen exhibir

capacidades de adsorción superiores debido a su mayor área superficial y mayor porosidad.<sup>38</sup>

1.6.3 *Bioadsorbentes*. Un bioadsorbente respetuoso con el medio ambiente, altamente eficiente y basado en celulosa porosa se sintetizó mediante la introducción de ácido acrílico y acrilamida, con el propósito de eliminar el ácido colorante aniónico. La capacidad de reciclaje del bioadsorbente y su eficacia en la eliminación de colorantes son aspectos cruciales para gestionar la contaminación y salvaguardar el entorno. El bioadsorbente de celulosa evidenció su capacidad de reciclaje al eliminar colorantes no solo de soluciones simples, sino también de soluciones complejas.<sup>39</sup>

1.6.4 *Remoción de Azul de Metileno con nanofibras de celulosa*. El azul de metileno es un colorante catiónico ampliamente usado en las industrias textil, papelera y médica. Su presencia en aguas residuales representa un problema para el ambiente, debido a su toxicidad para la vida acuática y su impacto visual. Las nanofibras de celulosa son materiales nanoestructurados con alta área superficial, biodegradabilidad y capacidad de adsorción, lo que los convierte en candidatos potenciales para la eliminación del azul de metileno del agua.<sup>37</sup>

## 1.7 Azul de metileno

El azul de metileno, un colorante básico y catiónico, se emplea extensamente en diversos campos como textiles, impresión, química y biología.<sup>40</sup> Dado su carácter de compuesto aromático heterocíclico de gran tamaño, se utiliza de manera frecuente en la evaluación de la estructura y capacidad de adsorción de carbones activados. Sin embargo, la disponibilidad de superficie de un adsorbente para una molécula grande como el azul de metileno se ve restringida debido al efecto de tamiz molecular. Investigaciones previas han indicado que los carbones mayormente mesoporosos, derivados de materiales como almidón o ácido algínico, exhiben una mayor capacidad de adsorción y tasas de adsorción más rápidas para este tinte en comparación con el carbón activado microporoso convencional.<sup>41</sup>

El azul de metileno es nocivo, duradero en el ambiente y resistente a varios factores como la luz, el calor, el agua y la oxidación. Además, es el colorante básico y catiónico más comúnmente empleado. Por lo tanto, la descarga de azul de metileno en el recurso hídrico representa una amenaza importante para la fauna acuática y para los seres vivos que dependen de ella, incluyendo a los humanos.<sup>41</sup>



## 1.8 Estudio de adsorción

1.8.1 *Influencia del pH.* El pH desempeña un papel crucial en los estudios de adsorción al influir significativamente en la carga superficial de los adsorbentes y en la especiación química de los contaminantes y adsorbentes en solución. Esta influencia es especialmente evidente en materiales como carbones activados o nanopartículas, donde la carga superficial puede variar según el pH debido a la ionización de grupos funcionales en la superficie del adsorbente, dependiendo de la acidez o alcalinidad del entorno. Asimismo, la estabilidad de los adsorbentes se ve afectada por el pH, especialmente en el caso de materiales biológicos o derivados de fuentes naturales. Los cambios extremos en el pH pueden tener consecuencias significativas en la estructura y funcionalidad de estos adsorbentes, consideraciones cruciales en los estudios de adsorción que requieren una atención detallada.<sup>42</sup>

Un parámetro crítico en el proceso de adsorción es el estudio del pH, ya que la ionización de los grupos funcionales en las paredes superficiales del adsorbente genera cambios según el pH, afectando tanto al grado de ionización del adsorbato como al desarrollo del proceso de adsorción. La evaluación de la influencia del pH en el material adsorbente derivado del raquis de banano es esencial, ya que de este análisis dependerá la idoneidad del material para extraer el analito de la solución acuosa. Es necesario llevar a cabo experimentos con diferentes soluciones que abarquen distintos rangos de pH para determinar cuál proporciona la condición óptima, permitiendo que los materiales logren altos porcentajes de remoción.<sup>42</sup>

1.8.2 *Fuerza iónica.* En el contexto de la adsorción, el término "fuerza iónica" se refiere a la cantidad de iones presentes en la solución donde se lleva a cabo el proceso de adsorción.<sup>43</sup> La fuerza iónica permite cuantificar la presencia de electrolitos en dicha solución. Este factor influye en el potencial de interfaz y en el grosor de la doble capa que se forma alrededor de las partículas durante el proceso de adsorción. La doble capa eléctrica es una región en la interfaz entre las partículas del adsorbente y la solución que contiene los iones que serán adsorbidos. La fuerza iónica, relacionada con la concentración de iones en la solución, afecta la formación y estabilidad de esta doble capa.<sup>43</sup>

La forma en que los iones o moléculas se adhieren y se distribuyen en la superficie de los diferentes nanomateriales está influenciada por las concentraciones de electrolitos presentes en la solución.<sup>43</sup> Las especies iónicas compiten con los iones metálicos por los limitados sitios activos en la superficie del adsorbente, reduciendo la sorción de los adsorbatos en función de las afinidades entre las especies iónicas y los adsorbentes.<sup>44</sup>

La fuerza iónica puede influir en la agregación de partículas al afectar las interacciones electrostáticas. Además, puede modificar el coeficiente de actividad de los iones metálicos, lo que a su vez limita la transferencia de estos iones desde la solución hacia las superficies sólidas.<sup>44</sup>

1.8.3 *Adsorción en columna.* Existen diversos procesos aplicados al tratamiento del agua, siendo la adsorción uno de los más recomendados por su versatilidad y bajo costo. Los estudios de adsorción pueden realizarse tanto por lotes como de forma continua. A diferencia de los sistemas por lotes, la columna de adsorción de lecho fijo no opera en condiciones de equilibrio, ya que la solución de alimentación se introduce continuamente en la columna, llevando a cabo un proceso de transferencia de masa entre una fase móvil (el contaminante) y una fase fija (el adsorbente). El sistema continuo de columnas de adsorción es el más utilizado a nivel industrial. En este proceso, la zona de adsorción se desplaza progresivamente desde el inicio de la columna cuando comienza a funcionar, hasta su extremo final cuando el adsorbente se encuentra saturado.<sup>45</sup>

La adsorción es una de las técnicas más empleadas para la remoción de colorantes, gracias a la simplicidad de su diseño, facilidad de operación y resistencia a las sustancias tóxicas. La adsorción en columnas es un método ampliamente utilizado en la separación y purificación de componentes. Este proceso se basa en la transferencia de un soluto desde una fase móvil (generalmente líquida) a una fase estacionaria (sólida) dentro de una columna. La eficiencia del proceso de adsorción en columnas depende de varios factores, como las propiedades del adsorbente, la naturaleza del soluto, la velocidad de flujo de la fase móvil y la temperatura.<sup>46</sup>

1.8.4 *Desorción en columna.* La desorción es un proceso unitario que involucra el contacto de una corriente líquida con una corriente gaseosa con el propósito de transferir un componente de la fase líquida a la fase gaseosa. Este proceso es el inverso de la adsorción, ya que implica la eliminación de una sustancia desde un medio adsorbente, generalmente con el objetivo de recuperar el material.<sup>47</sup>

Durante la desorción, se establece un equilibrio entre la fase líquida (donde el componente está disuelto o absorbido) y la superficie adsorbente (ya sea sólida o una interfaz entre dos líquidos). Cuando se reduce la concentración (o la presión) de la sustancia en la fase líquida, una parte de la sustancia adsorbida se transfiere nuevamente a la fase líquida.<sup>47</sup>

En la práctica, las operaciones de absorción, desorción y rectificación se llevan a cabo en torres o columnas, que son recipientes cilíndricos verticales equipados con

dispositivos internos como bandejas o lechos de relleno. En estos sistemas, el gas y el líquido suelen fluir en direcciones opuestas a través de la columna. Los dispositivos dentro de la columna facilitan el contacto entre las dos fases y la formación de una superficie interfacial, donde ocurre la transferencia de materia. La absorción se utiliza para eliminar impurezas de un gas, mientras que la desorción se emplea para remover impurezas de un líquido.<sup>47</sup>

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Sujeto/s o unidad/es de análisis

2.1.1 *Tipo de investigación.* Esta investigación se desarrolló a través de estudios experimentales, analíticos y comparativos con el fin de obtener conclusiones pertinentes para la modificación de nanofibras de celulosa.

2.1.2 *Ubicación geográfica.* Las pruebas de ensayo experimentales fueron desarrolladas en el laboratorio de materiales de investigación ubicado en la Facultad de Ciencias Químicas y de la Salud de la Universidad Técnica de Machala.

2.1.3 *Toma de muestras.* La materia prima era el raquis de banano, que fue recolectado en la Facultad de Ciencias Agropecuarias de la UTMACH.

### 2.2 Materiales y métodos

2.2.1 *Materiales, reactivos y equipos.* Los materiales, reactivos y equipos utilizados en el presente trabajo de investigación, se describen en la tabla 1:

**Tabla 1.** Materiales, reactivos y equipos

<b>Materiales</b>	<b>Reactivos</b>	<b>Equipos</b>
Batas de laboratorio	Agua destilada	Balanza analítica
Mascarillas	Peróxido H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> pureza 50%	Estufa
Vasos de precipitación (25 ml; 50 ml; 250 ml; 600 ml; 1000 ml)	Ácido clorhídrico HCl pureza 37.4% (Fisher chemical)	Plancha de agitación
Balones Volumétricos (100 ml; 250 ml; 500 ml; 1000 ml)	Hidróxido de sodio NaOH pureza 98.8% (Fisher scientific)	Campana de extracción
Erlenmeyer 250 ml	Azul de metileno C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> ClN <sub>3</sub> S	pH-metro
Pipetas graduadas	Anhídrido acético	Plancha de calentamiento
Pipetas Volumétricas	Alcohol etílico al 96%	Molino de cuchillas
Micropipetas		Tamiz vibratorio
Termómetro		
Probeta de 10ml, 25ml, 100ml		
Barras de agitación magnética		
Recipiente de 30 ml		
Espátulas		

---

Embudos

Varillas de agitación

Frascos Ámbar

Vidrio de reloj

Gradillas

Pera volumétrica

Piseta

Pinzas

Fundas ziploc

Crisoles

Malla 60 y 120

---

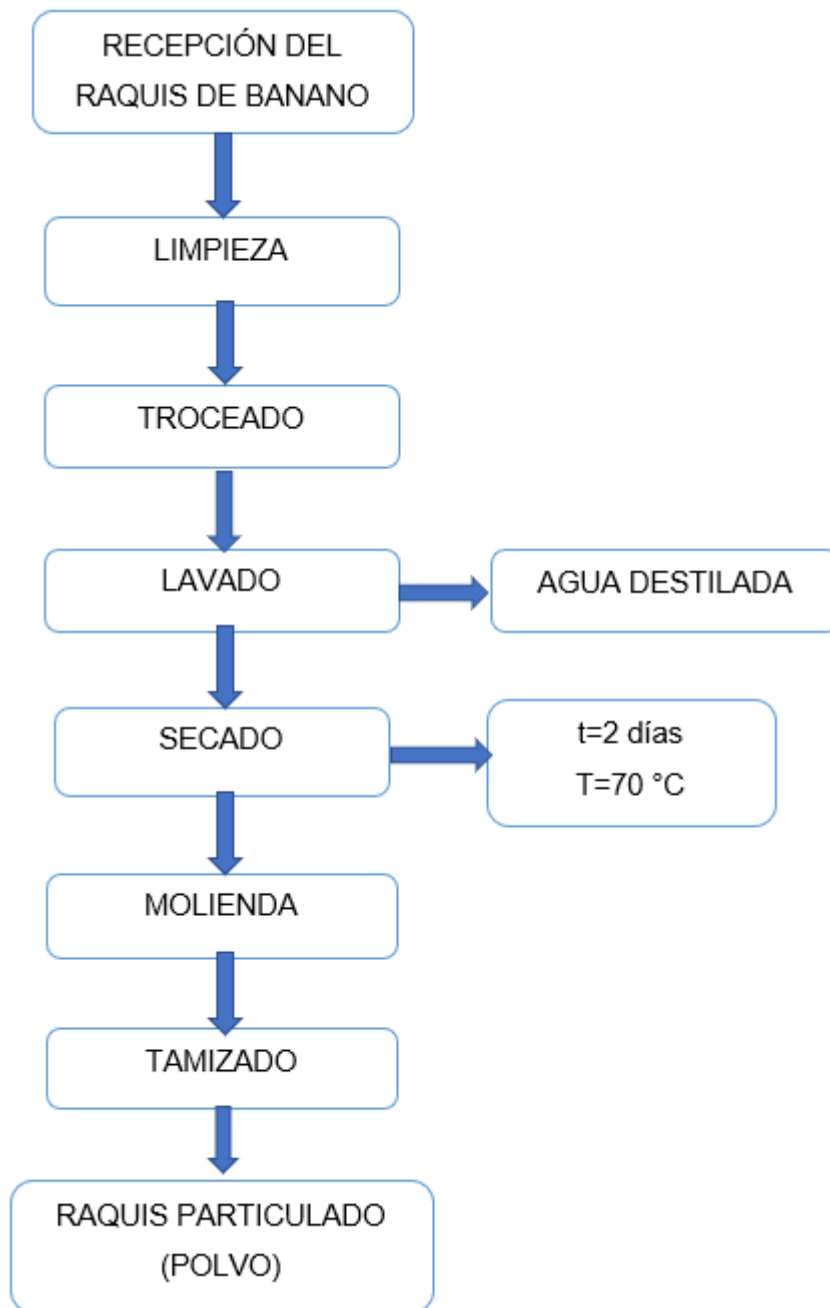
Fuente: Elaboración propia

---

## 2.2.2 Métodos

2.2.2.1 *Preparación de la muestra.* La materia prima recolectada (raquis de banano) fue sometida de inmediato a una limpieza, luego se dividió en trozos pequeños. Posteriormente, se lavó con agua destilada y se secó en la estufa a 70 °C hasta que estuvo completamente libre de humedad. Finalmente, se realizó un proceso de molienda, reduciendo su granulometría a 250  $\mu\text{m}$  con la ayuda de un tamiz N°60. La muestra se almacenó en bolsas herméticas y se conservó en un desecador para su uso posterior.

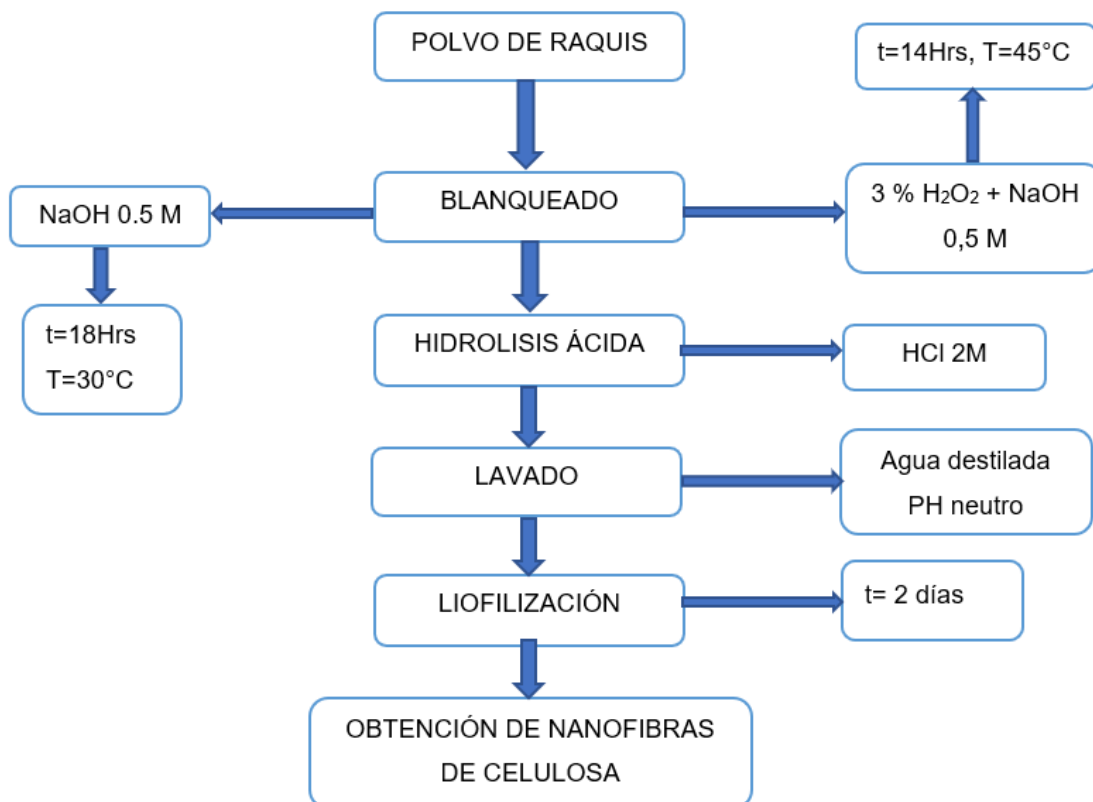
**Figura 6.** Flujo de proceso de obtención de raquis puro (polvo)



**Fuente:** Autoría propia

2.2.2.2 *Tratamiento químico – Blanqueo e Hidrolisis acida.* Empleamos el método de tratamiento químico siguiendo la siguiente metodología.<sup>48</sup> Se toman 15 gramos de polvo de raquis y se introducen en una solución de NaOH con una concentración de 0.5M agitando durante 18 horas a una temperatura de 30°C. Luego, el residuo insoluble resultante se filtra y se lava con agua destilada. Posteriormente, este residuo insoluble se coloca en una solución de NaOH con una concentración de 0.5M y un 3% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, a una temperatura de 45°C durante 14 horas. Posteriormente para llevar a cabo la hidrólisis ácida el residuo se sumerge en una solución de HCl con una concentración de 2M, a una temperatura de 80°C durante 2 horas. Para finalizar se realizan los procesos de filtración y lavado para llevar la muestra a un pH neutro, a las partículas insolubles se las ultracongelaron para posteriormente liofilizarlas durante un tiempo de 2 días aproximadamente. En el diagrama 2 se observa el proceso de tratamiento químico.

**Figura 7.** Diagrama de flujo de obtención de NFC.



**Fuente:** Autoría propia

Se ejecutan los respectivos cálculos de NaOH a 0.5 M en 1000 ml para el proceso de blanqueado.

$$1 \text{ mol NaOH} \rightarrow 40 \text{ g/mol NaOH}$$

$$0.5 \text{ mol} \rightarrow x$$

$$x = 20 \text{ g/mol NaOH}$$

$$20 \text{ g/mol NaOH} \rightarrow 1L$$

$$x \rightarrow 1L$$

$$x = 20 \text{ g/mol NaOH}$$

Se llevó a cabo la preparación de la solución de NaOH 0.5 M. En primer lugar, se pesaron 20 gramos de hidróxido de sodio y se disolvieron en un litro de agua destilada. Luego, se tomaron 300 ml de esta solución y se mezclaron con 15 gramos de polvo de raquis en un matraz Erlenmeyer. La temperatura se mantuvo a 30 °C durante 18 horas.

Sincrónicamente se prepara una mezcla de hidróxido de sodio 0.5 M y 3% peróxido de hidrógeno para conseguir un volumen total de 200 ml. Esta mezcla se agrega a la muestra insoluble previamente lavada y filtrada a 45 °C durante 14 horas. Empezaremos con el cálculo del 3% de peróxido de hidrogeno en un volumen de 200 ml se realiza mediante la ecuación (1).

**ec. (1)**

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Donde:

$C_1 = \text{solución concentrada (mol/L)}$

$V_1 = \text{solución concentrada a diluir (L)}$

$C_2 = \text{concentración deseada (mol/L)}$

$V_2 = \text{solución deseada (L)}$

Entonces:

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(35\%)(x) = (3\%)(200 \text{ ml})$$

$$V_1 = 3 \left( \frac{200}{35} \right) = 17.14 \text{ ml } H_2O_2$$

Como consecuencia, se requerirán 17,14 ml de una solución concentrada de peróxido de hidrógeno al 35%, los cuales se diluirán en un matraz aforado de 200 ml con agua destilada, dando como resultado una solución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 3%. Esta solución se utilizará



como base para la adición del hidróxido de sodio, cuyo cálculo se detalla a continuación, para obtener una solución de hidróxido de sodio 0.5 M en 200 ml.

$$1 \text{ mol NaOH} \rightarrow 40 \text{ g/mol NaOH}$$

$$0.5 \text{ mol} \rightarrow x$$

$$x = 20 \text{ g/mol NaOH}$$

$$20 \text{ g/mol NaOH} \rightarrow 1L$$

$$x \rightarrow 0,2L$$

$$x = 4 \text{ g/mol NaOH}$$

Se toman 4 gramos de NaOH y se mezclan con la solución de peróxido de hidrógeno, logrando una mezcla homogénea. Esta mezcla se combina con la muestra previamente lavada con abundante agua destilada y filtrada. Luego, se agita la muestra durante 14 horas a una temperatura de 45°C, completando así el proceso de blanqueo.

Finalmente, se lleva a cabo la hidrólisis ácida, para lo cual se calculan 200 ml de ácido clorhídrico 2M a partir de una solución de HCl 12.1 N.

*ec. (1)*

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(12.1N) * (x) = (2N)(0.2L)$$

$$x = (2) * (0.2)/12.1 = 0.033L \approx 33mL HCL$$

El resultado indica que se deben tomar 33 ml de la solución de HCl N 12.1 y aforarla con agua destilada hasta alcanzar un volumen total de 200 ml. Luego, esta solución se transfiere a un matraz Erlenmeyer, junto con la muestra de raquis de banano que ha sido sometida previamente a blanqueamiento, así como a lavado y filtrado hasta alcanzar un pH neutro.

**2.3.1 Caracterización del material.** Para caracterizar el material obtenido en el presente trabajo (NFC) se usó FTIR, potencial de carga cero (pH<sub>Pzc</sub>), SEM y microscopía óptica.

**2.3.1.1 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).** Para identificar las características de las bandas de los grupos funcionales presentes en las nanofibras, se llevaron a cabo mediciones de espectros infrarrojos por transformada de Fourier mediante un espectrofotómetro modelo FTIR-4700 type A, con número de serie F058361788 y una resolución de 4 cm<sup>-1</sup>. Estas mediciones se realizaron en un rango de frecuencias que abarca desde 0 hasta 4000 cm<sup>-1</sup>.

2.3.1.2 *Potencial de carga cero (pHPzc)*. Se realizará una replicación del proceso por duplicado, en el cual se emplearon 0.1 g de cada tipo de material (nanofibras de celulosa), los cuales se introdujeron en un tubo Falcon de 50 ml. Además, se agregaron 25 ml de una solución de cloruro de sodio (NaCl) 0.01M con pH ajustado a 2, 4, 6, 8 y 10. Se mantuvo en agitación a 120 rpm durante 24 horas, tras lo cual se registró el pH final y se procedió a tabular los datos en una hoja de cálculo en OriginPro.

2.3.1.3 *Microscopia electrónica de barrido*. Para llevar a cabo las micrografías de las nanofibras de celulosa, se utilizó un microscopio electrónico de barrido TESCAN MIRA3 para observar el tipo de muestra de nanofibras de celulosa, que fue obtenida mediante tratamiento químico del raquis de banano.

2.3.2 *Estudio de Adsorción*. Para analizar el comportamiento de las nanofibras de celulosa aplicadas en la remoción de azul de metileno se realizaron varios estudios como: estudio de pH, fuerza iónica, adsorción y desorción en columna.

2.3.2.1 *Estudio de pH*. Para iniciar el análisis del pH, se preparó una solución inicial de 1000 ppm mediante la adición de 1 gramo de azul de metileno siendo esta nuestra solución madre. Se extrajo una muestra de esta solución para obtener una concentración de 25 ppm, la cual se ajustó a diferentes valores de pH (4, 6, 8 y 10). La dosis utilizada en este estudio fue de 1 g/L, y se llevó a cabo en duplicado. Para ello, se pesaron 0.025 gramos de nanofibras de celulosa, tanto modificada como no modificada, y se añadieron a un tubo Falcon conteniendo 25 ml de la solución de azul de metileno a una concentración de 25 ppm. El proceso se llevó a cabo bajo agitación constante a 120 rpm durante 3 horas, seguido de una centrifugación para separar el líquido del sólido. Posteriormente, se procedió a realizar la lectura en un espectrofotómetro ultravioleta-visible.

2.3.2.2 *Estudio de fuerza iónica*. Se detallan las preparaciones de soluciones de AM y cloruro de sodio por separado para posterior a ello efectuar el estudio de fuerza iónica que consiste en someter las nanofibras de celulosa a una mezcla binaria AM - NaCl, usando alícuotas de las diferentes soluciones para definir su capacidad máxima de adsorción.

- Preparación de una solución madre de cloruro de sodio 2 M.

Para preparar 250 ml de una solución madre de cloruro de sodio a 2 M se pesaron 29.22 g de cloruro de sodio NaCl, los cuales fueron depositados en un balón volumétrico y se aforo con agua destilada previamente acondicionada de pH 6. De esta solución madre

se tomarán alícuotas para que, en conjunto con alícuotas de una solución de azul de metileno a 100 ppm, completen 25 ml totales.

Para determinar la cantidad de NaCl utilizada, se llevaron a cabo los siguientes cálculos:

$$1 \text{ mol NaCl} \rightarrow 58.44 \text{ g/mol NaCl}$$

$$2 \text{ mol} \rightarrow x$$

$$x = 116.88 \text{ g/mol NaCl}$$

$$116.88 \text{ g/mol NaCl} \rightarrow 1L$$

$$x \rightarrow 0.25L$$

$$x = 29.22 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{NaCl} \rightarrow 250 \text{ ml a } 2M$$

- Solución de azul de metileno a 100 ppm.

Se tomaron directamente alícuotas de 2.5 ml de una solución de AM concentrada a 1000 ppm, siendo 2.5 ml la cantidad equivalente para obtener 100 ppm de AM, se lleva a un volumen total de 25 ml en conjunto con la solución madre de cloruro de sodio 2 M.

Para conocer el volumen necesario a tomar de la solución de 1000 ppm de AM se utilizó la siguiente ecuación (ecuación 1):

**ec. (1)**

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(1000 \text{ ppm}) * (x) = (100 \text{ ppm})(0.025L)$$

$$x = (100) * \frac{0.025}{1000} = 0.0025L \approx 2.5 \text{ ml de AM} \rightarrow 25 \text{ ml a } 100 \text{ ppm}$$

Donde:

C<sub>1</sub>: Concentración inicial (**ppm**)

V<sub>1</sub>: Volumen inicial (**L**)

C<sub>2</sub>: Concentración deseada (**ppm**)

V<sub>2</sub>: Volumen a preparar (**L**)

Posterior a estos cálculos realizados, se trabajó por duplicado, se pesaron 0.025 g de nanofibras de celulosa y se trabajó en diferentes concentraciones de NaCl bajo la misma concentración de AM (100 ppm).

En la tabla se muestran los volúmenes de solución binaria, junto con las concentraciones, además el agua destilada condicionada a pH 6 para la preparación de los 25 ml que serán sometidos a respectivos estudios.

**Tabla 2.** Soluciones empleadas para estudio de fuerza iónica

NaCl (M)	AM (ppm)	Alícuotas			Solución total (ml)
		NaCl (ml)	AM (ml)	Agua destilada (ml)	
0	100	0	2.5	22.5	25
0.01	100	0.125	2.5	22.375	25
0.03	100	0.375	2.5	22.125	25
0.05	100	0.625	2.5	21.875	25
0.08	100	1	2.5	21.5	25
0.10	100	1.25	2.5	21.25	25
0.15	100	1.875	2.5	20.625	25

Fuente: Elaboración propia

Los cálculos de las alícuotas se trabajaron bajo la siguiente ecuación (ecuación 1):

- Ejemplo para la obtención de la solución 0.01 M de NaCl con la solución de AM 100 ppm:

*ec. (1)*

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(2M) * (x) = (0.01M)(0.025L)$$

$$x = (0.01) * \frac{0.025}{2} = 0.000125L \approx 0.125ml \text{ de NaCl} \rightarrow 25ml \text{ a } 0.01M$$

Donde:

C<sub>1</sub>: Concentración inicial (**M**)

V<sub>1</sub>: Volumen inicial (**L**)

C<sub>2</sub>: Concentración deseada (**M**)

V<sub>2</sub>: Volumen a preparar (**L**)

Es decir, una vez pesados los 0.025 g de nanofibras de celulosa, se los coloca en un tubo falcón y adicional a esto se agregan los 0.125 ml de la solución madre de cloruro de sodio 2 M, la alícuota de los 2.5 ml de AM (100 ppm) y se completa con agua destilada acondicionada (pH 6) para obtener los 25 ml de estudio de fuerza iónica.

Posterior a lo antes mencionado los tubos falcón preparados para cada concentración de solución binaria AM y NaCl deben someterse a agitación constante de 120 rpm en el agitador electrónico durante 24 horas. Después de ese tiempo, se tomó alícuotas de 3 ml, las cuales serán analizadas en el espectrofotómetro UV-VIS para el respectivo análisis de datos.

2.3.2.3 *Adsorción en columna.* Empaquetar la columna de adsorción con una cantidad exacta de 7.2387 g de nanofibras de celulosa, compactando uniformemente las nanofibras dentro de la columna para evitar la formación de canales preferenciales que puedan afectar la eficiencia de adsorción. Posteriormente se selló adecuadamente la columna y se la conectó a una bomba peristáltica para mantener un flujo constante de 0.005 L/min en la solución de trabajo. Se utilizó una solución madre de azul de metileno con una concentración de 1000 ppm para obtener una concentración de 25 ppm.

- Preparar una solución de azul de metileno de 25 ppm

Para preparar una solución de azul de metileno de 25 ppm, diluir la solución madre con agua destilada utilizando la siguiente fórmula de dilución (ecuación 1):

*ec. (1)*

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$V_1 = \frac{C_2 * V_2}{C_1}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ ppm} * 1000 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 25 \text{ ml}$$

Donde:

C<sub>1</sub>: Concentración inicial (**ppm**)

V<sub>1</sub>: Volumen inicial (**L**)

C<sub>2</sub>: Concentración deseada (**ppm**)

V<sub>2</sub>: Volumen a preparar (**L**)

Se miden 25 ml de la solución madre y diluye hasta 1000 ml con agua destilada para obtener la solución de operación de 25 ppm. Luego la solución de azul de metileno de 25 ppm pasa a través de la columna a una velocidad de flujo constante de 0.005 L/min utilizando la bomba peristáltica, de forma simultánea se recogieron muestras del efluente a intervalos de tiempo regulares (cada 5 minutos los primeros 30 minutos y luego cada 10 minutos) hasta que las nanofibras de celulosa hayan alcanzado su capacidad máxima de adsorción de azul de metileno.

Como penúltima fase en este estudio se midió la concentración de azul de metileno en las muestras recolectadas utilizando espectrofotometría UV-VIS, se utilizó la curva de calibración previamente preparada para determinar la concentración exacta de azul de metileno en las muestras previamente recolectadas. Finalmente se calculó la capacidad de adsorción de las nanofibras de celulosa en función de la concentración de azul de metileno en el efluente y el volumen de solución tratada.

2.3.2.4 *Desorción en columna.* Tras culminar exitosamente el proceso de adsorción en columna, se comenzó de forma inmediata con la desorción en columna, en primer lugar, se prepara la solución disolvente.

- Preparación de la solución disolvente de HCl al 0.1 M:

Para preparar 1 litro de una solución de HCl a 0.1 M se tomaron 8.3 ml de HCl concentrado al 37%; es decir con una molaridad de 12.07 M, los cuales fueron depositados en un balón volumétrico de 1L y se aforo con agua destilada.

Para conocer el volumen necesario a tomar de HCl, se utilizó la siguiente (ecuación 1):

*ec. (1)*

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

$$(12.07M) * (x) = (0.1M)(1L)$$

$$x = \frac{(0.1M) * (1L)}{12.07M} = 0.0083L \approx 8.30 \text{ ml de HCl} \rightarrow 1000\text{ml a } 0.1M$$

Donde:

C<sub>1</sub>: Concentración inicial (M)

V<sub>1</sub>: Volumen inicial (L)

C<sub>2</sub>: Concentración deseada (M)

V<sub>2</sub>: Volumen a preparar (L)

Posteriormente se ajustó el pH de la solución desorbente (HCl a 0.1M) a 6, ya teniendo todo listo, se conectó la columna a una bomba peristáltica mediante mangueras para controlar el caudal de la solución, el cual fue de 0.05 L/min de forma constante, el mismo que pasó a través de la columna durante 540 minutos, siendo este el tiempo que tomó el proceso de desorción.

Se recogieron muestras del efluente en tubos falcón previamente lavados y rotulados a intervalos de 30 minutos para analizar la cantidad de azul de metileno, lo cual se analizó en un espectrofotómetro UV-VIS con la ayuda de una celda de cuarzo.

El proceso de desorción en columna con nanofibras de celulosa obtenidas del raquis de banano usando HCl a 0.1 M como disolvente bajo las condiciones experimentales previamente establecidas fue evaluado en términos de la eficiencia de desorción y la recuperación del azul de metileno.

### **2.3 Proceso de recolección y análisis de los datos**

Todos los experimentos realizados en los estudios de adsorción como: estudio de pH, fuerza iónica, adsorción y desorción en columna, fueron analizados usando un espectrómetro UV-VIS y una celda de cuarzo.

Los datos obtenidos con el espectrofotómetro se procesaron utilizando el software de análisis de datos y generación de gráficos ingenieriles Origin Pro 2024.

Las gráficas generadas por el software serán sometidas a discusiones para evaluar la eficiencia de las nanofibras de celulosa en la eliminación de AM.

*2.3.1 Diseño experimental.* En el presente trabajo se utilizó un diseño monofactorial para los diversos estudios de adsorción que se emplearon.

*2.3.1.1 Estudio de pH.* En el estudio de pH la variable independiente es el pH, en el cual usamos el 2, 4, 6, 8 y 10, en este caso la variable dependiente fue la capacidad o porcentaje de adsorción, este estudio se realizó por duplicado.

*2.3.1.2 Fuerza iónica.* En el experimento de fuerza iónica se determinó como variable independiente la concentración de NaCl y como variable dependiente la capacidad o porcentaje de adsorción, se realizó por duplicado.

*2.3.1.3 Adsorción en columna.* En el caso de adsorción en columna la variable independiente fue el tiempo y la variable dependiente la capacidad o porcentaje de adsorción, se obtuvo una gráfica cinética.

2.3.1.4 *Desorción en columna.* En el estudio de desorción en columna la variable independiente fue el tiempo y la variable dependiente el porcentaje de desorción, se obtuvo una gráfica cinética.



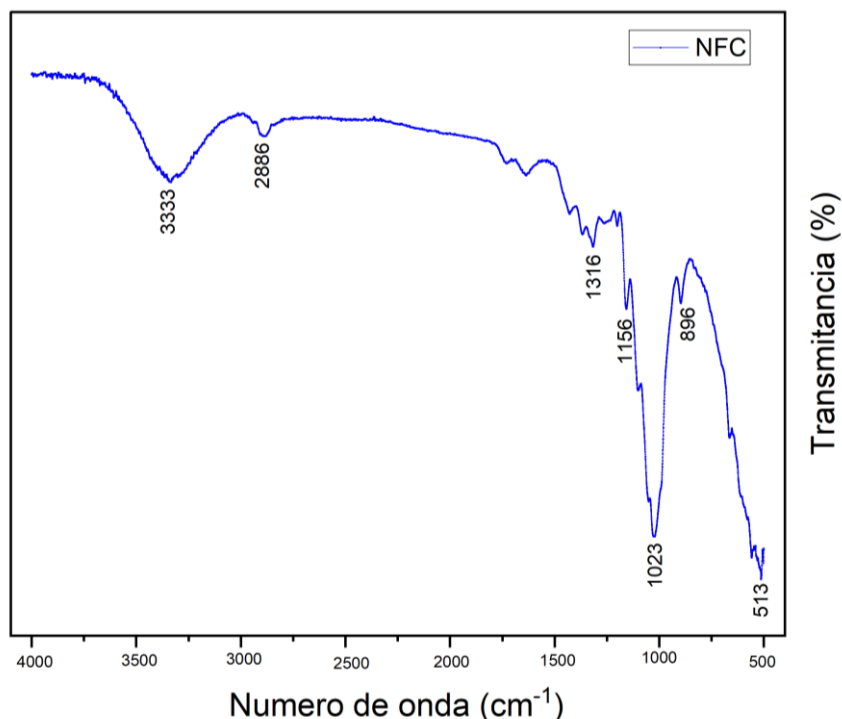
### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Caracterización de nanofibras de celulosa.

3.1.1 *Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)*. Esta metodología se basa en las vibraciones de las moléculas, lo que permite identificar los grupos funcionales vinculados con las características o propiedades macroscópicas de los materiales. La técnica FTIR se puede emplear como un método simple para evaluar los cambios estructurales ocurridos en las nanofibras de celulosa.<sup>49</sup>

La espectroscopía FTIR es una técnica analítica poderosa que proporciona una "huella digital" molecular de una sustancia. Al analizar las vibraciones moleculares en diferentes regiones del espectro, podemos identificar los grupos funcionales presentes en una muestra y, por lo tanto, obtener información valiosa sobre su composición química. En el caso de las nanofibras de celulosa obtenidas del raquis de banano extraídas mediante el método químico, el espectro FTIR nos permite confirmar la presencia de celulosa y otros componentes, así como evaluar la pureza y calidad del material obtenido.

**Figura 8.** Espectro FT-IR del material adsorbente NFC



**Fuente:** Autoría propia

En la figura 6 se observa la caracterización del material adsorbente empleado en este trabajo de titulación: nanofibras de celulosa NFC, las cuales fueron analizadas por

espectroscopía infrarroja en un espectrofotómetro FTIR, con resolución de  $4\text{ cm}^{-1}$ , empleado en un rango de frecuencia entre 0 y  $4000\text{ cm}^{-1}$ .

El espectro FTIR en el pico  $3333.32\text{ cm}^{-1}$  que es ancho y fuerte corresponde a la vibración de estiramiento del enlace O-H de los grupos hidroxilo (-OH) presentes en la celulosa. Esta banda es una de las más características de los compuestos celulósicos. Por otro lado, en el pico  $2885.94\text{ cm}^{-1}$  se asigna a la vibración de estiramiento del enlace C-H de los grupos metileno presentes en la cadena de celulosa.<sup>50</sup> En la banda  $1730\text{ cm}^{-1}$  se encuentra en relación con la deformación angular del enlace C=O. El pico  $1428\text{ cm}^{-1}$  corresponde a las vibraciones de deformación de los enlaces C-H y a las vibraciones de estiramiento del enlace C-O en los grupos carboxilo.<sup>51</sup>

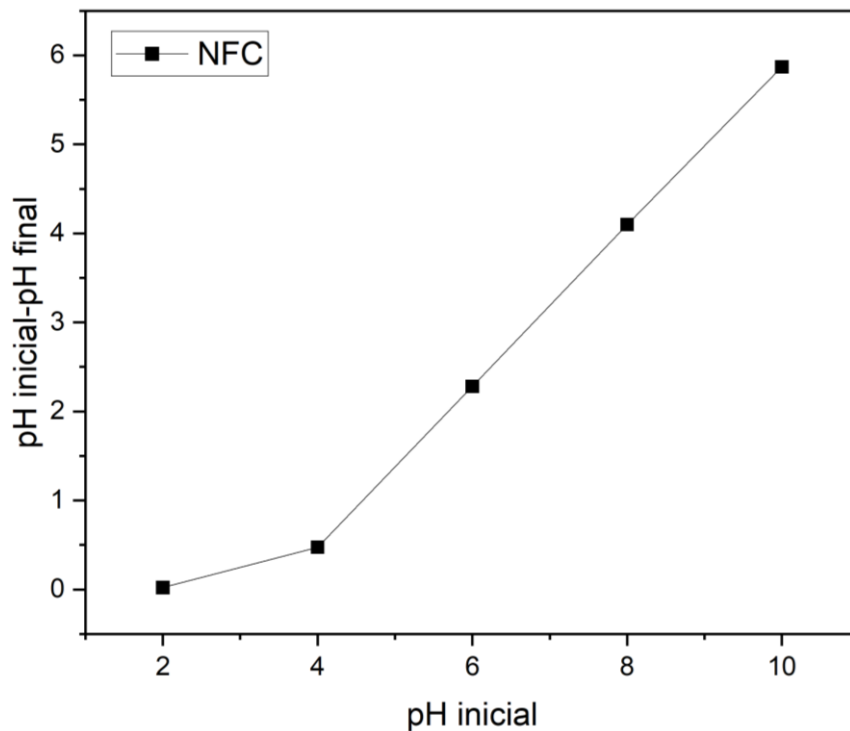
El pico  $1367\text{ cm}^{-1}$  se relaciona con la vibración de estiramiento de C-H en el anillo de glucosa. La banda  $1316.57\text{ cm}^{-1}$  se relaciona con la vibración de deformación angular del enlace C-H (C-O), La banda  $1252\text{ cm}^{-1}$  se relaciona con la vibración de estiramiento de C=O en el anillo de glucosa.<sup>51</sup>

En el pico  $1156.75\text{ cm}^{-1}$  se asigna a la vibración de estiramiento del enlace C-O-C en el anillo de glucosa, una característica estructural de la celulosa. El pico  $1100\text{ cm}^{-1}$  se asigna a la vibración de estiramiento de C-O-C en el anillo de glucosa. El espectro FTIR  $1023.00\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la vibración de estiramiento del enlace C-O en el anillo de glucosa.<sup>51</sup>

El espectro FTIR de las nanofibras de celulosa obtenidas del raquis de banano muestra todas las bandas características de la celulosa. Las bandas observadas corroboran la presencia de grupos funcionales típicos de la celulosa, incluyendo los grupos hidroxilo, metileno y metilo, así como los enlaces C-O-C en el anillo de glucosa. La intensidad y forma de estos picos proporcionan información adicional sobre la cristalinidad, orientación y pureza de la celulosa. Una alta cristalinidad se refleja en picos más definidos y estrechos en la región de los  $1156$  y  $1023\text{ cm}^{-1}$ .

**3.1.2 Potencial de carga cero (pHPZC).** En la Figura 7 se presentan los resultados del punto de carga cero (pHPZC) y su influencia en el comportamiento del pH del material lignocelulósico derivado del raquis de banano.

**Figura 9.** Potencial de carga cero de NFC



**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis: 1 g/L, agitación:120 rpm, tiempo de contacto: 24 horas, temperatura: ambiente (25°C).

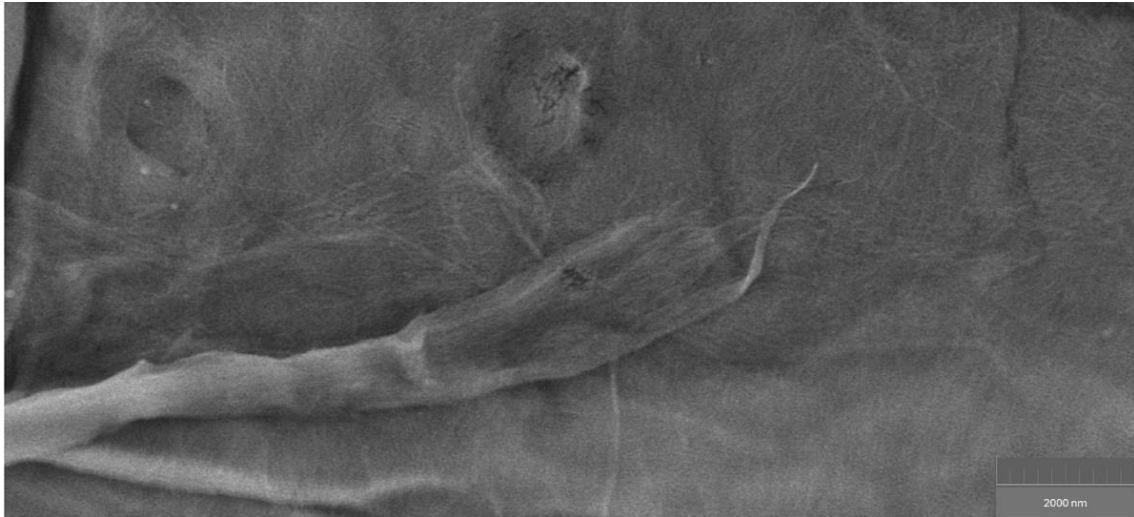
En referencia a la figura 9, se puede observar el comportamiento del material adsorbente (NFC) en relación con el pH. El potencial de carga cero para este material fue de 3.45, lo que sugiere que, a pH superiores a este valor, las superficies del bioadsorbente son más propensas a adsorber iones catiónicos debido a la presencia de iones con carga negativa.

Por el contrario, a pH inferiores a 3.45, las superficies adquieren una carga positiva por el aumento de  $H^+$ , lo que favorece la atracción de aniones. En diversas investigaciones previas sobre materiales adsorbentes derivados de residuos lignocelulósicos, como la cáscara de cacao y la celulosa de tallo de banano, se ha encontrado que el potencial de carga cero varía entre pH 2 y 10.<sup>52</sup>

**3.1.3 Microscopía electrónica de barrido.** Para observar las nanofibras, se obtuvieron imágenes a varias escalas, siendo la de 10  $\mu m$  la más adecuada. En estas micrografías, se pueden visualizar fibras con una gran variabilidad en morfología y tamaño. Se determinó un promedio de tamaño de nanofibras de celulosa de 0.069  $\mu m$  o 69 nm, lo cual indica que el método de extracción fue óptimo para obtener nanofibras de diámetros más delgados y con menor variabilidad.<sup>53</sup>

El tratamiento químico provoca la ruptura de los enlaces en las fibras debido a la hidrólisis. La homogenización incrementa las áreas superficiales de las fibras al exponer más grupos funcionales en la superficie, lo que facilita la creación de interacciones en las regiones interfaciales y permite una transferencia eficiente de las fuerzas aplicadas a las nanopartículas de las NFC, por lo cual se muestra un número considerable de nanofibras obtenidas.<sup>54</sup>

**Figura 10.** Micrografía SEM de nanofibras de celulosa CNF3 de raquis de banano

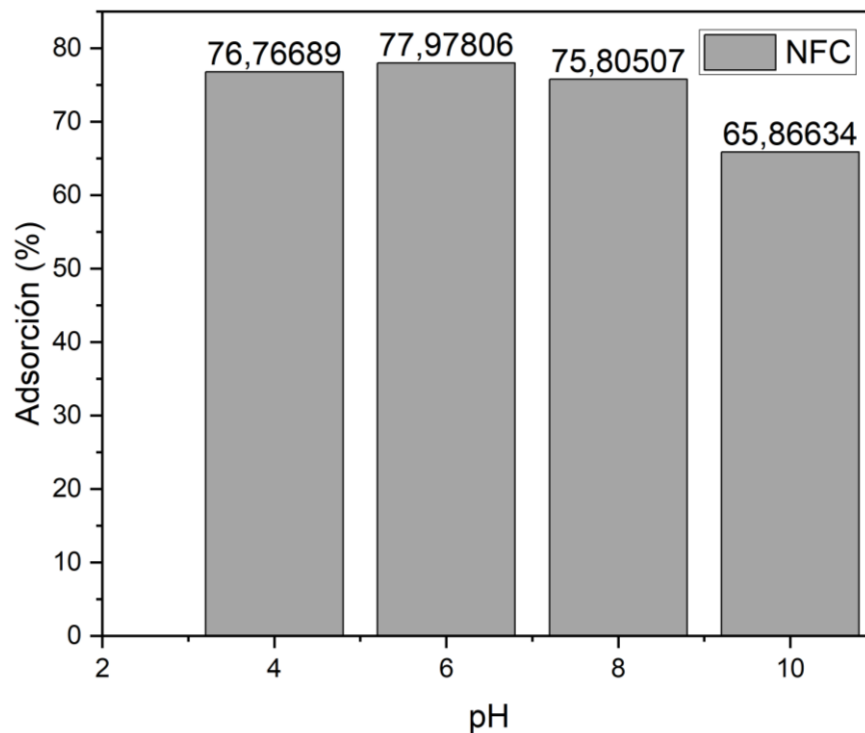


**Fuente:** Elaboración propia

### **3.2 Estudio de adsorción**

3.2.1 *Estudio de pH.* Se llevó a cabo el presente estudio con el colorante azul de metileno ( $C_{16}H_{18}N_3S$ ) a diferentes valores de pH 4, 6, 8 y 10 para el material lignocelulósico de nanofibras de celulosa (CNF), como se observa en la figura 8.

**Figura 11.** Efecto del pH en el porcentaje de adsorción de NFC.



**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis: 0.025g, agitación:120 rpm, tiempo de contacto: tres horas, temperatura: ambiente (25°C), concentración inicial AM: 25 ppm.

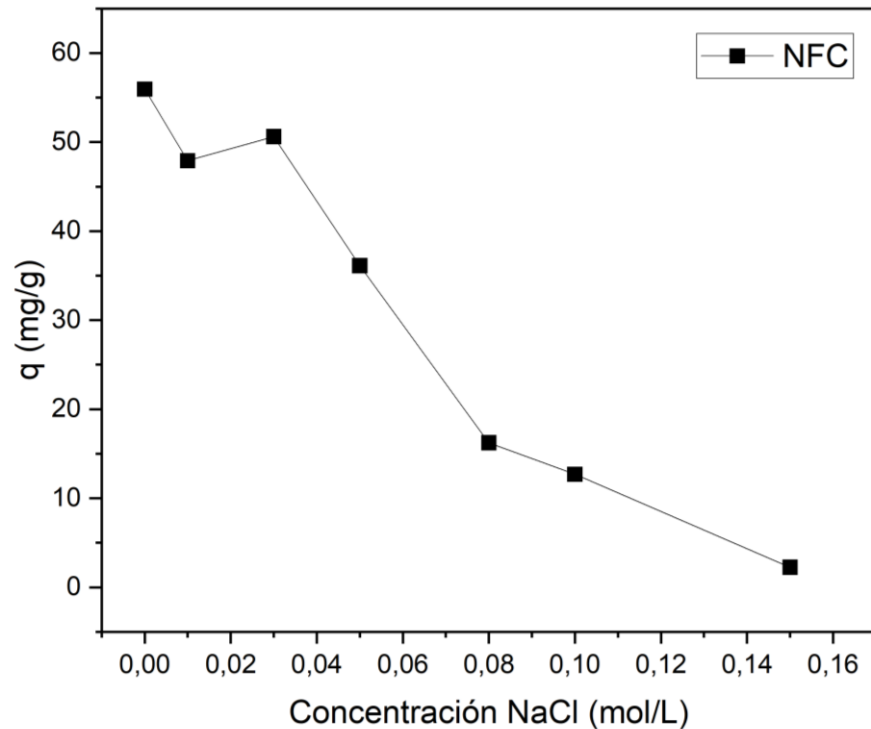
El material adsorbente CNF demostró un notable desempeño con un porcentaje de adsorción del 77.98% a un pH de 6, cabe recalcar que se acercaron mucho los valores de los pH 4 y 8, con un 76.77% y 75.8% de adsorción respectivamente.

La eficiencia de la bioadsorción del azul de metileno está influenciada por el pH, ya que cambios en el pH de la solución afectan el grado de ionización de las moléculas adsorbidas y las propiedades superficiales del adsorbente; es decir, cuando un pH es más alto, la superficie del adsorbente se carga negativamente favoreciendo la adsorción del colorante catiónico.<sup>55</sup> En el material lignocelulósico CNF el aumento de iones OH<sup>-</sup> provoca cambios en su capacidad de adsorción, incrementando la atracción de las moléculas del azul de metileno.

**3.2.2 Fuerza iónica.** El análisis de la fuerza iónica en un adsorbente es crucial para hacer comparaciones con condiciones acuosas reales. Este estudio se centró en evaluar cómo la fuerza iónica afecta la capacidad de adsorción de nanofibras de celulosa (NFC) en azul de metileno. En la figura 18 se ilustra el comportamiento de la capacidad de adsorción a diversas concentraciones de NaCl, las cuales representan diferentes

fuerzas iónicas en soluciones acuosas, específicamente en el presente estudio se usó una solución binaria AM-NaCl.

**Figura 12.** Capacidad de adsorción del material NFC

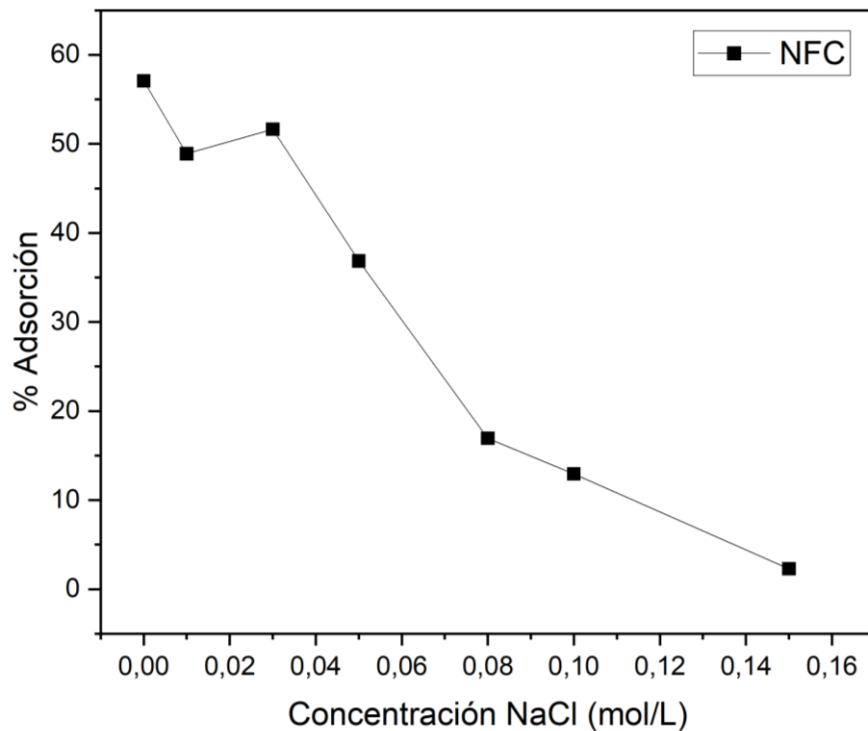


**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis 0.025 g/L, Volumen 25ml, Temperatura 25°C, Tiempo de contacto 24 h, Agitación 120 rpm, pH 6, Concentración NaCl (0-0.15 M)

En la Figura 12 se observa que, en ausencia de NaCl, la NFC tuvo una capacidad de adsorción de itrio de 55.94 mg/g. En cuanto el material adsorbente tuvo contacto con la solución electrolítica (NaCl) a una concentración 0.01 M, hubo un descenso en la capacidad de adsorción obteniendo un 47.91 mg/g. Uno de los puntos más críticos para las nanofibras de celulosa fue cuando su capacidad de adsorción disminuyó a 2.24 mg/g al incrementar la concentración del NaNO<sub>3</sub> a 0.15 M. al culminar de analizar el gráfico se determina que, a mayor concentración de NaCl, la capacidad de adsorción será menor.

**Figura 13.** Porcentaje de adsorción del material NFC



**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis 0.025 g/L, Volumen 25ml, Temperatura 25°C, Tiempo de contacto 24 h, Agitación 120 rpm, pH 5, Concentración NaCl (0-0.15 M).

En la figura 13 se observa el estudio de la fuerza iónica en relación al porcentaje de adsorción, en donde se puede mencionar que la NFC obtuvo un porcentaje de adsorción de 57.08% antes de someterse a concentraciones de NaCl de hasta 0.15M, obteniendo un descenso en la adsorción hasta llegar a 2.29%, el cuál fue el valor de adsorción más bajo.

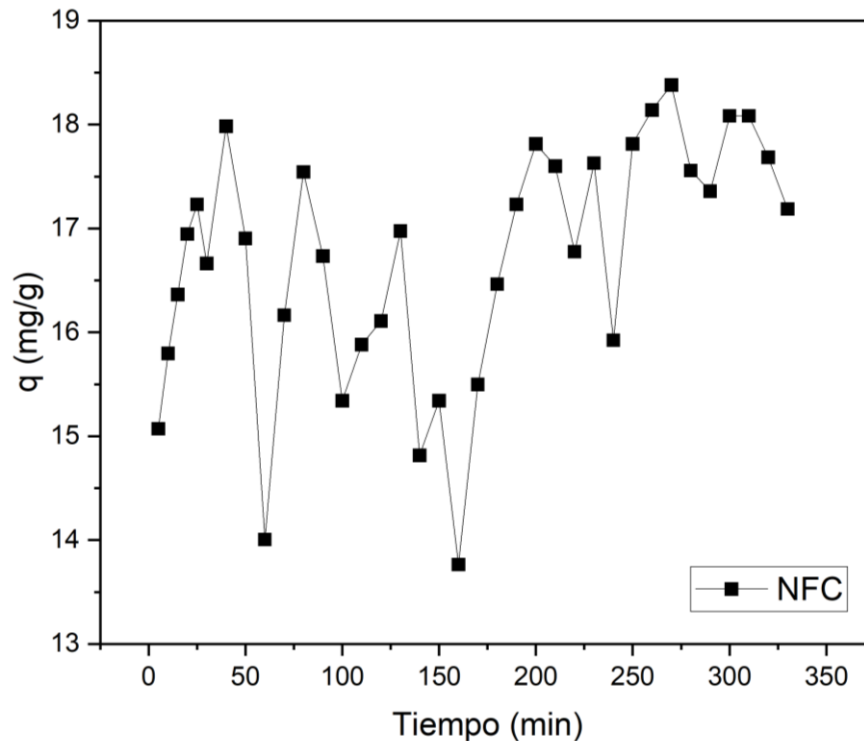
Por ende, en base a los resultados obtenidos se puede mencionar que, a medida que la concentración de NaCl aumenta de 0 a 0.15 M, hubo menor adsorción de AM, es decir, el material adsorbente se mostró afectado por las diversas concentraciones de iones de Cl (a medida que aumenta la concentración de la solución electrolítica va disminuyendo su capacidad de adsorción), lo que quiere decir que el material no resiste al estudio aplicado.

En otros estudios sobre las nanofibras de celulosa (NFC), se ha observado que la capacidad de adsorción del material disminuye con el incremento de la fuerza iónica. Esto sugiere que, a mayor concentración de electrolito, menor es la adsorción, al igual

que los resultados del presente estudio utilizando nanofibras de celulosa a partir del raquis de banano.<sup>56</sup>

3.2.3 *Adsorción en columna.* Se llevó a cabo el presente estudio con el colorante azul de metileno en una columna de adsorción para las nanofibras de celulosa (CNF), como se observa en la figura 11.

**Figura 14.** Capacidad de adsorción de NFC en columna



**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis 7.2387g, Caudal: 0.005 L/min, temperatura 25°C, tiempo de contacto 330 min, pH 6, Concentración AM (25 ppm).

En la figura 14 se observa que al inicio (0 a 50 minutos), se observa una rápida interacción inicial entre las nanofibras de celulosa y el azul de metileno, con fluctuaciones significativas en la capacidad de adsorción.

Desde los 50 minutos hasta aproximadamente los 150 minutos, se observa un patrón de fluctuaciones más regulares, lo que indica que el proceso de adsorción está alcanzando un equilibrio dinámico.

A partir de los 150 minutos hasta los 330 minutos, la capacidad de adsorción se estabiliza alrededor de 17 mg/g, con algunas fluctuaciones que llegan hasta 18 mg/g. La capacidad de adsorción oscila entre aproximadamente 13 mg/g y 18 mg/g a lo largo del tiempo de contacto de 330 minutos y el valor de adsorción máxima alcanzada es de



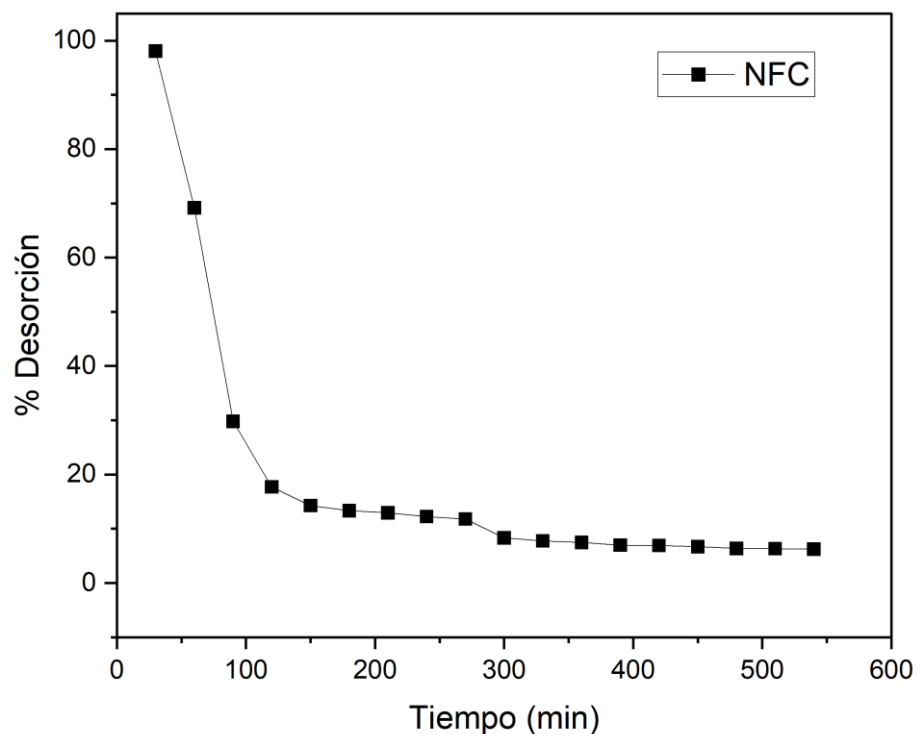
18.38 mg/g, lo que indica una moderada eficiencia de las nanofibras de celulosa en la adsorción del azul de metileno bajo las condiciones experimentales especificadas.

El pH de 6 favorece la adsorción de azul de metileno, que es un colorante catiónico, lo cual es coherente con la tendencia observada en la gráfica. La dosis de 7.2387 g de nanofibras de celulosa y el caudal de 0.005 L/min proporcionan una relación adecuada para maximizar la interacción entre el adsorbente y el adsorbato, resultando en una alta capacidad de adsorción.

La presente gráfica demuestra que las NFC poseen una capacidad de adsorción moderada para el azul de metileno, con una eficiencia que se estabiliza alrededor de 17-18 mg/g después de 150 minutos de contacto. Las fluctuaciones iniciales reflejan la rápida interacción inicial, y la estabilización posterior indica que se alcanza un equilibrio de adsorción bajo las condiciones experimentales especificadas.

3.2.4 *Desorción en columna.* Se realizó el presente estudio de desorción utilizando nanofibras de celulosa en el colorante azul de metileno en una columna, como se muestra en la figura 11.

**Figura 15.** Porcentaje de desorción en el material NFC



**Fuente:** Autoría propia

**Condiciones:** Dosis 7.2387g, Caudal: 0.005 L/min, temperatura 25°C, tiempo de contacto 540 min, pH 6, concentración AM (25 ppm), concentración HCl (0.1M).

Luego de analizar la figura 15, se deduce existe una fase inicial (0-100 minutos), en la cual el proceso de desorción es muy rápido alcanzando exactamente el 98.07% en los primeros 50 minutos y disminuyendo a aproximadamente el 20% hacia los 100 minutos. Esta rápida desorción inicial puede deberse a la liberación de las moléculas de azul de metileno que están más débilmente adsorbidas en las nanofibras de celulosa.

Posteriormente se alcanza la fase estable (100-540 minutos) a partir de los 100 minutos, la tasa de desorción se estabiliza alrededor del 20%. Este comportamiento indica que las moléculas de azul de metileno restantes están fuertemente adsorbidas y son más difíciles de desorber incluso con la solución de HCl a 0.1M.

La desorción del azul de metileno se produce rápidamente al inicio, alcanzando un 98.07% en los primeros minutos. Después de aproximadamente 50 minutos, el porcentaje de desorción disminuye drásticamente y se estabiliza en valores cercanos al 20%.

La eficiencia de desorción es alta al inicio del proceso, pero disminuye y se estabiliza en un porcentaje más bajo después de un tiempo. La estabilización alrededor del 20% de desorción sugiere que la mayor parte del azul de metileno se desorbe rápidamente y que el remanente está fuertemente adherido a las nanofibras de celulosa.

El pH de 6 y el uso de HCl a 0.1M como solución disolvente son condiciones que favorecen la desorción inicial rápida. La temperatura de 25°C y el caudal de 0.05 L/min proporcionan un entorno adecuado para la desorción, pero no afectan significativamente la desorción de las moléculas más fuertemente adsorbidas.

La gráfica demuestra que la desorción del azul de metileno con NFC ocurre rápidamente al inicio alcanzando un alto porcentaje de desorción en los primeros 50 minutos. Sin embargo, la desorción se estabiliza alrededor del 20% después de 100 minutos, indicando que una fracción significativa del azul de metileno está fuertemente adsorbida y es difícil de desorber con las condiciones experimentales mencionadas anteriormente.

#### 4. CONCLUSIONES

- El método de extracción de nanofibras de celulosa permitió obtener NFC con una variedad en la morfología y tamaño de las fibras, evidenciada mediante microscopía electrónica de barrido. Además, la técnica FTIR identificó picos característicos de las nanofibras de celulosa.
- En potencial de carga cero se determinó que las superficies de las NFC adquieren una carga positiva a pH inferiores a 3.45, favoreciendo la adsorción de aniones.
- Los estudios de pH, fuerza iónica, y adsorción en columna indicaron que el pH óptimo para la adsorción de azul de metileno es 6, con una eficiencia de adsorción del 77.98%. Sin embargo, la presencia de iones de sodio en la solución disminuye significativamente la eficiencia de adsorción, evidenciando la necesidad de controlar la fuerza iónica en aplicaciones prácticas.
- Las NFC mostraron una capacidad moderada de adsorción en columna para azul de metileno, estabilizándose en una eficiencia de remoción de 17-18 mg/g después de 150 minutos. Las pruebas de desorción revelaron una rápida liberación inicial del azul de metileno, con un porcentaje de desorción que se estabiliza en un 20% tras 100 minutos, lo que demuestra que las NFC son un material con potencial para la regeneración y reutilización.
- Finalmente, este estudio confirma la viabilidad del uso de residuos agrícolas, como el raquis de banano, para la obtención de nanofibras de celulosa, presentando una alternativa sostenible que contribuye a la reducción de desechos agrícolas y al desarrollo de tecnologías limpias para el tratamiento de aguas contaminadas.

## **5. RECOMENDACIONES**

- Evaluar otros residuos agrícolas disponibles en el país para la obtención de nanofibras de celulosa, con el fin de diversificar las fuentes de materia prima y comparar su capacidad de adsorción.
- Analizar la regeneración y reutilización de las nanofibras de celulosa tras su uso en la adsorción, lo que podría reducir costos operativos y minimizar el impacto ambiental del proceso.
- Realizar estudios considerando la evaluación económica y la factibilidad técnica para su producción a mayor escala.

## BIBLIOGRAFÍA

- (1) Peralta Holguín, W. E. Obtención de Nanocristales de Celulosa a Partir de Residuos Agrícolas. **2021**.
- (2) Gañán, P.; Zuluaga, R.; Velez, J. M.; Mondragon, I. Biological Natural Retting for Determining the Hierarchical Structuration of Banana Fibers. *Macromol Biosci* **2004**, 4 (10), 978–983. <https://doi.org/10.1002/MABI.200400041>.
- (3) Phanthong, P.; Reubroycharoen, P.; Hao, X.; Xu, G.; Abudula, A.; Guan, G. Nanocellulose: Extraction and Application. *Carbon Resources Conversion* **2018**, 1 (1), 32–43. <https://doi.org/10.1016/J.CRCON.2018.05.004>.
- (4) Ighalo, J. O.; Omoarukhe, F. O.; Ojukwu, V. E.; Iwuozor, K. O.; Igwegbe, C. A. Cost of Adsorbent Preparation and Usage in Wastewater Treatment: A Review. *Cleaner Chemical Engineering* **2022**, 3, 100042. <https://doi.org/10.1016/J.CLCE.2022.100042>.
- (5) Bascón Villegas, I. Lignonanofibras de Celulosa Procedentes de Residuos Agrícolas Para La Formulación de Envases Alimentarios Sostenibles y Funcionales. *Molecules* **2020**, 25 (14). <https://doi.org/10.3390/molecules25143275>.
- (6) León-Serrano, L. A.; Matailo-Pinta, A. M.; Romero-Ramón, A. A.; Portalanza-Chavarría, C. A.; León-Serrano, L. A.; Matailo-Pinta, A. M.; Romero-Ramón, A. A.; Portalanza-Chavarría, C. A. Ecuador: Producción de Banano, Café y Cacao Por Zonas y Su Impacto Económico 2013-2016. *Revista Científica UISRAEL* **2020**, 7 (3), 97–114. <https://doi.org/10.35290/rcui.v7n3.2020.324>.
- (7) Salazar, D.; César Muñoz, J. *Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (ESPAC)*; 2021.
- (8) Zaini, H. M.; Saallah, S.; Roslan, J.; Sulaiman, N. S.; Munsu, E.; Wahab, N. A.; Pindi, W. Banana Biomass Waste: A Prospective Nanocellulose Source and Its Potential Application in Food Industry – A Review. *Heliyon* **2023**, 9 (8), e18734. <https://doi.org/10.1016/J.HELİYON.2023.E18734>.
- (9) Montes, S.; Azcune, I.; Elorza, E.; Rekondo, A.; Grande, H.; Labidi, J. Fractionation of Banana Rachis Using Ionic Liquids: Sustainability and Selectivity of Choline Lactate. *Ind Crops Prod* **2022**, 183, 114956. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2022.114956>.

- (10) Shamim Sheikh, M.; Mahmudur Rahman, M.; Safiur Rahman, M.; Yildirim, K.; Maniruzzaman, M. Fabrication of Nano Composite Membrane Filter from Graphene Oxide(GO) and Banana Rachis Cellulose Nano Crystal(CNC) for Industrial Effluent Treatment. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **2023**, *128*, 196–208. <https://doi.org/10.1016/J.JIEC.2023.07.048>.
- (11) Zuluaga, R.; Putaux, J. L.; Cruz, J.; Vélez, J.; Mondragon, I.; Gañán, P. Cellulose Microfibrils from Banana Rachis: Effect of Alkaline Treatments on Structural and Morphological Features. *Carbohydr Polym* **2009**, *76* (1), 51–59. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2008.09.024>.
- (12) Mendoza Vélez, C. J.; Vera Loor, J. E. Aprovechamiento de Pinzote de Banano (Musa Paradisiaca) Para La Obtención de Papel. *Finibus* **2019**.
- (13) Marín Cajamarca, C. A. *Obtención Del Acetato de Celulosa a Partir de Colillas de Cigarillos*; Cuenca - Ecuador, 2021.
- (14) Dos Santos, M. S. N.; Zobot, G. L.; Mazutti, M. A.; Tres, M. V. Potential Applications of Pecan Residual Biomasses: A Review. *Biointerface Res Appl Chem* **2020**, *10* (3), 5524–5531. <https://doi.org/10.33263/BRIAC103.524531>.
- (15) Mikkonen, K. S.; Latukka, R.; Morais de Carvalho, D.; Laitinen, R. From Waste to a Resource? Hemicelluloses Enhance the Dissolution and Stability of the Amorphous State of Carbamazepine. *Sustain Chem Pharm* **2024**, *37*, 101404. <https://doi.org/10.1016/J.SCP.2023.101404>.
- (16) Zumárraga Pech, J. A. *Efecto de Los Pretratamientos En La Composición Química y La Sacarificación Del Bagazo de Agave Tequilana*; 2012.
- (17) Chen, M.; Li, Y.; Liu, H.; Zhang, D.; Shi, Q. S.; Zhong, X. Q.; Guo, Y.; Xie, X. B. High Value Valorization of Lignin as Environmental Benign Antimicrobial. *Mater Today Bio* **2023**, *18*, 100520. <https://doi.org/10.1016/J.MTBIO.2022.100520>.
- (18) Apolo Cuenca, J. S.; Espinoza Quizhpe, L. A. *Obtención de Nanofibras de Celulosa a Partir Del Raquis de Banano Aplicado a La Remoción de Azul de Metileno*; Machala, 2022.
- (19) Jiang, X.; Bai, Y.; Chen, X.; Liu, W. A Review on Raw Materials, Commercial Production and Properties of Lyocell Fiber. *Journal of Bioresources and Bioproducts* **2020**, *5* (1), 16–25. <https://doi.org/10.1016/J.JOBAB.2020.03.002>.

- (20) Shen, T.; Dong, H.; Wang, P. Research Progress on Nanocellulose and Its Composite Materials as Orthopedic Implant Biomaterials. *Alexandria Engineering Journal* **2024**, *87*, 575–590. <https://doi.org/10.1016/J.AEJ.2024.01.003>.
- (21) Tuya Salas, J.; Gutiérrez Moreno, S.; Merino Rafael, F. Ensayos Preliminares Para Producción de Celulosa Por Bacterias Aisladas de Caña de Azúcar. *Revista de la Sociedad Química del Perú* **2021**, *87* (2), 128–136. <https://doi.org/10.37761/rsqp.v87i2.339>.
- (22) Amirah Badi, N. S.; Zul Hilmey Makmud, M.; Se Mun, C.; Jamain, Z.; Asik, J.; Mohd Amin, K. N. Synthesis and Characterization of Cellulose Nanocrystal Derived from Paper as Nanofiller for Polymer Insulation Materials. *Mater Today Proc* **2024**. <https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2023.12.059>.
- (23) Chu, Y.; Sun, Y.; Wu, W.; Xiao, H. Dispersion Properties of Nanocellulose: A Review. *Carbohydr Polym* **2020**, *250*, 116892. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2020.116892>.
- (24) Huda Syazwani Jafri, N.; Noraini Jimat, D.; Mohd Fazli Wan Nawawi, W.; Ahmad Nor, Y.; Amid, A. Screening of Deep Eutectic Solvent Mixtures for Treating Empty Fruit Bunches to Obtain Cellulose Nanofiber. *Mater Today Proc* **2023**. <https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2023.04.541>.
- (25) Johana-Restrepo, H.; Steven Valencia-Duarte, J.; Arriola-Villaseñor, E.; Bedoya-Betancur, S.; David Valencia-González Alba Nelly Ardila-Arias, J. *Evaluación de La Extracción de Fibras de Celulosa a Partir de Pseudotallos de Banano Con Uso Potencial En La Industria Papelera*; Medellín, Antioquia, Colombia, 2021; Vol. 3.
- (26) Pinto, E.; Aggrey, W. N.; Boakye, P.; Amenuvor, G.; Sokama-Neuyam, Y. A.; Fokuo, M. K.; Karimaie, H.; Sarkodie, K.; Adenutsi, C. D.; Erzuah, S.; Rockson, M. A. D. Cellulose Processing from Biomass and Its Derivatization into Carboxymethylcellulose: A Review. *Sci Afr* **2022**, *15*, e01078. <https://doi.org/10.1016/J.SCIAF.2021.E01078>.
- (27) Hu, Y.; Hamed, O.; Salghi, R.; Abidi, N.; Jodeh, S.; Hattb, R. *EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF CELLULOSE FROM AGRICULTURAL WASTE ARGAN PRESS CAKE*; 2017; Vol. 51.
- (28) He, T.; Yang, Z.; Lv, S.; Liu, L.; Liu, J.; Wei, D. quan; Yang, J.; Liu, X. Low-Concentration Octadecylamine Based Nano Cellulose Prepared by Acid Hydrolysis Method Improving the Toughness and Thermal Stability of Epoxy

Resin. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **2023**.  
<https://doi.org/10.1016/J.JIEC.2023.12.040>.

- (29) Lim, J. R.; Chua, L. S.; Soo, J. Untargeted Mass Spectral Profiling of Water Soluble Propolis Extracts from Acid and Alkaline Hydrolysis. *Biocatal Agric Biotechnol* **2023**, *52*, 102816. <https://doi.org/10.1016/J.BCAB.2023.102816>.
- (30) Sebastián Ramírez-Navas, J. *Liofilización de Alimentos*; 2014. <https://www.researchgate.net/publication/259620189>.
- (31) Depciuch, J.; Czarny, W.; Płonka, A.; Podgórski, R.; Bajorek, W.; Dziadek, B.; Kula-Maximenko, M.; Sznajder, M.; Paja, W.; Shpotyuk, Y.; Cebulski, J.; Król, P. Investigation of Novel Methods for Stress Level Measurements in Athletes Employing FTIR and Raman Spectroscopy Techniques. *Measurement* **2023**, *220*, 113316. <https://doi.org/10.1016/J.MEASUREMENT.2023.113316>.
- (32) Yan, X.; Cao, Z.; Murphy, A.; Ye, Y.; Wang, X.; Qiao, Y. FRDA: Fingerprint Region Based Data Augmentation Using Explainable AI for FTIR Based Microplastics Classification. *Science of The Total Environment* **2023**, *896*, 165340. <https://doi.org/10.1016/J.SCITOTENV.2023.165340>.
- (33) Pineda Ayala, D. M.; Durán Herrera, J. E. Evaluation of Oil Palm Empty Fruit Bunch Wastes as Adsorbent for the Removal of Reactive Dyes from Aqueous Solutions. *Ingeniería Investigación y Tecnología* **2019**, *20* (1), 1–9. <https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2019.20n1.008>.
- (34) Torres Ortega, E. R.; Pluas Santana, J. B. Aplicación de Nanofibras de Celulosa Impregnadas Con Cyanex 923 Para La Recuperación de Itrio En Fases Acuosas. **2022**.
- (35) La, E. N.; De Materiales, C.; Ipohorski, M.; Bozzano, P. B. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.
- (36) Ilyas, R. A.; Sapuan, S. M.; Ishak, M. R.; Zainudin, E. S. Sugar Palm Nanofibrillated Cellulose (Arenga Pinnata (Wurmb.) Merr): Effect of Cycles on Their Yield, Physic-Chemical, Morphological and Thermal Behavior. *Int J Biol Macromol* **2019**, *123*, 379–388. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2018.11.124>.
- (37) Cheng, J.; Zhan, C.; Wu, J.; Cui, Z.; Si, J.; Wang, Q.; Peng, X.; Turng, L. S. Highly Efficient Removal of Methylene Blue Dye from an Aqueous Solution Using Cellulose Acetate Nanofibrous Membranes Modified by Polydopamine. *ACS Omega* **2020**, *5* (10), 5389–5400.



[https://doi.org/10.1021/ACSOMEGA.9B04425/ASSET/IMAGES/MEDIUM/AO9B04425\\_M013.GIF](https://doi.org/10.1021/ACSOMEGA.9B04425/ASSET/IMAGES/MEDIUM/AO9B04425_M013.GIF).

- (38) Zhou, C.; Wang, Y. Recent Progress in the Conversion of Biomass Wastes into Functional Materials for Value-Added Applications. *Sci Technol Adv Mater* **2020**, *21* (1), 787–804. <https://doi.org/10.1080/14686996.2020.1848213>.
- (39) Liu, L.; Gao, Z. Y.; Su, X. P.; Chen, X.; Jiang, L.; Yao, J. M. Adsorption Removal of Dyes from Single and Binary Solutions Using a Cellulose-Based Bioadsorbent. *ACS Sustain Chem Eng* **2015**, *3* (3), 432–442. [https://doi.org/10.1021/SC500848M/SUPPL\\_FILE/SC500848M\\_SI\\_001.PDF](https://doi.org/10.1021/SC500848M/SUPPL_FILE/SC500848M_SI_001.PDF).
- (40) Khan, I.; Saeed, K.; Zekker, I.; Zhang, B.; Hendi, A. H.; Ahmad, A.; Ahmad, S.; Zada, N.; Ahmad, H.; Shah, L. A.; Shah, T.; Khan, I. Review on Methylene Blue: Its Properties, Uses, Toxicity and Photodegradation. *Water (Switzerland)*. MDPI January 1, 2022. <https://doi.org/10.3390/w14020242>.
- (41) Li, H.; Budarin, V. L.; Clark, J. H.; North, M.; Wu, X. Rapid and Efficient Adsorption of Methylene Blue Dye from Aqueous Solution by Hierarchically Porous, Activated Starbons®: Mechanism and Porosity Dependence. *J Hazard Mater* **2022**, *436*, 129174. <https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2022.129174>.
- (42) Lemus Sagrero, K. A. *Remoción de Colorantes Textiles AD71 Y VB4 Presentes En Solución Acuosa Mediante Micropartículas de Semilla de Guayaba (Psidium Guajava L.) Magnetizadas*; 2020.
- (43) Xu, J.; Cao, Z.; Zhang, Y.; Yuan, Z.; Lou, Z.; Xu, X.; Wang, X. A Review of Functionalized Carbon Nanotubes and Graphene for Heavy Metal Adsorption from Water: Preparation, Application, and Mechanism. *Chemosphere* **2018**, *195*, 351–364. <https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2017.12.061>.
- (44) Tan, P.; Sun, J.; Hu, Y.; Fang, Z.; Bi, Q.; Chen, Y.; Cheng, J. Adsorption of Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> from Aqueous Single Metal Solutions on Graphene Oxide Membranes. *J Hazard Mater* **2015**, *297*, 251–260. <https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2015.04.068>.
- (45) Dima, J. B.; Mandelman, I.; Zaritzky, N.; Ferrari, M. A. Estudio de Las Curvas de Adsorción En Una Columna de Lecho Fijo. *Revista Ingeniería y Ciencias Aplicadas* **2022**, *3*.

- (46) Grey C, C. O.; Beatriz M, C. A.; Jhon F, S. G.; Javier E, V. T. Adsorción Por Lote y En Una Columna de Lecho Fijo Del Colorante B39 Sobre Carbón Activado Granular. **2013**.
- (47) Morales Martínez, K. J. *Desorción*; 2018.
- (48) Aguilar Salazar, F. L.; Cely Román, E. D. *Nanofibras de Celulosa Oxidadas Con Tempo a Partir Del Raquis de Banano Para La Recuperación Selectiva de Itrio*; Machala, 2023.
- (49) Coseri, S.; Biliuta, G.; Zemljič, L. F.; Srndovic, J. S.; Larsson, P. T.; Strnad, S.; Kreže, T.; Naderi, A.; Lindström, T. One-Shot Carboxylation of Microcrystalline Cellulose in the Presence of Nitroxyl Radicals and Sodium Periodate. *RSC Adv* **2015**, 5 (104), 85889–85897. <https://doi.org/10.1039/C5RA16183E>.
- (50) Daza-Orsini, S. M.; Medina-Jaramillo, C.; Caicedo-Chacon, W. D.; Ayala-Valencia, G.; López-Córdoba, A. Isolation of Taro Peel Cellulose Nanofibers and Its Application in Improving Functional Properties of Taro Starch Nanocomposites Films. *Int J Biol Macromol* **2024**, 273, 132951. <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2024.132951>.
- (51) Gabriel, E.; García, J.; Mora, K. R.; Bernal, C. Cellulose Nanofiber Production from Banana Rachis. *IJESC* **2020**, 24683.
- (52) Amaringo Villa, F. A. Determinación Del Punto de Carga Cero y Punto Isoeléctrico de Dos Residuos Agrícolas y Su Aplicación En La Remoción de Colorantes. *Revista de Investigación Agraria y Ambiental* **2013**, 4 (2), 27. <https://doi.org/10.22490/21456453.982>.
- (53) Ochica Larrota, A. F. Obtención de Nanofibras de Celulosa Catiónica a Partir Del Bagazo de La Caña de Azúcar y Teñidas Con Colorante Reactivo Aniónico Para La Aplicación Textil. **2015**.
- (54) Fajardo Seminario, J. I.; Verdugo, C. O.; Paltan Zhingre, C. A.; Zuluaga Gallego, R. O. Aislamiento y Caracterización de Nano Fibras de Celulosa Cristalina (CNF's) a Partir de Guadua Angustifolia Kunth (GAK). [‘Universidad Nacional de Educación a Distancia (España)’, ‘Universidad Politécnica de Madrid. Departamento de Ingeniería Mecánica’] 2022. <https://hdl.handle.net/20.500.14468/19845> (accessed 2024-08-06).
- (55) Meza, C. L.; Kou, R. S.; Arroyo, T. C. BIOSORCIÓN DEL COLORANTE AZUL DE METILENO USANDO LOS CLADODIOS DE LA TUNA (*Opuntia Ficus Indica*).

*Revista de la Sociedad Química del Perú* **2020**, 86 (3), 231–245.  
<https://doi.org/10.37761/RSQP.V86I3.297>.

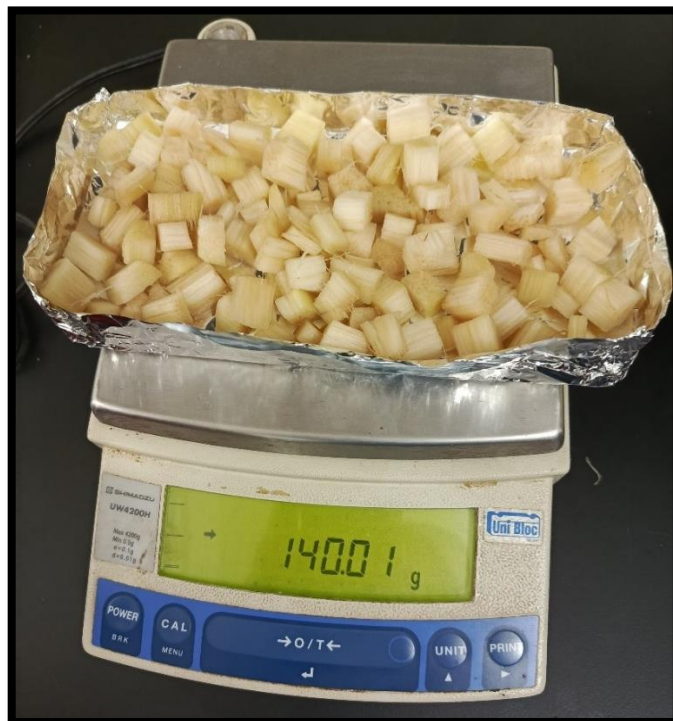
- (56) Junka, K.; Filpponen, I.; Lindström, T.; Laine, J. Titrimetric Methods for the Determination of Surface and Total Charge of Functionalized Nanofibrillated/Microfibrillated Cellulose (NFC/MFC). *Cellulose* **2013**, 20 (6), 2887–2895. <https://doi.org/10.1007/S10570-013-0043-Z/METRICS>.

## ANEXOS

### Anexo A. Recolección de materia prima (raquis de banano)



### Anexo B. Peso de materia prima troceada



### Anexo C. Peso de materia prima libre de humedad



### Anexo D. Molienda de materia prima



**Anexo E. Proceso de blanqueamiento**



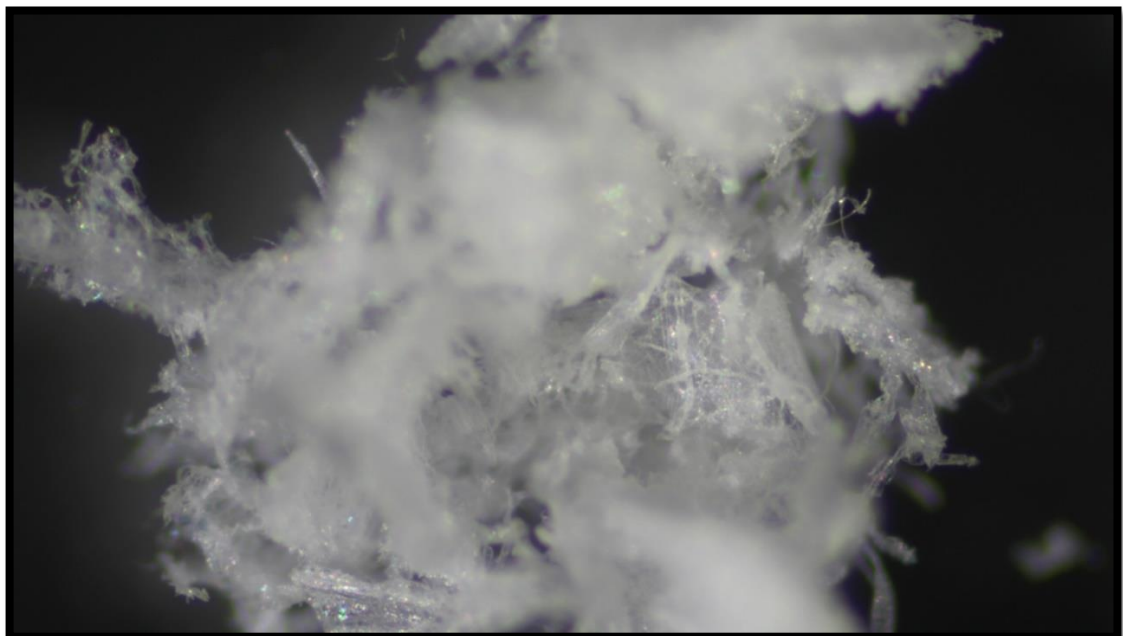
**Anexo F. Liofilización de NFC**



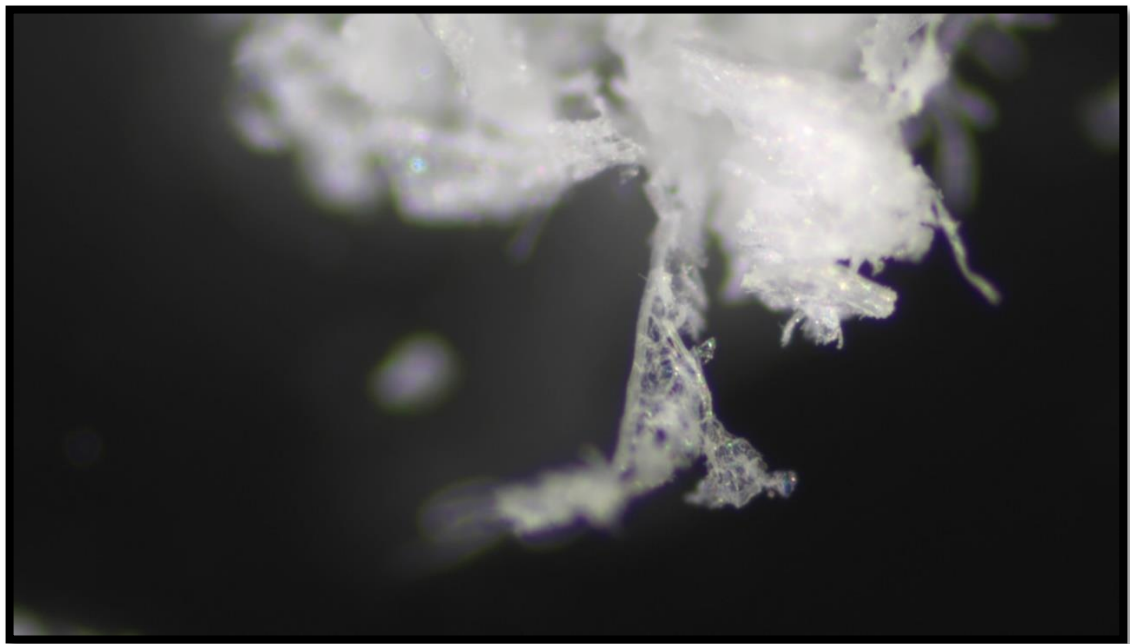
**Anexo G. NFC liofilizadas**



**Anexo H. Microscopia óptica de NFC**



## Anexo I. Microscopia óptica de NFC



## Anexo J. Desorción en columna de AM

