



**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN  
CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.**

**POSGRADO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES**

Obtención de nanofibras de celulosa aisladas de  
material lignocelulósico mediante hidrólisis ácida

Tesis que presenta:

**María del Rosario Segundo Felipe**

Para obtener el grado de

**Maestra en Nanociencias y Materiales**

Asesor:

**Dr. Emilio Muñoz Sandoval†**

San Luis Potosí, SLP., abril del 2025.



## Constancia de aprobación de la tesis

La tesis “**Obtención de nanofibras de celulosa aisladas de material lignocelulósico mediante hidrólisis ácida**” presentada para obtener el Grado de Maestra en Nanociencias y Materiales fue elaborada por **María del Rosario Segundo Felipe** y **aprobada el 11 de marzo del 2025** por los suscritos, designados por el Colegio de Profesores de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

---

**Dr. Emilio Muñoz Sandoval<sup>†</sup>**  
Director de la tesis

---

**Dr. Florentino López Urías**  
Miembro del Comité Tutorial

---

**Dr. David Contreras López**  
Miembro del Comité Tutorial



## Créditos Institucionales

Esta tesis fue elaborada en el **Laboratorio de Películas Delgadas** y el **Laboratorio de Nanoestructuras de Carbono y Sistemas Laminares** de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., bajo la dirección del Dr. Emilio Muñoz Sandoval<sup>†</sup>.

Durante la realización del trabajo el autor recibió una beca académica de la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación 1009745 y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.

# ACTA DE EXAMEN

## DEDICATORIA

*En memoria del Dr. Emilio Muñoz Sandoval †, con profundo respeto, cariño, admiración y gratitud, quien siempre creyó en mí, y me apoyo en todo momento sin condición alguna.*

## **AGRADECIMIENTOS**

A mis padres, por todo su apoyo infinito y a mis hermanos, por su comprensión y compañía constante. Sin el apoyo de ustedes, este logro no habría sido posible. Gracias de todo corazón.

A Eider, por estar siempre a mi lado, por su constante apoyo y por ser una fuente continua de motivación.

Al Dr. Florentino López Urías por su apoyo inquebrantable, su confianza y su constante inspiración. Su ejemplo nos ha enseñado el valor de la perseverancia y la fortaleza, recordándonos que nunca debemos rendirnos, incluso en los momentos más desafiantes. Su compromiso y generosidad son invaluable, acompañándonos siempre, aun cuando enfrentaba su propio dolor con admirable entereza.

Al Dr. David Contreras López por sus observaciones y asesoría que enriquecieron este trabajo de tesis.

Al Dr. Daniel Ignacio Salgado Blanco por su disponibilidad y acertadas aportaciones en el proceso de redacción.

Al proyecto CBF2023-2024-4119 (Ciencia Básica y de frontera - SECIHTI).

Al SECIHTI por la beca otorgada (1009745) para mis estudios de maestría.

Al grupo de trabajo y amigos de Nanoestructuras de Carbono y Sistemas Laminares.

Al LINAN-IPICYT, por las facilidades brindadas y la orientación proporcionada por técnicos asociados: M.C. Beatriz A. Rivera Escoto, Dra. Gladis J. Labrada Delgado, Dr. Héctor G. Silva Pereyra, M.C. Ana Iris Peña Maldonado e Ignacio G. Becerril Juárez durante, el proceso de caracterización de materiales.

Al laboratorio de Geociencias Aplicadas y a la M.C. María Mercedes Zavala Arriaga por facilitar el equipo de Microscopía óptica.

A la Dra. Rosa María Gómez Espinosa por donar la biomasa para la investigación.

A Yeraldi, Gio, Tony y América, por todo su apoyo y amistad.

## CONTENIDO

<b>DEDICATORIA</b> .....	5
<b>AGRADECIMIENTOS</b> .....	6
<b>ABSTRACT</b> .....	11
<b>RESUMEN</b> .....	12
<b>Capítulo 1. Introducción</b> .....	13
Composición química del sargazo .....	16
Justificación .....	17
Objetivos .....	18
Objetivo general.....	18
Objetivos específicos.....	18
<b>Capítulo 2. Marco Conceptual</b> .....	19
Celulosa .....	19
Lignina .....	21
Hemicelulosa .....	22
Cristalinidad de la celulosa .....	23
Aplicaciones de las NFCs .....	24
Técnicas de caracterización.....	24
Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) .....	24
Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) .....	25
Difracción de Rayos X (XRD) .....	26
Estado del arte .....	26
Análisis bibliométrico.....	31
<b>Capítulo 3. Metodología</b> .....	32
Materiales y reactivos .....	32
Equipos de trabajo y caracterización .....	32
FEI – ESEM QUANTA FEG-250. ....	32
FEI – FIB Dual Beam Helios Nanolab 600.....	33
Preparación de la muestra para SEM.....	33
Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	34
Difracción de Rayos X (XRD) .....	34
Desarrollo experimental .....	34
Etapa 1: Lavado de Sargazo.....	34

Etapa 3: Tratamiento con NaClO. ....	38
Etapa 4: Tratamiento con H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	38
Etapa 5: Hidrólisis ácida con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	39
<b>Capítulo 4. Propiedades y caracterización del sargazo a NFCs-RA, RB y RC</b>	<b>40</b>
Microscopía Óptica al blanco de sargazo .....	40
Microscopía Óptica a la celulosa microcristalina.....	41
Microscopía de luz polarizada a las NFC-Aldrich.....	42
Microscopía de luz polarizada a NFCs-RA, RB y RC.....	42
Microscopia Electrónica de Barrido - Blanco de sargazo .....	44
Microscopia Electrónica de Barrido - Celulosa Microcristalina.....	45
Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-Sigma Aldrich.....	47
Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RA .....	48
Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RB .....	50
Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RC .....	52
Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	53
Análisis de fases de la celulosa cristalina .....	55
Difracción de Rayos-X .....	56
Refinamiento Rietveld .....	57
Análisis de cristalinidad.....	59
Secado de las NFCs - RA, RB y RC .....	60
<b>CONCLUSIONES</b> .....	<b>62</b>
<b>PERSPECTIVAS</b> .....	<b>63</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>64</b>
<b>Anexo A. Mascarillas KN95</b> .....	<b>68</b>
Análisis de resultados .....	69
Espectroscopía Raman.....	70
Difracción de Rayos X.....	70
Microscopia óptica .....	71
<b>Anexo B. Productos Académicos</b> .....	<b>72</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Avistamiento de sargazo en las playas del Caribe [2].	13
Figura 2. Sargazo pelágico [2].	13
Figura 3. Densidad media mensual de sargazo en julio (2011-2018), mostrando la presencia de GASB en todos los años excepto 2013 [3].	14
Figura 4. Unidades de $\beta$ -D glucosa	19
Figura 5. Unidad repetitiva de la celulosa (celobiosa).	19
Figura 6. Interacciones por puente de hidrogeno.	20
Figura 7. Interconversión de los polimorfos de la celulosa [18].	21
Figura 8. Estructura base de la lignina.	22
Figura 9. Monosacáridos principales de las hemicelulosas	23
Figura 10. Desplazamientos de las unidades de celobiosa, para el sistema cristalino monoclinico y triclinico de la celulosa I.	23
Figura 11. Modos de vibración molecular: Estiramiento y flexión de enlaces	25
Figura 12. Oxidación alcalina de la celulosa por el radical perhidroxilo en los átomos de carbono C2 y C3 [34].	29
Figura 13. Análisis bibliométrico de la nanocelulosa a partir de sargazo a) Network Visualization y b) Density Visualization.	31
Figura 14. Preparación del sustrato (pines de aluminio) pulido a espejo.	33
Figura 15. Proceso general para la obtención de NFCs del sargazo mediante tres rutas.	35
Figura 16. Tratamiento organosolv descrito como RA-2, RB-2 y RC-2.	37
Figura 17. Primer tratamiento oxidativo con NaClO	38
Figura 18. Tratamiento con H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> y apariencia tras secado	39
Figura 19. Proceso de hidrólisis ácida con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> para obtener NFCs a partir de sargazo.	39
Figura 20. Blanco de sargazo: a) y c) partículas de aproximadamente 615 $\mu$ m y su contraste; b) y d) partículas de 225 $\mu$ m y su contraste, respectivamente.	40
Figura 21. Análisis de tamaño y distribución de partículas de sargazo mediante contraste.	41
Figura 22. Celulosa microcristalina con aglomerados; a) M. Óptica y b) M. luz polarizada.	42
Figura 23. NFCs-Aldrich a) 10X y b) 20X.	42
Figura 24. Nanofibras de sargazo a 10X (a, c y e) y 20X (b, d y f) de las rutas RA, RB y RC respectivamente.	43
Figura 25. Micrografías del blanco de sargazo (RA, RB y RC).	44
Figura 26. Espectro EDS del blanco de sargazo	45
Figura 27. Celulosa Microcristalina 20 $\mu$ m, SE (a y c) y BSE (b y d) obtenidas a 10 kV.	46
Figura 28. Análisis EDS y composición semicuantitativa de la región destacada en la Figura d).	46
Figura 29. Análisis morfológico y composición elemental de las NFCs-Aldrich.	47
Figura 30. Análisis morfológico de las NFCs-RA mediante FEI-ESEM QUANTA FEG 250.	48
Figura 31. Distribución y diámetro de NFCs-RA caracterizadas por SEM	49
Figura 32. NFCs-RA (a y c) SE y (b y d) BSE. Obtenidas a 5 kV a 20 000 X (a y b) y 2 500 X a 5 kV (c y d).	49
Figura 33. Análisis EDS de las NFC-RA: composición elemental y efecto del agua de consumo.	50
Figura 34. Micrografías SEM de las NFCs-RB: Análisis morfológico a diferentes aumentos.	51

Figura 35. Análisis semicuantitativo de las NFCs-RB mediante EDS en FEI-ESEM QUANTA FEG 250 .....	51
Figura 36. Análisis morfológico de las NFCs-RC mediante SEM en Helios Nanolab 600. ....	52
Figura 37. Análisis semicuantitativo de NFCs-RC: Distribución de elementos y pico de azufre (S) remanente.....	53
Figura 38. Espectros IR a) para obtener NFCs-RA, b) NFCs-RB y c) NFCs-RC.....	54
Figura 39. Difracción de Rayos X de las NFCs obtenidas del sargazo: comparación de rutas y estructura cristalina.....	56
Figura 40. Refinamiento Rietveld a) NFC-RA, b) NFCs-RB y c) NFCs-RC .....	58
Figura 41. Difractogramas de nanofibras de celulosa obtenidas mediante hidrólisis ácida con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	60
Figura 42. NFCs-RA obtenidas del sargazo (a) en comparación con las NFCs-Aldrich (b).....	61
Figura 43. Películas de NFCs-RB .....	61
Figura 44. Películas de NFCs-RC .....	61
Figura 45. Composición de mascarillas KN95.....	68
Figura 46. Mascarilla KN95 marca POWECOM <sup>®</sup> .....	68
Figura 47. Capas de mascarilla KN95 (A, B, C, D) marca POWECOM <sup>®</sup> .....	69
Figura 48. Capa 1 (A), Capa 2 y 3 (B), Capa 4 (C), capa 5 (D) y termosellado (E).....	69
Figura 49. Capas de mascarillas KN95 (A, B, C, D) y termosellado (E). ....	70
Figura 50. DRX. Capas de la mascarilla KN95; A, B, C, D, E y iPP. ....	71
Figura 51. Morfología y distribución de las fibras de las mascarillas KN95. ....	71
Figura 52. Certificado del congreso The World Conference on Carbon.....	72
Figura 53. Constancia en sesión de posters de divulgación.....	73

### Índice de tablas

Tabla 1. Especies de sargazo pelágico y su comparación con las especies bentónicas. ....	15
Tabla 2. Componentes clave identificados en el sargazo .....	16
Tabla 3. Composición de la biomasa de macroalgas (%), datos con $\pm$ SD, n=3 [13] .....	17
Tabla 4. Análisis descriptivo del tratamiento con NaClO .....	27
Tabla 5. Clasificación y nomenclatura de los tratamientos utilizados para aislar NFCs. ....	36
Tabla 6. Asignación de bandas de absorción.....	55
Tabla 7. Comparación del porcentaje de cristalinidad.....	59

## ABSTRACT

The periodic entry of massive quantities of pelagic sargassum species into the Mexican Caribbean has posed ecological, social, and economic challenges to the region and the country. Therefore, developing sargassum products for environmental resilience would help mitigate this problem. Through five stages, this work aims to isolate cellulose nanofibers (CNFs) from sargassum using three routes: RA, RB, and RC. The stages consist of pretreatment of sargassum (biomass) using an organosolv process and a double oxidative process with sodium hypochlorite (NaClO) and hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) to isolate cellulose. Acid hydrolysis with sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) is subsequently performed to eliminate the amorphous regions of the isolated cellulose. As a result, a colloidal suspension of NFCs was obtained observed by Scanning Electron Microscopy (SEM) and dried at room temperature for analysis by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), corroborating the presence of cellulose. In the FTIR spectra, the absorption bands prevail in the region between 3400 - 3200 cm<sup>-1</sup> which can be attributed to the O-H stretching vibrations of hydroxyl groups present in cellulose, the bands at 1400 cm<sup>-1</sup> are associated with the C=C stretching of aromatic compounds, where the intensity decreases notably in each of the treatments, indicating the elimination of polyphenols. The signal at 899 cm<sup>-1</sup> for NFCs-RA and 898 cm<sup>-1</sup> for NFCs-RB and NFCs-RC observed is associated with the C1-H deformations in the β-glucosidic bonds of cellulose, whose intensity increases after each treatment, indicating greater cellulose isolation. In addition, the crystallinity of the material was also studied by X-ray diffraction; identifying the monoclinic system corresponding to cellulose Iβ of the crystalline dimorphism present in native cellulose. This methodology allowed obtaining NFCs-RA, RB and RC from sargassum with potential for applications such as sensors, aerogels and membranes.

Keywords:

Sargassum

Cellulose

Crystallinity

Organosolv process

Cellulose nanofibers

## RESUMEN

La entrada periódica de cantidades masivas de especies pelágicas de sargazo en el Caribe mexicano ha planteado desafíos ecológicos, sociales y económicos a la región y al país. Por lo tanto, desarrollar productos de sargazo para la resiliencia ambiental ayudaría a mitigar este problema. A través de cinco etapas, el presente trabajo tiene como objetivo aislar nanofibras de celulosa (NFCs) a partir del sargazo mediante tres rutas RA, RB y RC. Las etapas consisten en el pretratamiento del sargazo (biomasa), mediante un proceso organosolv y doble proceso oxidativo con hipoclorito de sodio (NaClO) y peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) para aislar celulosa. Posteriormente se realiza una hidrólisis ácida con ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) para eliminar las regiones amorfas de la celulosa aislada. Como resultado, se obtuvo una suspensión coloidal de NFCs observadas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y secadas a temperatura ambiente para su análisis mediante Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), corroborando la presencia de celulosa. En los espectros por FTIR, las bandas de absorción prevalecen en la región entre 3400 – 3200 cm<sup>-1</sup> que pueden atribuirse a las vibraciones de estiramiento O-H de grupos hidroxilo presentes en la celulosa, las bandas en 1400 cm<sup>-1</sup> son asociadas al estiramiento C=C de compuestos aromáticos, donde la intensidad disminuye notablemente en cada uno de los tratamientos, indicando la eliminación de polifenoles. La señal en 899 cm<sup>-1</sup>, para NFCs-RA y 898 cm<sup>-1</sup> en NFCs-RB y NFCs-RC observada, se asocia con las deformaciones C1-H en los enlaces β-glucosídicos de la celulosa, cuya intensidad se incrementa tras cada tratamiento, indicando un mayor aislamiento de celulosa. Además, también se estudió la cristalinidad del material mediante difracción de rayos X; identificando el sistema monoclinico correspondiente a la celulosa I<sub>β</sub> del dimorfismo cristalino presente en la celulosa nativa. Esta metodología permitió obtener NFCs-RA, RB y RC a partir del sargazo con potencial para aplicaciones como sensores, aerogeles y membranas.

Palabras clave:

Sargazo

Proceso organosolv

Celulosa

Nanofibras de celulosa

Cristalinidad

## Capítulo 1. Introducción

Estudios indican que, desde 2011 se ha observado la formación de un extenso cinturón de sargazo en el Atlántico [1]. Como se observa en la Figura 1, el sargazo es una macroalga marrón que se acumula en grandes cantidades y eventualmente queda varada en las costas de varios países del Caribe. Este fenómeno se caracteriza por la llegada masiva de las especies pelágicas de sargazo (*Sargassum natans* y *S. fluitans*), como se ilustra en la Figura 2. Estas especies son nativas, no deben considerarse como una invasión, sino más bien un florecimiento algal [2].



Figura 1. Avistamiento de sargazo en las playas del Caribe [2].

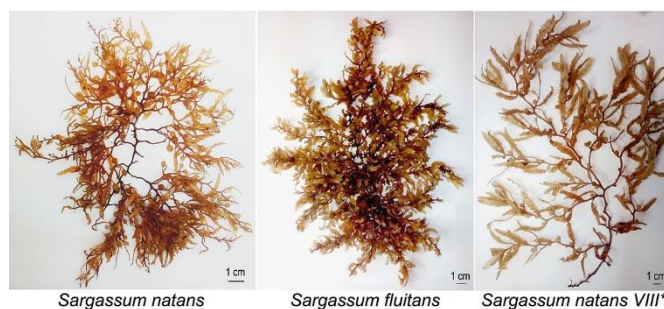


Figura 2. Sargazo pelágico [2].

El incremento de sargazo se desarrolla principalmente durante la primavera y el verano, observaciones realizadas a través de imágenes satelitales obtenidas con el instrumento Espectroradiómetro de Imágenes de Resolución Moderada

(MODIS, por sus siglas en inglés) revelaron, en julio de 2018, la presencia de un extenso cinturón de sargazo que abarca el Mar Caribe y el Atlántico central. Este fenómeno, conocido como el Gran Cinturón de Sargazo del Atlántico (GASB, por sus siglas en inglés), alcanzó una longitud aproximada de 8,850 kilómetros y contenía más de 20 millones de toneladas métricas de biomasa de sargazo. En la Figura 3 se muestra la densidad media mensual de sargazo para el mes de julio de 2011 a 2018 [1] [3].

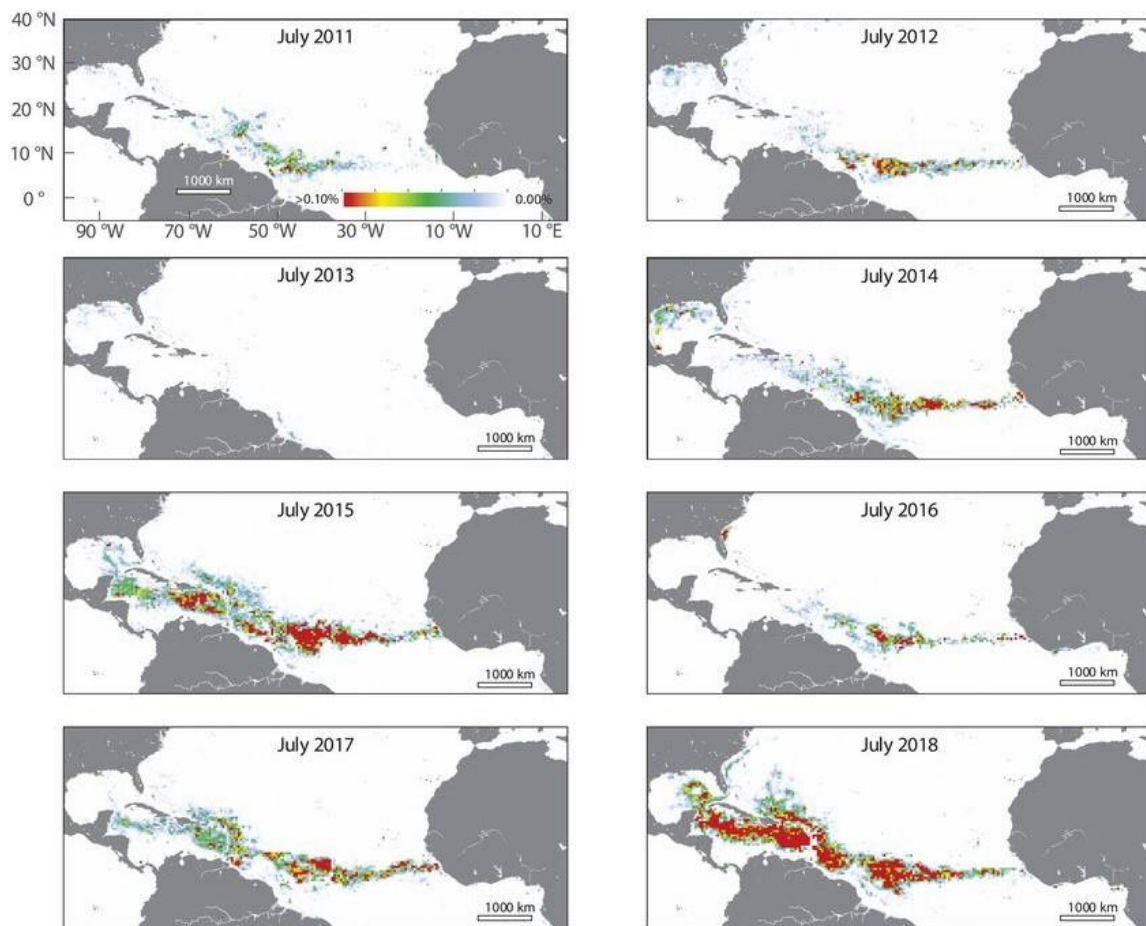


Figura 3. Densidad media mensual de sargazo en julio (2011-2018), mostrando la presencia de GASB en todos los años excepto 2013 [3].

A la llegada masiva de sargazo también se le conoce como arribazones, que están compuestas por diferentes especies de macroalgas pelágicas y bentónicas. En la Tabla 1 se describen las especies pelágicas del sargazo, que son las más abundantes durante la mayor parte del año, mientras que las bentónicas son escasas [4].

Tabla 1. Especies de sargazo pelágico y su comparación con las especies bentónicas.

<b>Especies holopelágicas</b>	
Alta abundancia en arribazones, entre el 80 y 100 % <ul style="list-style-type: none"> <li>- Carecen de ejes principales</li> <li>- No poseen estructuras de fijación</li> <li>- No desarrollan estructuras reproductivas</li> <li>- Ausencia de criptostomas.</li> </ul>	
<b>Ejes lisos sin espinas</b>	<b>Ejes con espinas</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● Sargassum natans I</li> <li>● Sargassum natans VIII</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Sargassum fluitans III</li> </ul>
<b>Especies bentónicas</b>	
Baja abundancia en arribazones, menor proporción, por debajo del 20% <ul style="list-style-type: none"> <li>- Presentan ejes principales</li> <li>- Tienen estructuras de fijación</li> <li>- Desarrollan estructuras reproductivas</li> <li>- Presencia de criptostomas</li> </ul>	
<b>Ejes con espinas evidentes y abundantes</b>	<b>Ejes lisos o con espinas pequeñas, casi imperceptibles</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● Sargassum acinarium</li> <li>● Sargassum Polyceratium var. ovatum</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Sargassum buxifolium</li> <li>● Sargassum pteropleuron</li> <li>● Sargassum platycarpum</li> </ul>

Durante el proceso de descomposición del sargazo, diversos factores determinan la velocidad a la que los materiales se degradan. Aspectos como la actividad microbiana, la temperatura y el nivel de acidez (pH) desempeñan un papel fundamental en este proceso. A medida que los materiales se descomponen, se liberan gases como el sulfuro de hidrogeno (H<sub>2</sub>S), dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y metano (CH<sub>4</sub>). Esto genera una alta demanda de oxígeno, lo que puede ser perjudicial para el medio ambiente. Además, este proceso produce un olor fuerte y desagradable que atrae a los insectos [5].

## Composición química del sargazo

El fucoidan junto con el alginato son los principales responsables de la ceniza residual de alrededor del 9 al 10% porque absorben los metales disueltos en el agua, cuya concentración y disponibilidad dependen de la geografía y la estación [6]. En Tabla 2, se ofrece una descripción detallada de los componentes clave que se encuentran en el sargazo.

Tabla 2. Componentes clave identificados en el sargazo

Componente	Alcance/Contenido	Ref.
Peso seco	Humedad	4.17% - 5.61%
	Ceniza	14.20% - 24.22%
	Proteína	5.47% - 6.83%
	Lípidos	2.02% - 2.62%
	Fibra cruda	12.52% - 15.44%
	Calcio	2.17% - 3.23%
	Fósforo	0.06% - 0.07%
	Potasio	Hasta 6.30%
	Magnesio	0.85% - 0.99%
	Sodio	0.58% - 1.12%
Carbohidratos	Hasta 71.9%	[7]
Ácido algínico	Polisacárido principal	
Fucoidan	Polisacárido sulfatado	[9]
Laminaran	$\beta$ -D-glucosa	
Polifenoles	Compuestos antioxidantes	[10]
Carotenoides	Incluida la fucoxantina	
Florotaninos	Compuestos fenólicos	[11]
Esteroles	Incluido el fucosterol	[12]

La composición química del sargazo reportada acerca de la biomasa de macroalgas *Sargassum natans* y *Sargassum fluitans* se resume en la Tabla 3. En ambas especies de sargazo existe un alto contenido de polifenoles aromáticos, presentes en materiales con contenido de lignina [13].

Tabla 3. Composición de la biomasa de macroalgas (%), datos con  $\pm$ SD, n=3 [13]

Muestra	Humedad	Total de extractivos	Material similar a la lignina	Holocelulosa
S. natans	11.10 $\pm$ 0.39	17.21 $\pm$ 0.24	29.29 $\pm$ 2.35	45.39 $\pm$ 0.12
S. fluitans	12.10 $\pm$ 0.73	18.07 $\pm$ 0.16	25.40 $\pm$ 1.30	34.43 $\pm$ 0.01

Estudios demuestran que se puede aislar celulosa de Sargazo natans y alcanzar un 42.7% de nanocristales de celulosa a través de varios pasos de blanqueo, alcalinización e hidrólisis con ácidos concentrados y finalmente ultrasonidos [14].

La celulosa es un polímero natural que se encuentra ampliamente distribuido en la naturaleza. Junto con la hemicelulosa y la lignina, constituye los principales componentes estructurales de las plantas, brindándoles rigidez y soporte mecánico. Además de su presencia en plantas terrestres, la celulosa también se encuentra en algas y ciertos organismos marinos. Algunas bacterias, como las del género *Acetobacter*, también son capaces de sintetizar este biomaterial [15][16].

### Justificación

El sargazo es una fuente viable para la producción de nanocelulosa porque contiene polisacáridos estructurales (como la celulosa y el alginato) que pueden ser extraídos, de la celulosa aislada del sargazo se puede recuperar celulosa cristalina a través de un método de hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y descomponer a la celulosa amorfa, la abundancia del sargazo causa grandes daños ecológicos y turísticos, su disposición y aprovechamiento en la producción de nanocelulosa ayuda a mitigar el problema ambiental. La nanocelulosa derivada del sargazo es renovable y biodegradable que reduce la dependencia de fuentes tradicionales como la madera, tiene múltiples aplicaciones en materiales de embalaje, en la industria biomédica es

usada en apósitos para la liberación controlada de fármacos y andamios para la ingeniería de tejidos, en el sector tecnológico se usa como refuerzo en materiales compuestos (plásticos y construcción), hidrogeles de nanocelulosa cargados con nutrientes en el proceso de germinación, membranas funcionalizadas y de filtración. Por lo tanto, la producción de nanocelulosa a partir del sargazo representa una alternativa innovadora que no solo contribuye a la mitigación de un problema ambiental, sino que también abre nuevas oportunidades en el desarrollo de materiales avanzados con diversas aplicaciones.

## **Hipótesis**

Es posible aislar nanofibras de celulosa cristalina  $I_{\beta}$  y  $I_{\alpha}$  a partir de sargazo por el método de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  y posterior análisis para la cuantificación del tipo de celulosa presente en el material obtenido.

## **Objetivos**

### Objetivo general

Obtener nanofibras de celulosa cristalina a partir de sargazo por método organosolv, doble proceso oxidativo y método de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$ .

### Objetivos específicos

- Extraer complejos aromáticos (lignina) mediante método organosolv.
- Realizar primer proceso oxidativo con NaClO y segundo proceso oxidativo con  $H_2O_2$ .
- Aislar nanofibras mediante hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$ .
- Analizar la composición química y estructural mediante Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM-EDS) y por Difracción de Rayos X (DRX).

## Capítulo 2. Marco Conceptual

### Celulosa

La celulosa es un homopolímero lineal de elevado peso molecular donde el grado de polimerización varía con su fuente, usualmente expresado como un promedio debido a que se ha encontrado una amplia distribución desde 200 hasta 10,000 unidades en estado nativo de  $\beta$ -D (Figura 4) glucosa que se enlaza sucesivamente a través de un enlace glucosídico o de tipo éter entre el carbono 1 y el carbono 4 en la configuración  $\beta$  1 - 4 ( $C_6nH_{10n+2}O_{5n+1}$  ( $n$  = grado de polimerización de la glucosa)), como se observa en la Figura 5, la unidad de repetición es un dímero de glucosa, conocido como celobiosa [15].

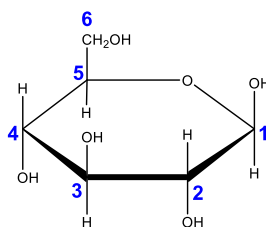


Figura 4. Unidades de  $\beta$ -D glucosa

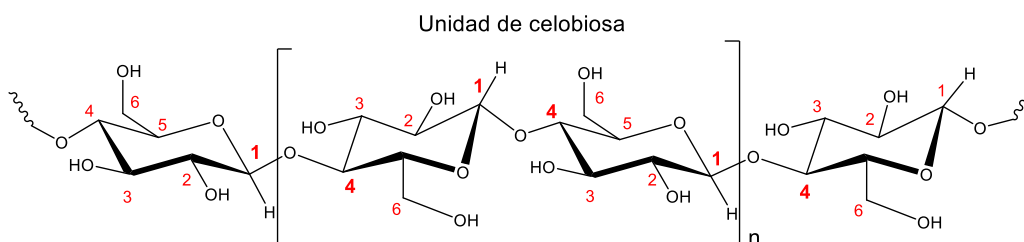


Figura 5. Unidad repetitiva de la celulosa (celobiosa).

La conformación piranosa tiene una forma no plana, para permitir que todos los átomos del anillo tengan una geometría cercana a la tetraédrica y la forma más estable es la silla, presenta los grupos  $-CH_2OH$ ,  $-OH$  con los enlaces glucosídicos en posición ecuatorial y los hidrógenos en posición axial. El hecho de que los grupos  $OH$  de la molécula de la celulosa salgan lateralmente permiten formar uniones por puentes de hidrógeno intramoleculares (entre unidades de glucosa de la misma cadena) e intermoleculares (entre unidades de glucosa de cadenas adyacentes)

dando lugar a las fibrillas elementales basándose en la estructura cristalina como se observa en la Figura 6. La existencia de estos enlaces tiene un efecto importante en la reactividad que presentan las cadenas celulósicas. Las zonas que representan elevada cristalinidad le confieren a la celulosa la gran resistencia y son difíciles de penetrar por disolventes orgánicos y otros reactivos. Por el contrario, las zonas relativamente más desordenadas (amorf), le otorgan elasticidad estas zonas son más accesibles y susceptibles a todas las reacciones químicas [17].

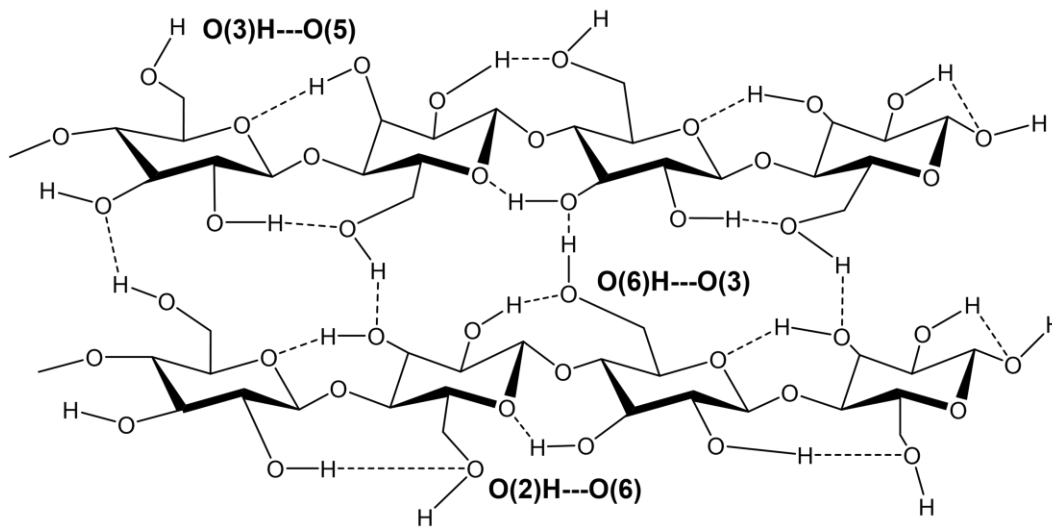


Figura 6. Interacciones por puente de hidrogeno

Existen cuatro tipos de polimorfos de celulosa: I, II III y IV. La celulosa I, también llamada celulosa nativa debido a que es la forma encontrada en la naturaleza, consiste en dos alomorfos: la celulosa  $I_{\alpha}$  que se produce principalmente en algas y bacterias, y la celulosa  $I_{\beta}$  componente predominante de plantas superiores, en la Figura 7 se observa la interconversión de los polimorfos de la celulosa. La celulosa II, la segunda forma más estudiada se puede obtener de la celulosa I por medio de dos métodos: el primero es la regeneración, que es la solubilización de la celulosa I en un disolvente seguido de precipitación por dilución en agua para dar celulosa II, el segundo método es la mercerización, un proceso en el cual las fibras nativas se hinchan mediante tratamiento con NaOH y, al eliminar el agente de hinchamiento, se obtiene celulosa II. Una de las principales diferencias entre estas dos formas de celulosa es el acomodo de sus átomos, ya que la celulosa

II presenta un empaquetamiento antiparalelo, mientras que en la celulosa I los átomos se encuentran dispuestos en dirección paralela. Por otro lado, la celulosa III se obtiene al tratar la celulosa con amoníaco líquido ( $\text{NH}_3(l)$ ) o con ciertas aminas, generando dos alomorfos de celulosa: si se parte de celulosa I ( $\text{III}_I$ ) o de celulosa II ( $\text{III}_{II}$ ). Finalmente, la celulosa IV puede obtenerse al tratar la celulosa III con glicerol a  $206^\circ\text{C}$ , dependiendo si se parte de la celulosa  $\text{III}_I$  formando celulosa  $\text{IV}_I$  o de celulosa  $\text{III}_{II}$  formando  $\text{IV}_{II}$  [15][18].

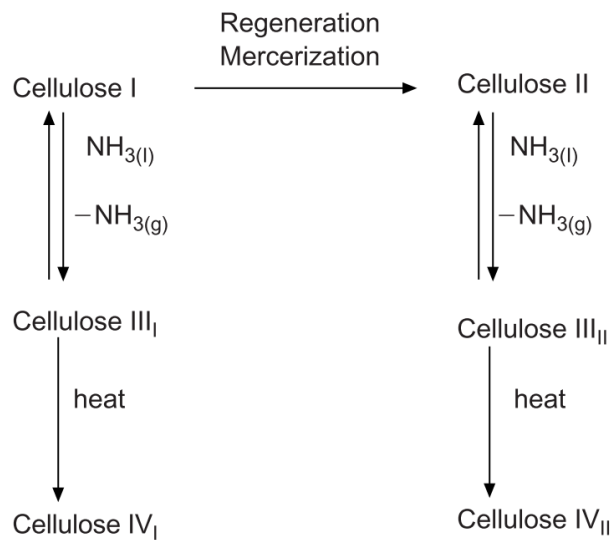


Figura 7. Interconversión de los polimorfos de la celulosa [18].

## Lignina

La lignina es un compuesto aromático de estructura tridimensional que, junto con la celulosa y la hemicelulosa, forma la pared celular de los residuos lignocelulósicos. Su disposición estructural está regulada a nivel molecular, generando redes complejas de lignina-hidratos de carbono. Esta configuración le confiere propiedades importantes, como la resistencia a la degradación, la protección de la celulosa contra el ataque microbiano y responsabilidad de la rigidez estructural al mantener las fibras celulósicas con la hemicelulosa. La síntesis de la lignina es un proceso de polimerización cuyo punto de partida son tres precursores principales conocidos como alcoholes p-hidroxicinamílicos o monolignoles. Estos incluyen el alcohol p-cumarílico (unidad H), el alcohol coniferílico (unidad G) y el

alcohol sinapílico (unidad S). La estructura base de la lignina está conformada por una red tridimensional de enlaces aleatoriamente distribuidos, entre los cuales destacan enlaces de tipo éter (C-O-C), enlaces éster y enlaces carbono-carbono (C-C). Estas características estructurales son representadas en la Figura 8, donde se ilustra la base molecular de la lignina y sus interacciones con otros componentes de la pared celular [19].

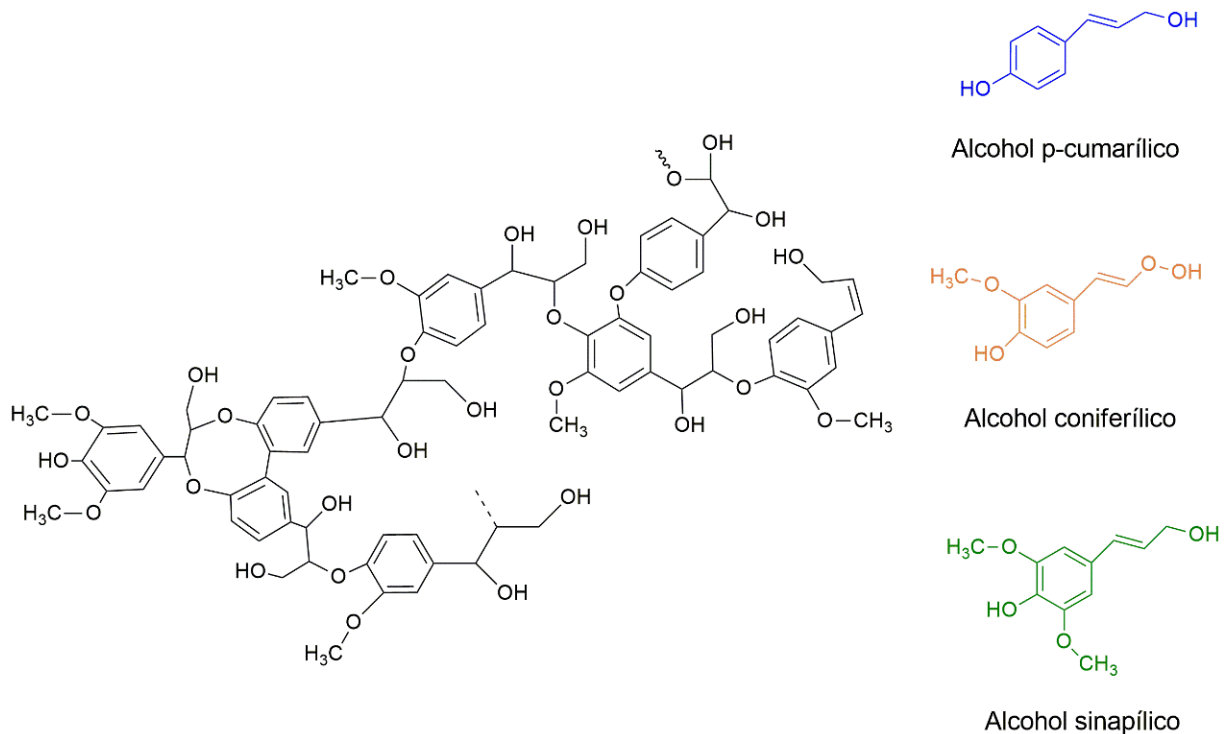


Figura 8. Estructura base de la lignina

## Hemicelulosa

La hemicelulosa es un polisacárido que se encuentra estrechamente asociado a la celulosa y constituye aproximadamente el 20-30% de la biomasa vegetal, desempeñando un papel clave en la integridad estructural de las plantas. Está compuesta principalmente por cinco monosacáridos: tres hexosas (D-glucosa, D-manosa y D-galactosa) y dos pentosas (D-xilosa y L-arabinosa), además de ciertos ácidos urónicos como el D-galacturónico y D-glucurónico como se ilustra en la Figura 9. La estructura de la hemicelulosa presenta una alta ramificación, que resulta de la combinación de estos monosacáridos y ácidos, lo que genera una

configuración amorfa. Esta característica facilita su hidrólisis mediante soluciones alcalinas fuertes y diversos ácidos [15].

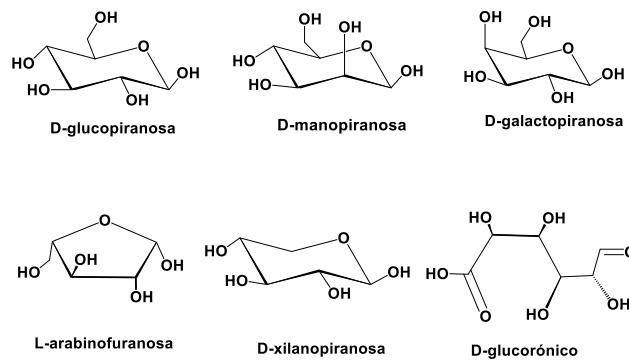


Figura 9. Monosacáridos principales de las hemicelulosas

### Cristalinidad de la celulosa

A partir de análisis detallados ha sido posible discutir que la celulosa nativa está compuesta de dos fases cristalinas que coexisten identificadas como  $I\alpha$  y  $I\beta$ , dando lugar a un dimorfismo cristalino. En la Figura 10 se muestra un esquema de las diferencias entre las formas monoclinica ( $I\beta$ ) y triclinica ( $I\alpha$ ) de la celulosa I. Cada rectángulo representa una unidad de glucosa, dando un par que constituyen la repetición cristalográfica celobiosa. En la forma monoclinica las unidades de celobiosa están escalonadas con un desplazamiento de un cuarto del periodo del eje c ( $c/4$ ), mientras que la forma triclinica exhibe un desplazamiento diagonal del mismo valor. Se proporcionan dos valores de espaciado y ángulos: el primero se refiere al plano (100) y el segundo al plano (010) del sistema triclinico [20].

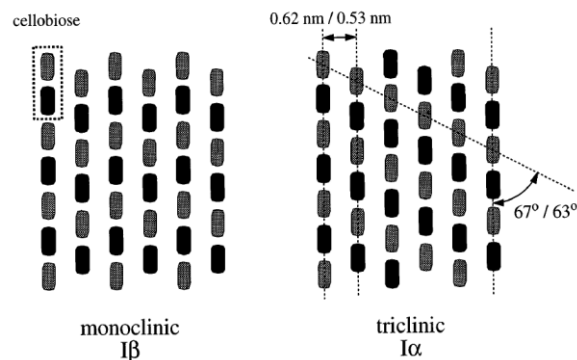


Figura 10. Desplazamientos de las unidades de celobiosa, para el sistema cristalino monoclinico y triclinico de la celulosa I.

## **Aplicaciones de las NFCs**

Se han desarrollado hidrogeles de nanocelulosa a partir de sargazo cargados con  $Ca - PO_4^-$  y  $NO_3$  como nutrientes en el proceso de germinación. Con nanocelulosa obtenida de las algas de sargazo, donde se formaron hidrogeles utilizando 5%, 10% y 15% de bórax como agente de entrecruzamiento. Se utilizó el hidrogel que contenía 10% de bórax en el estudio de germinación de semillas de frijol y linaza, los resultados mostraron que el nutriente con mayor influencia en la germinación fue el nitrógeno [21]. Las películas nanocelulosa son resistentes, flexibles y pueden ser altamente regioselectivamente sustituidas con tiofeno y cadenas laterales de ácidos de cadena larga, como estrategia de grupos protectores en todo en conjunto se otorga mayor conductividad eléctrica, dando lugar a una red de percolación proporcionando un camino de conducción y efectos de refuerzo que mejoran la transferencia de energía. La optimización de la estructura morfológica de la nanocelulosa resulta en una mayor interacción entre los grupos activos, mostrando una conductividad eléctrica más alta (279.10  $\mu S/cm$ ) en comparación con la nanocelulosa funcionalizada aleatoriamente (65.05  $\mu S/cm$ ) [22].

## **Técnicas de caracterización**

### **Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)**

La Microscopia Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización superficial no destructiva que permite obtener imágenes que revelan información a escala microscópica sobre el tamaño, forma, composición, cristalografía y otras propiedades físicas y químicas de la muestra.

Para obtener imágenes por SEM, la muestra debe ser conductora. Si no lo es, se recubre con una capa fina de material conductor, como oro o carbono. Luego la muestra se monta en un portaobjetos específico usando cinta de carbono o adhesivos conductores, lo cual asegura un buen contacto y evita la acumulación de carga durante el análisis. Un haz de electrones se genera mediante un filamento de tungsteno, un emisor de hexaboruro de lantano ( $LaB_6$ ), o una fuente de emisión de campo (FEG). Posteriormente, los electrones se aceleran mediante una diferencia

de potencial que puede variar desde unos pocos kiloelectronvoltios (keV) hasta decenas de keV permitiendo su adecuada interacción con la muestra [23].

### Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés) es una técnica que permite obtener un espectro infrarrojo de absorción o de emisión de un sólido. Existen tres regiones en el infrarrojo, la región cercana, media y lejana. La más utilizada 2.5 a 15 en longitud de onda ( $\lambda$ ),  $\mu m$ , 4000 a 670 número de onda ( $\bar{\nu}$ ),  $cm^{-1}$  y  $1.2 \times 10^{14}$  a  $2.0 \times 10^{13}$  Frecuencia ( $\nu$ ) Hz. El momento dipolar está determinado por la magnitud de la diferencia de carga y por la distancia entre los dos centros de carga. Las posiciones relativas de los átomos en una molécula no son fijas, sino que fluctúan de manera continua como consecuencia de una magnitud de tipos vibracionales y rotaciones diferentes alrededor de los enlaces en la molécula. Pueden distinguirse dos categorías básicas de vibraciones: de estiramiento y de flexión. En una vibración de estiramiento hay un cambio continuo en la distancia interatómica a lo largo del eje del enlace entre dos átomos. Las vibraciones de flexión se caracterizan por el cambio en el ángulo entre dos enlaces y son de cuatro tipos: de tijereteo, balanceo, aleteo y torsión como se observa en la Figura 11 [24].

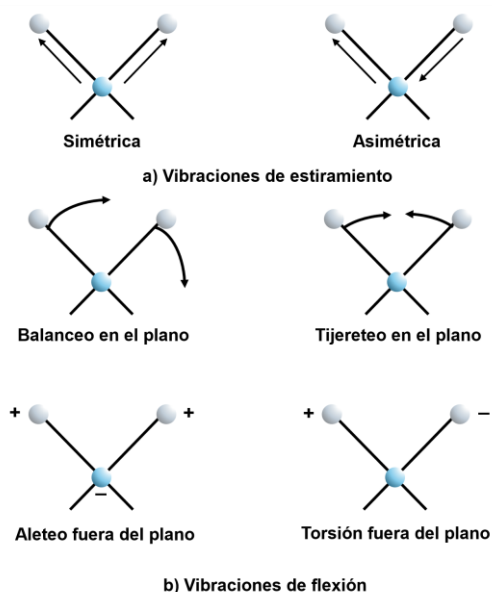


Figura 11. Modos de vibración molecular: Estiramiento y flexión de enlaces

## **Difracción de Rayos X (XRD)**

La caracterización por difracción de Rayos X (XRD, por sus siglas en inglés), es una técnica analítica no destructiva que se utiliza para estudiar la estructura cristalográfica de los materiales. Los picos de difracción de rayos X se producen por la interferencia constructiva de un haz monocromático de Rayos X dispersado en ángulos específicos desde cada conjunto de planos de la red cristalina de una muestra. La intensidad de los picos está determinada por la distribución de los átomos dentro de la red, por lo tanto, el patrón de difracción de rayos X refleja la organización periódica de los átomos en un material específico. Además, proporciona información sobre orientaciones cristalinas preferenciales (textura), estructura, el tamaño promedio de grano, la deformación y los defectos [25].

## **Estado del arte**

La extracción de celulosa a partir de residuos lignocelulósicos requiere la aplicación de pretratamientos específicos, los cuales pueden clasificarse de manera general en tres categorías principales: químicos, biológicos y combinados o múltiples. Dentro de esta clasificación, el pretratamiento químico destaca como una estrategia fundamental para alterar las interacciones moleculares presentes en la matriz celulosa-hemicelulosa-lignina. Este proceso facilita la liberación de fibras celulósicas mediante la modificación de los enlaces estructurales. El uso de pretratamientos químicos permite optimizar la separación de componentes, lo que constituyen un paso crítico en el aprovechamiento [26].

El tratamiento organosolv se basa en el uso de solventes orgánicos para la cocción de la materia prima, con el objetivo de que gran parte de la lignina se solubilice y las fibras se separen, liberándose lignina en forma de suspensión. El proceso implica el uso de una mezcla de un solvente orgánico, como ácidos orgánicos o alcoholes, y agua como medio de cocción. Además, se puede añadir un catalizador ácido (HCl) o básico (NaOH) para fraccionar el material lignocelulósico en celulosa, hemicelulosa y lignina [27].

El proceso de doble oxidación que implica hipoclorito de sodio (NaClO) y peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) es eficaz para aislar celulosa de los materiales lignocelulósicos. Este proceso suele implicar dos etapas principales: deslignificación y blanqueo. El NaClO es ampliamente utilizado en la extracción de fibras de celulosa debido a sus propiedades oxidantes. Este compuesto facilita la eliminación de componentes no celulósicos, como la lignina, la hemicelulosa y otras impurezas, promoviendo la obtención de fibras celulósicas purificadas [28]. Las sales inorgánicas forman parte integral de cualquier biomasa, incluidos potasio (K), sodio (Na), fósforo (P), calcio (Ca) y magnesio (Mg).

En análisis realizados se revela que las interacciones entre el ion sodio (Na<sup>+</sup>) del NaCl y la celulosa, a nivel molecular, generan efectos significativos tanto en las propiedades termodinámicas como en la estructura de la celulosa. En particular, se observa que la presencia de Na<sup>+</sup> modifica la distribución de los estados rotacionales del grupo hidroximetilo de la celulosa. Este fenómeno altera de manera significativa la red de enlaces de hidrógeno dentro de las fibrillas de celulosa [29].

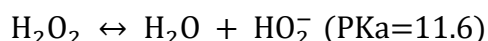
La eficiencia del NaClO en la extracción de celulosa también tiene la capacidad para producir mayor rendimiento de nanocristales de celulosa (CNC) en comparación con otros métodos [30]. En la Tabla 4 se realiza un análisis descriptivo entre el aspecto y el tratamiento con NaClO que ha demostrado ser eficaz para extraer y purificar celulosa, mejorando su pureza y propiedades físicas sin alterar significativamente su estructura cristalina, lo que lo hace ideal para obtener celulosa de alta pureza.

Tabla 4. Análisis descriptivo del tratamiento con NaClO

Aspecto	Tratamiento NaClO	Ref.
Pureza	Alta pureza, eliminación efectiva de lignina y hemicelulosa	[31][32][33]
Diámetro de la fibra	Reducido a 10-15 μm	[31]
Estabilidad térmica	Estabilidad térmica mejorada	
Cristalinidad	Estructura cristalina mantenida	
Rendimiento	Alto rendimiento, p. ej. 89.37 de celulosa	[33]

El tratamiento secuencial con NaClO y peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) implica el uso de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en un medio alcalino, optimizando así la purificación de la celulosa mediante la eliminación de residuos de lignina y hemicelulosa. La acción oxidativa del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en estas condiciones contribuye de manera efectiva a la descomposición de las impurezas remanentes.

El grado de polimerización de la celulosa puede reducirse mediante su reacción con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, se han hecho estudios para diferenciar entre el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> que se descompone y aquel que oxida a la celulosa. En una condición alcalina el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> se disocia a formar un ion perhidroxilo HO<sub>2</sub><sup>-</sup> como se muestra mediante la siguiente reacción:



Se han llevado a cabo experimentos a un pH alcalino y una temperatura de 80°C para analizar la correlación entre el consumo de oxígeno y el incremento en la formación de grupos funcionales oxidados. Los resultados mostraron un aumento progresivo en la presencia de grupos carbonilo, aldehídos y cetonas. La oxidación predominante condujo a la formación de grupos cetónicos, los cuales se localizan principalmente en la posición C3 de la estructura de la glucosa. Además, se observó que los grupos cetónicos generados corresponden a carbonilos inactivos, lo que implica que no participan en reacciones de escisión de la cadena polimérica [34] [35].

En una solución alcalina, el H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> oxida la celulosa a través de la formación del radical perhidroxilo, actuando principalmente sobre los átomos de carbono C2 y C3, como se ilustra en la Figura 12 y se respalda en estudios previos [34].

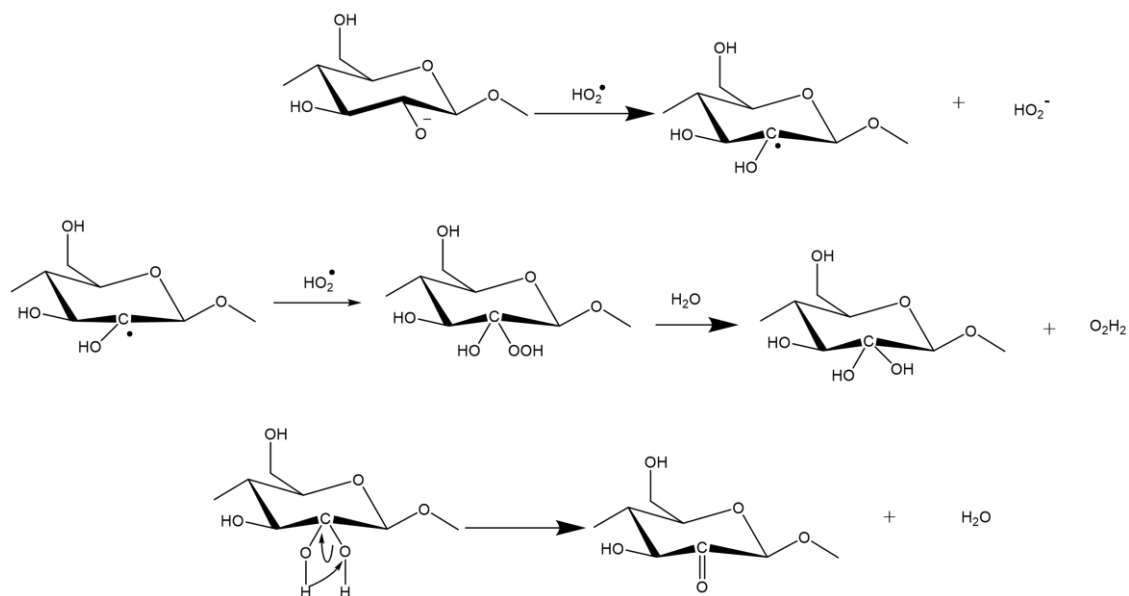


Figura 12. Oxidación alcalina de la celulosa por el radical perhidroxilo en los átomos de carbono C2 y C3 [34].

La obtención de nanofibras de celulosa (NFCs) requiere inicialmente un pretratamiento químico para el aislamiento de fibras celulósicas. Las nanofibras se producen por la fragmentación de las fibras celulósicas, permitiendo separar las regiones cristalinas de las amorfas. El aislamiento puede realizarse a partir de materias primas celulósicas utilizando procesos de hidrólisis ácida o básica, bajo condiciones controladas.

En 2010, se investigó la preparación y las propiedades estructurales de la nanocelulosa con morfologías de varillas, esferas y redes. La nanocelulosa fue obtenida a partir de celulosa de papel filtro Whatman Q2, sometida a una reacción de hidrólisis ácida utilizando  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a  $45^\circ\text{C}$  durante una 1 hora. Posteriormente las muestras fueron secadas por liofilización, lo que indujo la formación de una estructura mesoporosa con un ancho promedio de poro de  $91.99 \pm 2.57 \text{ \AA}$  y un área superficial de  $13.362 \text{ m}^2/\text{g}$  [36].

Se ha preparado nanocelulosa a partir de papel filtro mediante hidrólisis con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y la aplicación simultánea de ultrasonidos y microondas (técnica SUMAT). Bajo condiciones optimizadas (concentraciones de 47%, 50% y 53% w/w, temperaturas de  $67^\circ\text{C}$ ,  $70^\circ\text{C}$  y  $73^\circ\text{C}$ , y tiempos de reacción de 1h, 1.5 h y 2h), se

obtuvieron NCC con un ancho menor a 100 nm. Se determinó que el efecto sinérgico del ultrasonido y las microondas intensifica la hidrólisis acida y mejora la producción de nanocelulosa [37]. En 2016, se analizaron los efectos del tratamiento ultrasónico durante la hidrólisis acida sobre el rendimiento, tamaño de partícula y estructura de los nanocristales de celulosa obtenidos de papel filtro. Los resultados del análisis estadístico mostraron que el tratamiento con ultrasonidos promueve un aumento en los rendimientos de NCC [38].

La optimización de la obtención de nanocristales de celulosa (NCC) a partir de celulosa microcristalina (MCC) mediante hidrólisis acida con  $H_2O_2$ . Se ha evaluado con el efecto de la concentración de ácido, el tiempo de hidrólisis, la temperatura y el tratamiento ultrasónico. En una concentración de 63.5% (w/w) de  $H_2SO_4$ , a 45 °C durante 2 horas, se obtuvieron NCC con longitudes de 200-400 nm, ancho de 10 nm y un rendimiento del 30% en peso [39].

Estudios revelan que para llevar a cabo el aislamiento y caracterización estructural de la nanocelulosa y nanocristales de celulosa, se realiza mediante un proceso secuencial de pretratamientos. A partir de residuos de paja de ajo se obtuvieron nanocristales de celulosa mediante una deslignificación con NaOH al 2% durante 12 horas, seguida de un blanqueamiento con  $NaOCl_2$  a 80°C durante 2 horas. Posteriormente, se efectuó una hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  al 65 % a 45°C durante 40 minutos y se purificó el material obtenido mediante centrifugación, diálisis (4-5 días) y sonicación. Los resultados indicaron un aumento significativo en el índice de cristalinidad, que paso de 37.4% en la materia prima inicial a 68% después del tratamiento [40].

Algas de sargazo se sometieron a dos procesos de hidrólisis, una básica y otra acida, con los que aumento el aislamiento de celulosa de  $25.7 \pm 0.42\%$  a  $34.05 \pm 0.39\%$  después de la primera hidrólisis y a  $90.15 \pm 0.44\%$  posterior a la segunda. La reducción al tamaño de nanocelulosa se realizó utilizando una punta ultrasónica [21].

## Análisis bibliométrico

Se realizó una búsqueda en Scopus para conocer el desarrollo de la nanocelulosa a partir del sargazo, revelando un creciente interés en el uso de la nanocelulosa (NFCs) y los nanocristales de celulosa (NCC). Además, se observa una tendencia en la investigación sobre el desarrollo, aplicaciones potenciales y mejorar sus métodos de producción. Por ejemplo, la nanocelulosa se ha destacado como un biopolímero atractivo para desarrollar una novedosa plataforma de bioproductos híbridos funcionales, útiles como materia prima para el reemplazo de polímeros y materiales de origen sintético o fósil. En la búsqueda, utilizando “Nanocellulose from sargassum”, arrojé trece documentos incluyendo artículos, resumen de conferencias y capítulos de libros. El análisis se llevó a cabo con el Software VOSviewer donde se incluyen 3 clústeres como se ilustra en la Figura 13.

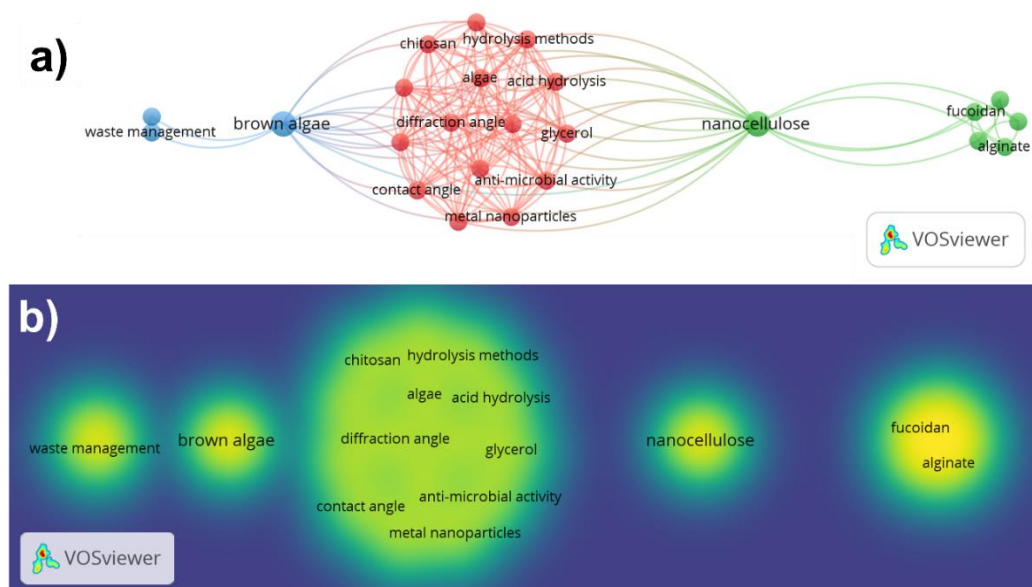


Figura 13. Análisis bibliométrico de la nanocelulosa a partir de sargazo a) *Network Visualization* y b) *Density Visualization*.

## Capítulo 3. Metodología

### Materiales y reactivos

Ácido Acético Glacial ACS ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Fermont; Ácido Fórmico ( $\text{CH}_2\text{O}_2$ ) 95% grado reactivo, Karal; Hipoclorito de Sodio ( $\text{NaClO}$ ) 10-13% grado técnico, Reactivos Golden Bell; Peróxido de Hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) 30 wt. %, Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 95-98% RA/ACS, Tubo de diálisis de membrana de celulosa, tamaño: 33 mm x 21 mm con Peso Molecular de corte (PMC) típico = 14000, Celulosa microcristalina, 20  $\mu\text{m}$  (polvo de celulosa, fibras cortas de algodón), CAS-No.9004-34-6; Sigma Aldrich. El sargazo se obtuvo mediante colaboración con el Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable UAEM – UNAM (CCIQS).

### Equipos de trabajo y caracterización

- Procesador ultrasónico; modelo CP505, Potencia 500 watts, frecuencia. 20 kHz, Voltaje 120 VAC~50/60 Hz, Cole Parmer Instruments Vernon.
- Centrifuga; CL 2 (RPM X 1000), *Thermo Scientific*.
- Microscopio Óptico *Motic. SMZ-171-TLED. Images Plus 3.0 ML*.
- Microscopio de luz polarizada ECLIPSE Ci POL, *Imaging Software NIS Elements Versión 4.30*
- Equipo IR *Spectrum Two* acoplado con ATR.
- Microscopio Electrónico de Barrido: *FEI-ESEM QUANTA FEG-250*.
- Microscopio Electrónico de Barrido: *FEI-FIB Dual Beam Helios Nanolab 600*.
- Difractómetro de Rayos X – *SmartLab RIGAKU*

#### **FEI – ESEM QUANTA FEG-250.**

En el Microscopio Ambiental o *Environmental Scanning Electron Microscope* (ESEM, por sus siglas en inglés) se realizó el análisis morfológico de las muestras de celulosa microcristalina del material de referencia (MC-Aldrich), del blanco de sargazo (RA, RB y RC), de las NFCs de sargazo de la Ruta A (NFCs-RA) y de las NFCs-Aldrich, así como el análisis de composición elemental de RA, RB y RC, de MC-Aldrich, NFCs-Aldrich y de las NFCs-RA, RB y RC. Es un equipo FEG que

genera un haz de electrones mediante un cristal de tungsteno (W) sometido a una diferencia de potencial.

### **FEI – FIB Dual Beam Helios Nanolab 600**

En el microscopio electrónico *FEI – FIB Beam Helios Nanolab 600* se realizó el análisis morfológico de las NFCs de RA, RB y RC, es un microscopio que opera en condiciones de alto vacío, lo que requiere que las muestras analizadas sean conductoras y estén libres de humedad. Este equipo proporciona una resolución nominal de 0.9 nm, permitiendo la observación precisa de estructuras nanométricas.

### **Preparación de la muestra para SEM**

En el análisis de celulosa nanocristalina mediante SEM, la muestra se dispersó en etanol y se colocó en tres tipos de sustrato: cinta de carbono, placa de silicio y rejilla de cobre recubierta de carbono. Los resultados revelaron que las longitudes y anchos de la celulosa nanocristalina oscilaban entre 300-600 nm y 40-60 nm, respectivamente. Se observó que la dispersión en etanol es un factor importante para determinar la claridad de las micrografías obtenidas [41].

En esta investigación, con el objetivo de evitar cambios químicos y morfológicos en la muestra, se utilizó como único sustrato un pin de aluminio pulido a espejo para proporcionar un contraste óptimo, como se observa en la Figura 14. Una vez que la muestra ha sido colocada se deja secar durante 24 h, posteriormente el pin fue recubierto con una capa de oro utilizando el equipo Cressington Sputter Coater 108 auto, operando a 40 mA durante 30 segundos y una presión de 44 mbar.



Figura 14. Preparación del sustrato (pines de aluminio) pulido a espejo.

## **Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)**

El análisis por FTIR fue realizado en un equipo *IR Spectrum Two* acoplado con ATR, se adquirieron los espectros a temperatura ambiente, con 64 escaneos, con una ventana de 500 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  y 2  $\text{cm}^{-1}$  de resolución. A medida que los enlaces químicos de una molécula atraviesan procesos de estiramiento y flexión absorben energía en el espectro infrarrojo, lo que da lugar a la aparición de un espectro infrarrojo característico.

## **Difracción de Rayos X (XRD)**

El análisis de XRD se realizó a las tres rutas para obtener NFCs-RA, RB y RC, además del material de referencia (NFCs-Aldrich) se llevó a cabo en el equipo Smartlab RIGAKU, con una fuente de radiación de  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$ ), las condiciones de medición fueron las siguientes: 10-90° en 2 theta, tamaño de paso de 0.01, velocidad de 0.1°/s.

## **Desarrollo experimental**

En la Figura 15 se describe el procedimiento general, para el aislamiento de nanofibras de celulosa (NFCs) a partir del sargazo mediante tres rutas designadas como A, B y C. Como nomenclatura inicial, se establece que el sargazo sin tratamiento previo que altere sus propiedades químicas o morfológicas se designa como RA, RB y RC, correspondientes al blanco de sargazo de cada ruta.

### **Etapas 1: Lavado de Sargazo**

El lavado de sargazo consistió en que 200 g de sargazo fueron tratados con 900 mL de agua desionizada debido a que se realizaron 3 lavados cada uno con 300 mL. Posteriormente el sargazo se dejó secando en un horno de convección forzada a 50°C durante 12 horas. De ahí se tomó muestra para las rutas B y C, denominados como RB-1 y RC-1, respectivamente.

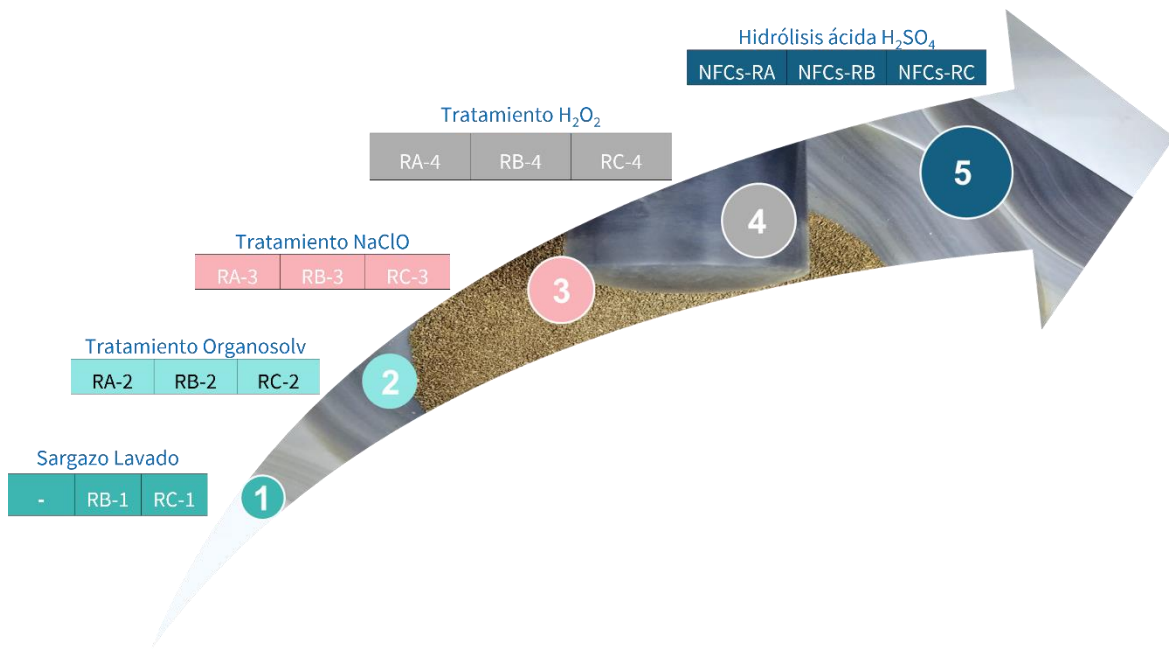


Figura 15. Proceso general para la obtención de NFCs del sargazo mediante tres rutas.

En la Tabla 5 se muestra de manera general la clasificación y la nomenclatura de los tratamientos utilizados para aislar Nanofibras de Celulosa a partir del sargazo.

Tabla 5. Clasificación y nomenclatura de los tratamientos utilizados para aislar NFCs.

Nomenclatura	Tratamiento	Masa inicial (g)	Relación solución - sólido (mL/g)	Temperatura (°C)	Tiempo de reacción (h)
RA-2	CH <sub>3</sub> COOH–Agua (90/10, v/v)	10			
RB-2	CH <sub>3</sub> COOH–Agua (90/10, v/v)	20	20:2	85	4
RC-2	CH <sub>2</sub> O <sub>2</sub> –CH <sub>3</sub> COOH–Agua (30/60/10, v/v/v)	20			
RA-3		6.5		-	
RB-3	NaClO 10 % (v/v)	17	10:1	-	2
RC-3		15		-	
RA-4		2			2
RB-4	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%	8	20:1	100	5
RC-4		5			5
NFCs - RA		0.5			
NFCs - RB		1			
NFCs - RC	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 40 %	0.7	20:1	45	3
NFCs - Aldrich		0.5			

## Etapa 2: Tratamiento organosolv

En trabajos previos se ha identificado la presencia de compuestos similares a la lignina, celulosa y moléculas de bajo peso molecular en el sargazo proveniente del Caribe mexicano [13]. En este estudio, se llevaron a cabo tres reacciones químicas con solventes orgánicos siendo ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), ácido fórmico ( $\text{CH}_2\text{O}_2$ ) y agua en diferentes proporciones con el objetivo de evaluar la transformación del sargazo a NFCs, el tratamiento también se conoce para aislar lignina tipo organosolv [27] de manera general se aprecia en la Figura 16. Para la primera reacción (RA-2), se preparó una solución de  $\text{CH}_3\text{COOH}$ - $\text{H}_2\text{O}$  en una proporción 90/10 (v/v). En esta solución, se introdujeron 10 g de sargazo sin lavado previo. En la segunda reacción (RB-2) se utilizó la misma solución de reacción, pero se emplearon 20 g de sargazo previamente lavado. Ambas reacciones se llevaron a cabo bajo las siguientes condiciones: temperatura de  $85^\circ\text{C}$ , y tiempo de reacción de 4 horas, y una relación solución-sólido de 20:2 mL/g. Durante este proceso se mantuvo una agitación constante de 600 rpm. Al finalizar cada reacción, el material sólido resultante fue sometido a lavados continuos hasta alcanzar un pH cercano a 7. Posteriormente, el material fue secado a aproximadamente  $70^\circ\text{C}$  durante 24 h en un horno de convección forzada para eliminar la humedad residual. Para la tercera reacción (RC-2) se preparó una solución compuesta por  $\text{CH}_2\text{O}_2$ - $\text{CH}_3\text{COOH}$ - $\text{H}_2\text{O}$  en una proporción de 30/60/10 (v/v/v). En esta solución se incorporaron 20 g de sargazo lavado, manteniendo las mismas condiciones experimentales que en las reacciones anteriores.

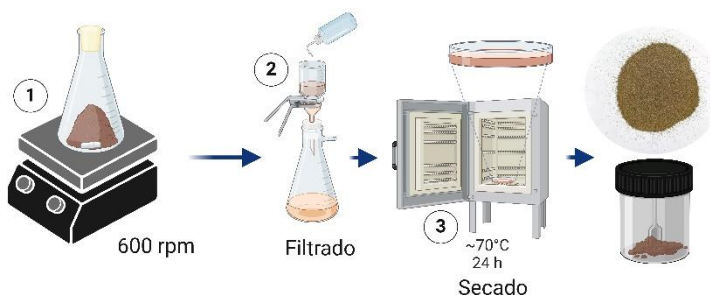


Figura 16. Tratamiento organosolv descrito como RA-2, RB-2 y RC-2.

### Etapa 3: Tratamiento con NaClO.

En el presente estudio se realizan dos procesos oxidativos, en el primero, se utiliza hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) que es un agente oxidante empleado en el blanqueamiento de celulosa, en concentraciones entre 10-13% aplicando temperatura. Además, se seleccionó debido a su capacidad de minimizar la formación de precipitados de calcio ( $\text{Ca}$ ). En esta oxidación, se omitió el uso de temperatura adicional como medida de optimización y se identifica con las nomenclaturas RA-3, RB-3 y RC-3. Se hizo reaccionar cada una de las muestras tratadas en el sistema organosolv, con  $\text{NaClO}$  al 10% v/v bajo agitación constante a 600 rpm durante 2 h posterior al tratamiento aplicado al remanente, se realizan lavados continuos hasta obtener un pH cercano a 7. Finalmente, se lleva un proceso de secado aproximadamente a  $70^\circ\text{C}$  como se observa en la Figura 17.

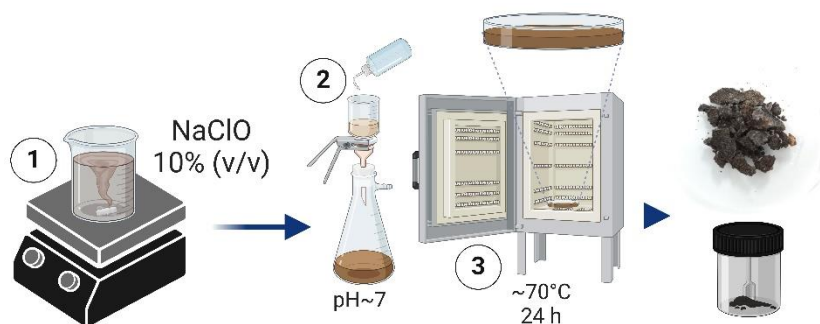


Figura 17. Primer tratamiento oxidativo con  $\text{NaClO}$

### Etapa 4: Tratamiento con $\text{H}_2\text{O}_2$

La segunda oxidación se llevó a cabo debido a que en estudios se ha encontrado que el peróxido de hidrogeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) genera un aislamiento efectivo de celulosa [42][43] y se describe como RA-4, RB-4 y RC-4.

El tratamiento con  $\text{H}_2\text{O}_2$  se llevó a cabo a  $100^\circ\text{C}$  en una concentración del 30% para la muestra RA-4 el tiempo de reacción fue de 2 h la cual presentó un cambio de coloración hacia un tono amarillo después del secado, para las muestras RB-4 y RC-4 se aumentó el tiempo de reacción a 5 h, posterior al secado, ambas muestras presentaron una apariencia distinta, ilustrada Figura 18 respectivamente.

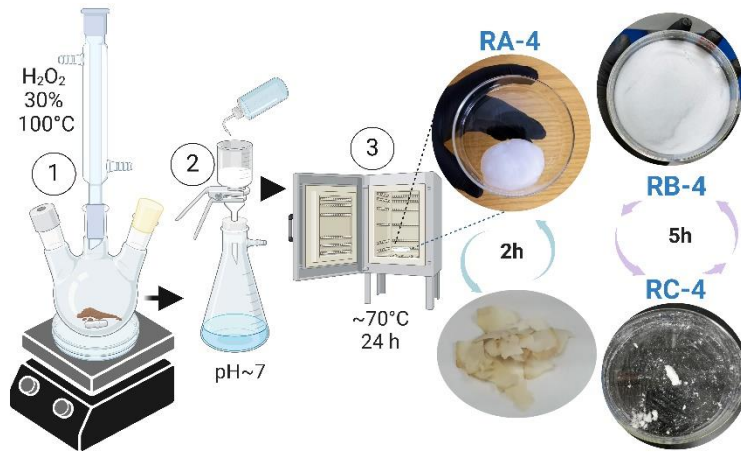


Figura 18. Tratamiento con  $H_2O_2$  y apariencia tras secado

### **Etapas 5: Hidrólisis ácida con $H_2SO_4$**

Finalmente, un tratamiento con  $H_2SO_4$  manifiesta un efecto sobre la cristalinidad de la celulosa [44] entonces se llevó a cabo una hidrólisis ácida a las tres rutas previamente descritas, identificadas con las nomenclaturas NFCs-RA, NFCs-RB y NFCs-RC. Aislar nanofibras de celulosa (NFCs) consiste en hacer reaccionar la muestra recuperada del segundo proceso oxidativo, con  $H_2SO_4$  al 40% a una relación 20:1 (mL/g) a  $45^\circ C$  durante 3 h. Adicionalmente, se prepararon nanofibras de celulosa utilizando celulosa microcristalina de Sigma Aldrich, lo que permitió establecer un proceso comparativo con las rutas experimentales, las condiciones experimentales se describen en la Figura 19.

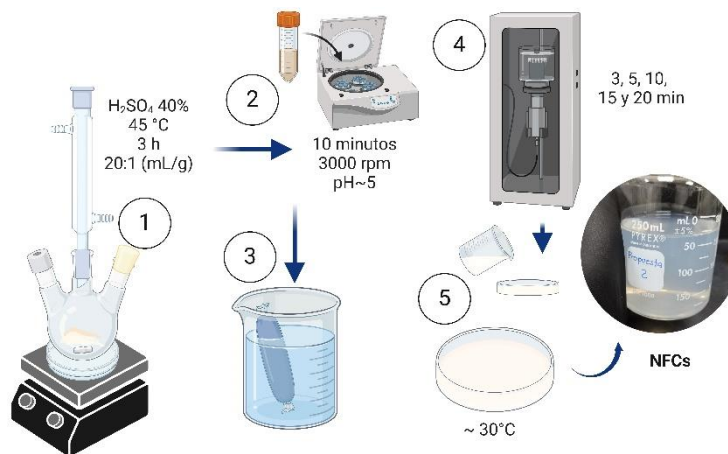


Figura 19. Proceso de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  para obtener NFCs a partir de sargazo.

## Capítulo 4. Propiedades y caracterización del sargazo a NFCs-RA, RB y RC

### Microscopía Óptica al blanco de sargazo

El tamaño de partícula del blanco de sargazo (RA, RB y RC) fue evaluado después del proceso de pulverización utilizando un mortero de ágata, con el objetivo de determinar el valor promedio de las partículas resultantes. En la Figura 20 se observan las partículas de sargazo en diferentes tamaños, las imágenes fueron capturadas a través de un microscopio óptico de la marca *Motic Image Plus 3.0*. En la Figura 20 a), las partículas más grandes tienen un tamaño aproximado de 615 micras, mientras que en la Figura 20 b) se aprecia una distribución de partículas más pequeñas, con un tamaño promedio de 225 micras. Para medir el tamaño de las partículas, se utilizó el software ImageJ aplicando un contraste de imagen como se ilustra en las figuras c) y d).

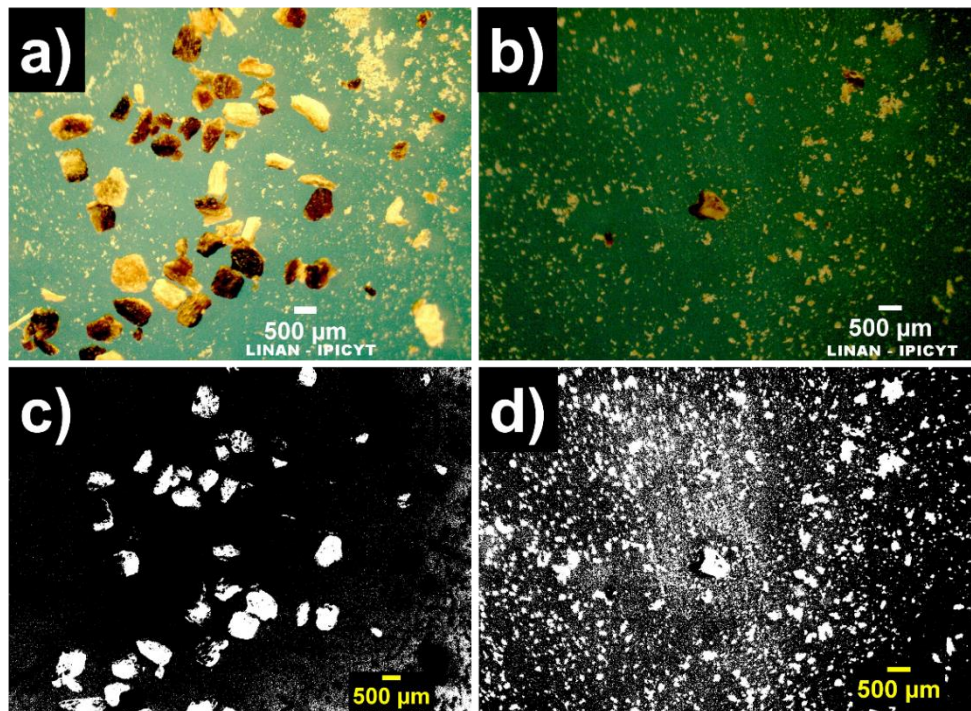


Figura 20. Blanco de sargazo: a) y c) partículas de aproximadamente 615  $\mu\text{c}$  y su contraste; b) y d) partículas de 225  $\mu\text{m}$  y su contraste, respectivamente.

El ajuste de contraste en ImangeJ permite procesar imágenes y calcular el tamaño promedio de las partículas. Como se observa en la Figura 21, las partículas de mayor tamaño tienden a seguir una distribución de Lorentz, con un tamaño aproximado de 615 micras.

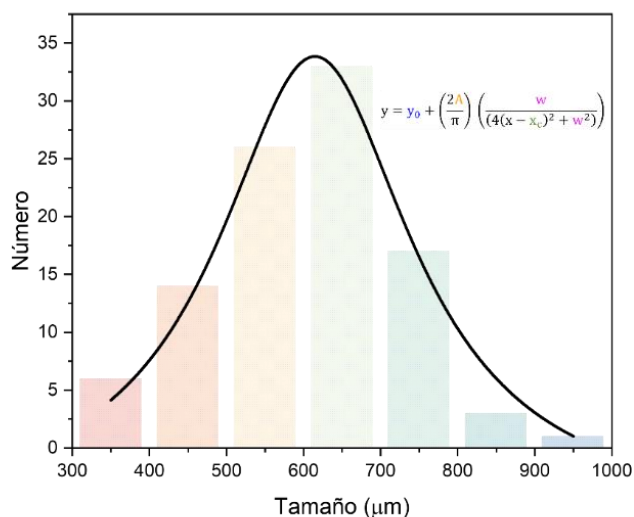


Figura 21. Análisis de tamaño y distribución de partículas de sargazo mediante contraste.

### **Microscopía Óptica a la celulosa microcristalina**

Como se mencionó anteriormente, el presente trabajo realizó una comparación de la celulosa obtenida del sargazo con una referencia de celulosa microcristalina de 20 µm. La celulosa de referencia fue observada con el microscopio óptico de la marca *Motic Image Plus 3.0*, como se muestra en la Figura 22 a), se identificaron aglomerados con tamaños superiores a 20 µm, que también fueron observados a través del microscopio óptico de luz polarizada b). Por esta razón, se procede a realizar la síntesis de hidrólisis ácida para optimizar el material y garantizar su homogeneidad.

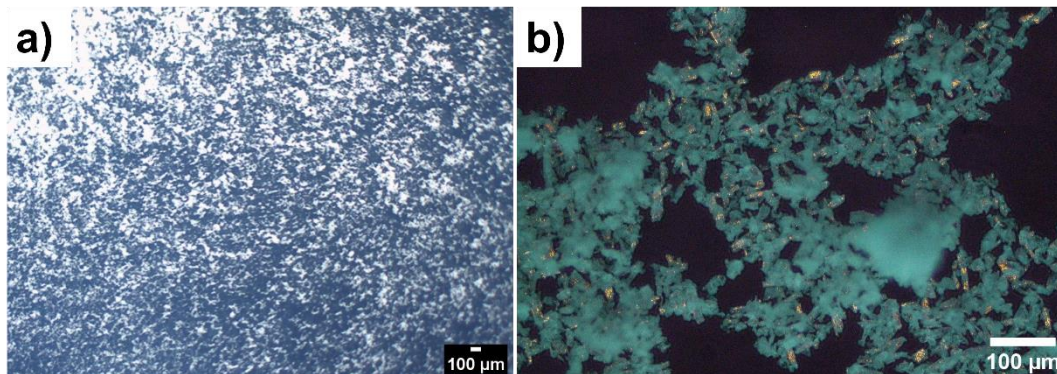


Figura 22. Celulosa microcristalina con aglomerados; a) M. Óptica y b) M. luz polarizada

### Microscopía de luz polarizada a las NFC-Aldrich

La preparación de la muestra consistió en tomar una gota de cada suspensión de NFCs obtenida mediante las diferentes rutas y colocarla en un portaobjetos. Posteriormente, se dejó secar durante 24 horas para su observación en estado sólido. La muestra seca se colocó en un microscopio con dos filtros polarizados cruzados, lo que permitió observar variaciones en sus propiedades anisotrópicas, como se observa en la Figura 23, que muestran imágenes de la nanocelulosa de Aldrich con aumentos de a) 10X y b) 20X. Estas propiedades, inherentes a la nanocelulosa, mejoran de manera significativa su funcionalidad y amplían su aplicación en diferentes campos.

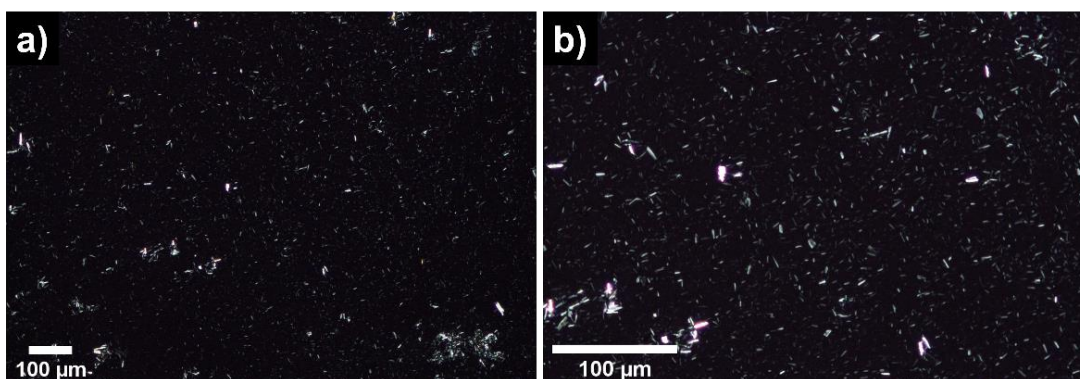


Figura 23. NFCs-Aldrich a) 10X y b) 20X

### Microscopía de luz polarizada a NFCs-RA, RB y RC

La birrefringencia, evidenciada como colores brillantes o patrones específicos debido a la orientación de las nanofibras de celulosa a partir del sargazo. En la

Figura 24 se muestran imágenes de las NFCs observadas a dos aumentos. Para las NFCs-RA, se presentan capturas a 10X (a) y 20X (b). Las NFCs-RB, muestran vistas a 10X (c) y 20X (d). Finalmente, para las NFCs-RC, se observan capturas a 10X (e) y 20X (f). El aprovechamiento de la anisotropía de la nanocelulosa, en resistencia, rigidez y propiedades ópticas, permite aplicaciones en fotónica, optoelectrónica flexible y la impresión 3D, donde la orientación de las fibras optimiza las propiedades mecánicas [45][46]. Es importante desarrollar métodos eficientes para el secado de NFCs a gran escala. Entre las técnicas disponibles, el secado por liofilización destaca por su capacidad de preservar la estructura y funcionalidad, aumentando su área superficial, esta técnica presenta limitaciones, como la aglomeración de nanofibras y elevados costos operativos [44].

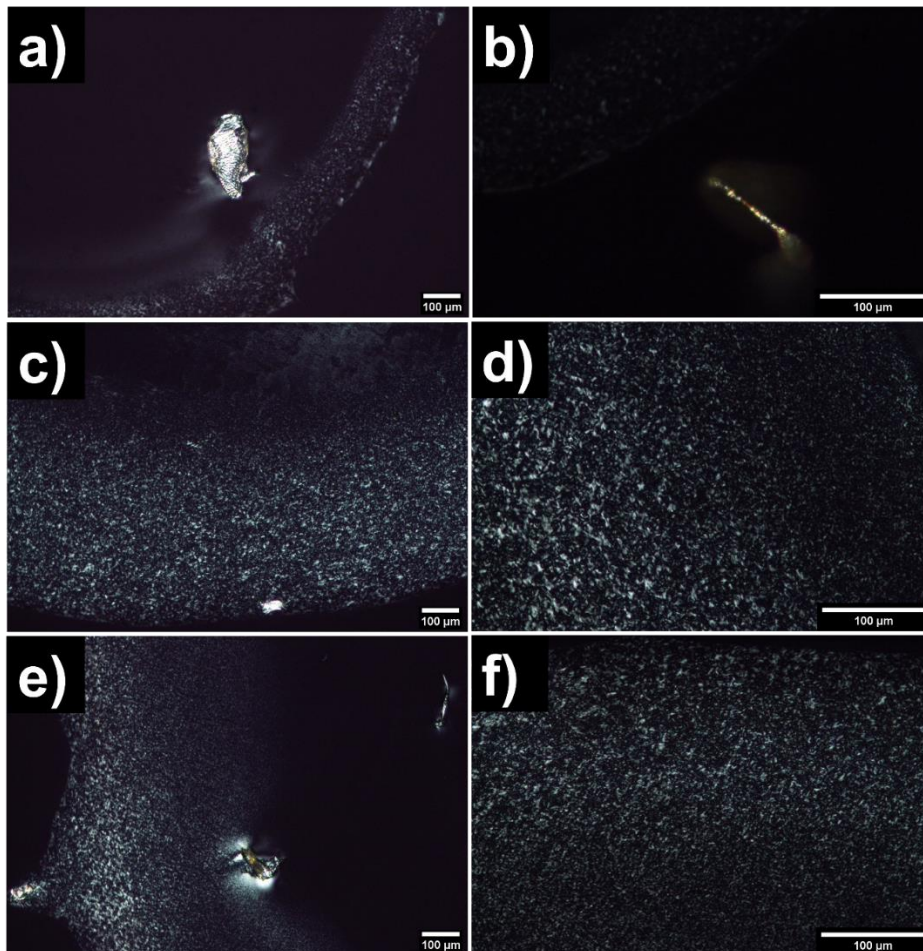


Figura 24. Nanofibras de sargazo a 10X (a, c y e) y 20X (b, d y f) de las rutas RA, RB y RC respectivamente.

## Microscopia Electrónica de Barrido - Blanco de sargazo

El análisis morfológico al blanco de sargazo se llevó a cabo en el microscopio electrónico de barrido *FEI-ESEM QUANTA FEG-250* las micrografías obtenidas por SE se exhiben en la Figura 25 inciso a y c donde se observa que las partículas no presentan una morfología definida y su distribución parece en capas. Sus correspondientes imágenes de BSE se muestran en la misma figura incisos b y d obtenidas a 10 kV a 10 000X.

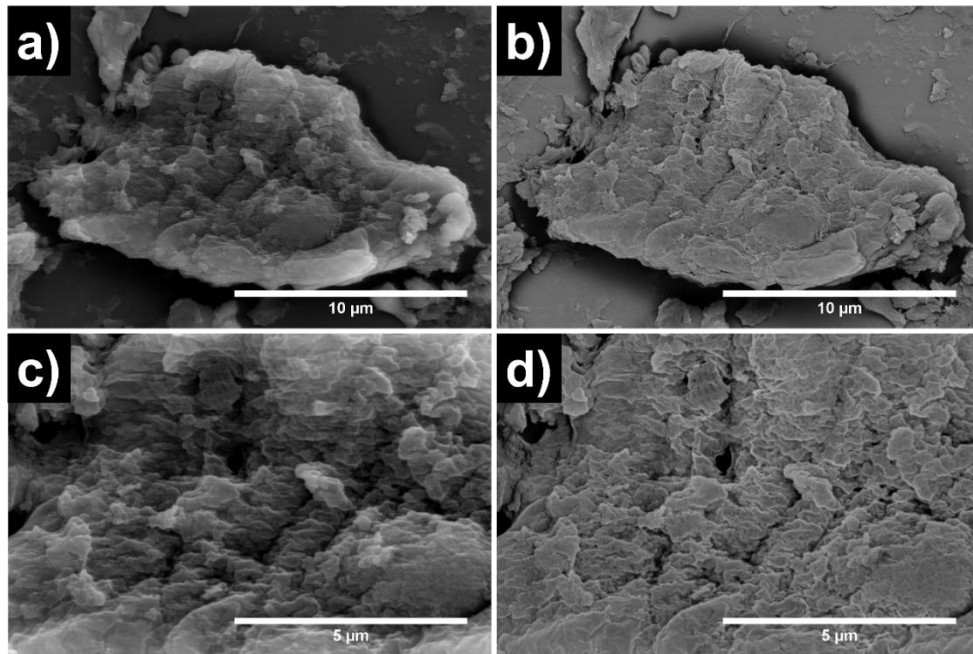


Figura 25. Micrografías del blanco de sargazo (RA, RB y RC)

En la figura 26 se muestra el análisis de EDS obtenido en la de la Figura 25d donde se observa un alto contenido de carbono (C) y oxígeno (O) con un porcentaje de error menor al 10 % el contenido de cloro (Cl) y sodio (Na) puede ser atribuido a que el sargazo no fue lavado para el análisis. El potasio (K) y el calcio (Ca) tiene un porcentaje de error mayor al 10% por lo que a veces se puede atribuir a contaminación del ambiente, no obstante, estos últimos elementos tienen una probabilidad alta de estar en el agua del mar debido a su fácil formación de sales (NaCl).

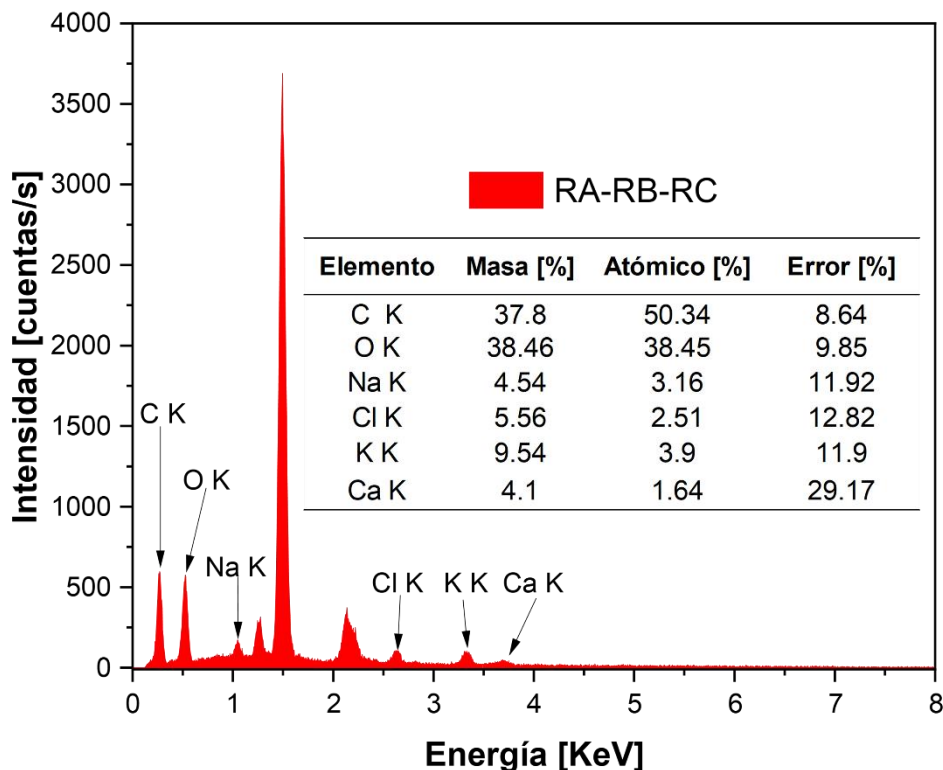


Figura 26. Espectro EDS del blanco de sargazo

### Microscopia Electrónica de Barrido - Celulosa Microcristalina

El presente estudio tiene como objetivo comparar la celulosa y las NFCs obtenidas a partir del sargazo con una celulosa de referencia. Para ello, en la Figura 27 se presenta la morfología de la celulosa microcristalina de referencia adquirida de Sigma-Aldrich (MC–Aldrich). Esta celulosa de referencia cuenta con un tamaño de partícula de 20  $\mu\text{m}$ . Las micrografías obtenidas mediante SE se presentan en las figuras a) y c), mientras que sus imágenes correspondientes capturadas por BSE se encuentran en b) y d), respectivamente. Las micrografías a) y b) se encuentran a una magnificación de 5 000 X, mientras que c) y d) están a 20 000 X. Las imágenes muestran que el material analizado corresponde a celulosa aglomerada, sin una morfología definida. Dado que esta referencia resulta inadecuada para la comparación con las NFCs, se decidió llevar a cabo también la síntesis de NFCs, utilizando esta misma referencia.

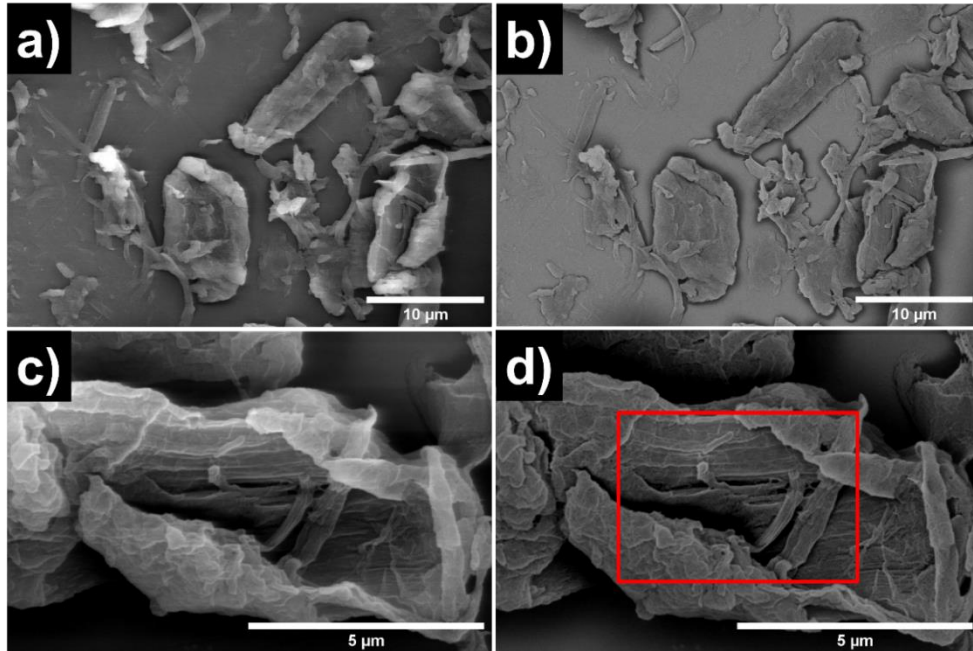


Figura 27. Celulosa Microcristalina 20 µm, SE (a y c) y BSE (b y d) obtenidas a 10 kV

En la Figura 28 se presenta el análisis por EDS correspondiente a la zona delimitada por el recuadro rojo en la Figura 27 d). En esta misma figura se incluye el análisis semicuantitativo de los elementos identificados en dicha región.

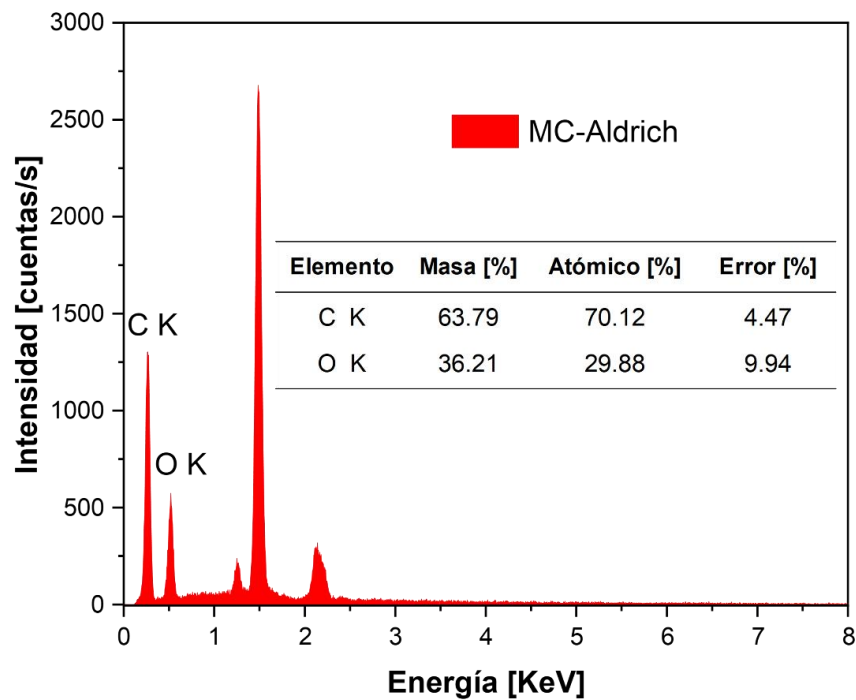


Figura 28. Análisis EDS y composición semicuantitativa de la región destacada en la Figura d).

## Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-Sigma Aldrich

En la Figura 29 se realizó el análisis morfológico de las NFCs-Sigma Aldrich el inciso a) corresponde a SE y b) BSE las micrografías fueron obtenidas a 10 kV a 10 000 X como se puede observar la celulosa microcristalina fue separada y se logran apreciar las fibras en el inciso c) también se realizó el análisis por EDS donde se observa un alto contenido en C y O, no obstante también existen otros elementos que se encuentran en el agua de consumo, suministrada al centro de investigación debido a que se planteó la optimización de agua desionizada.

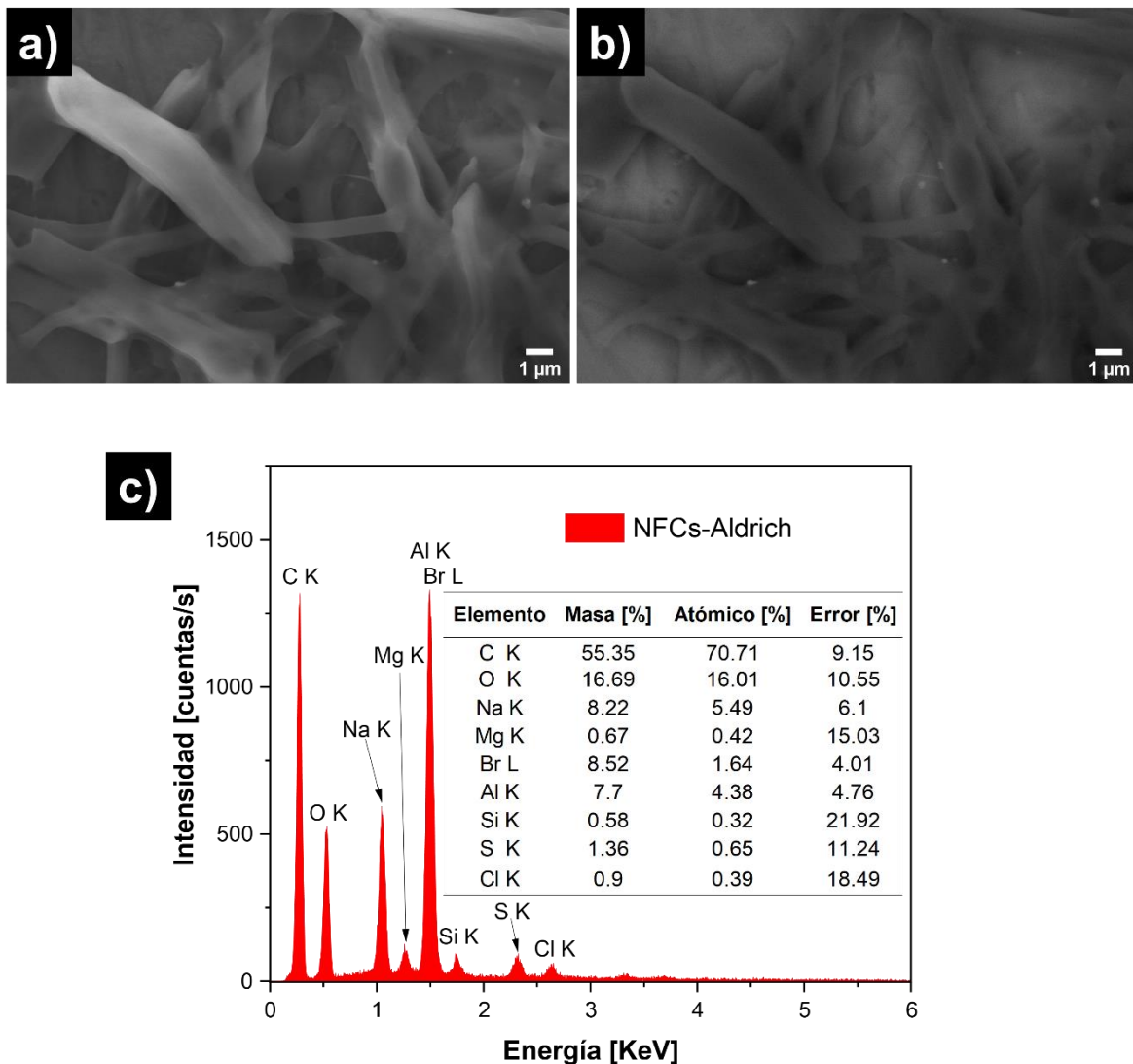


Figura 29. Análisis morfológico y composición elemental de las NFCs-Aldrich.

## Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RA

En la Figura 30 se realizó el análisis morfológico de las NFCs-RA a través del microscopio electrónico *FEI-ESEM QUANTA FEG 250* las NFCs-RA (a y c) SE y (b y d) BSE obtenidas a 10 kV a 10 000 X, donde se puede observar un tapete debido a que se encontraban aglomeradas, por ello se procede a ser observadas en un microscopio de mayor resolución. Esta distribución se debe a un comportamiento de autoensamblaje durante el secado, lo que conduce a la formación de estructuras ordenadas.

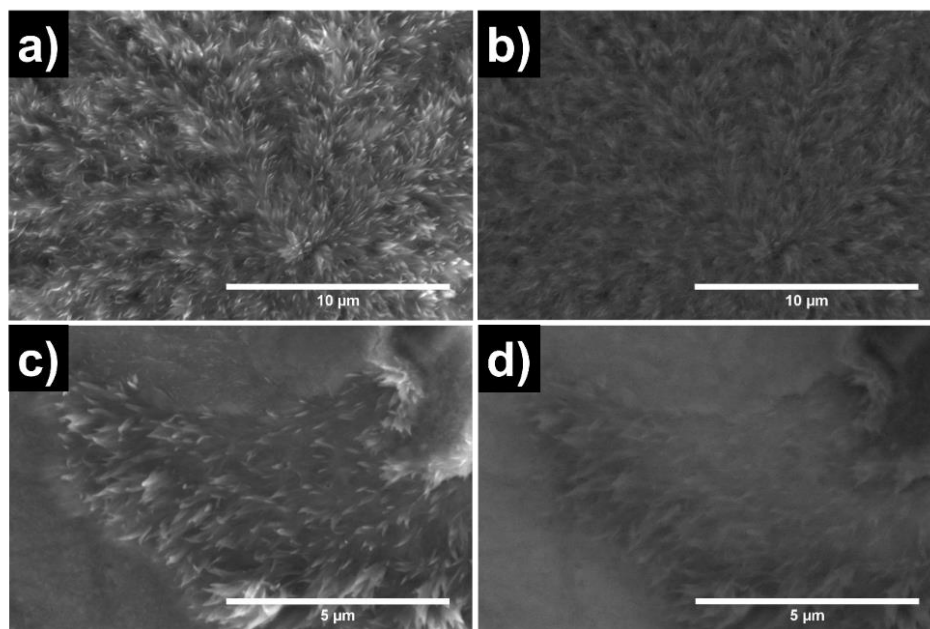


Figura 30. Análisis morfológico de las NFCs-RA mediante FEI-ESEM QUANTA FEG 250

La alta concentración de NFCs-RA observada en la Figura 30 se debe a que se depositó una gota del material final sobre un pin de aluminio pulido tipo espejo. Para mejorar la preparación de la muestra, se diluyó una gota de NFCs-RA en 20 mL de agua desionizada, y esta muestra fue utilizada para su caracterización mediante el microscopio *Helios Nanolab 600*. La alta resolución del equipo permitió definir con precisión el diámetro de las NFCs. En la Figura 31 se muestra la distribución y el diámetro de algunas NFCs-RA, obteniéndose un diámetro promedio de aproximadamente 77 nm.

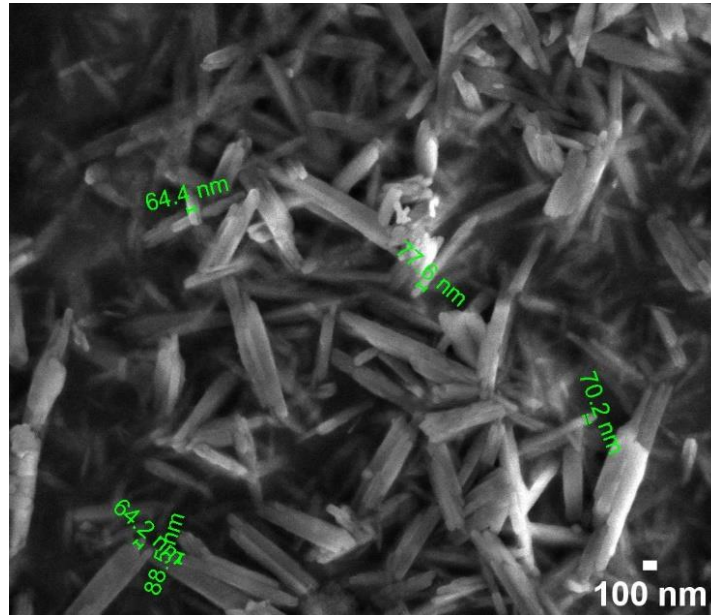


Figura 31. Distribución y diámetro de NFCs-RA caracterizadas por SEM

En la Figura 32 se observa la morfología de las nanofibras de celulosa con el microscopio electrónico *Helios Nanolab 600* a diferentes aumentos. La adecuada preparación de la muestra es fundamental para una caracterización precisa de NFCs.

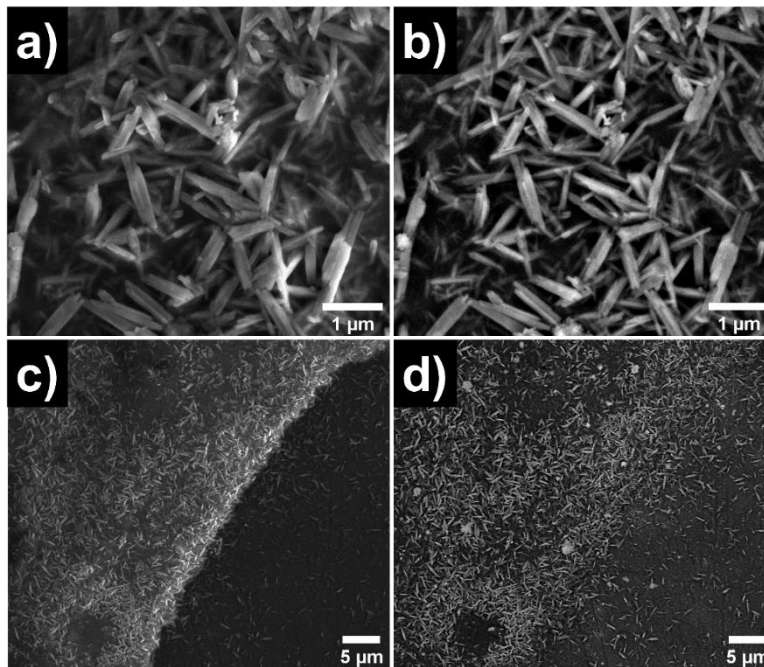


Figura 32. NFCs-RA (a y c) SE y (b y d) BSE. Obtenidas a 5 kV a 20 000 X (a y b) y 2 500 X a 5 kV (c y d).

El análisis EDS para las NFCs-RA se aprecia en la Figura 33, donde, además del alto contenido de C y O también hay otros elementos presentes en el agua de consumo. Por ello, se optó porque, en las siguientes rutas (RB y RC) se use agua desionizada para eliminar la contaminación o, bien, comprobar que las nanofibras pueden realizar un injerto químico.

Cabe señalar que en el caso de las NFCs-RA no se realizó un lavado previo, lo que podría explicar la presencia de contaminantes como sodio (Na) y silicio (Si), posiblemente atribuibles a sales residuales incrustadas en la biomasa. Por otro lado, el contenido de aluminio (Al) detectado en todas las muestras se debe al pin de aluminio utilizado como soporte para la colocación de las NFCs.

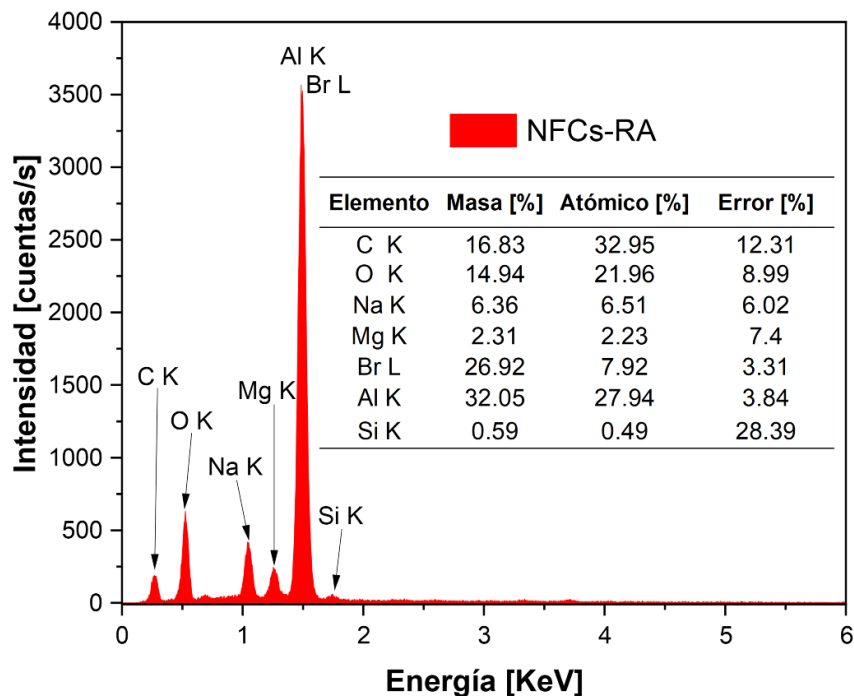


Figura 33. Análisis EDS de las NFC-RA: composición elemental y efecto del agua de consumo.

### Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RB

Se obtuvieron micrografías de las NFCs-RB Figura 34, donde (a y c) corresponde a SE y (b y d) a BSE. Las imágenes fueron obtenidas a 5 kV a 25 000 X (a y b) y 50 000 X a 5 kV (c y d). La morfología observada indica que se lograron aislar NFCs con diámetros menores a 100 nm. Sin embargo, se requiere una menor concentración de muestra depositada en los pines para facilitar la medición precisa

de los diámetros. Asimismo, se sugiere la preparación de la muestra sobre una rejilla adecuada para su caracterización por SEM o mediante Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM), con el fin de elucidar con mayor precisión la morfología y tamaño de las NFCs en RB y RC.

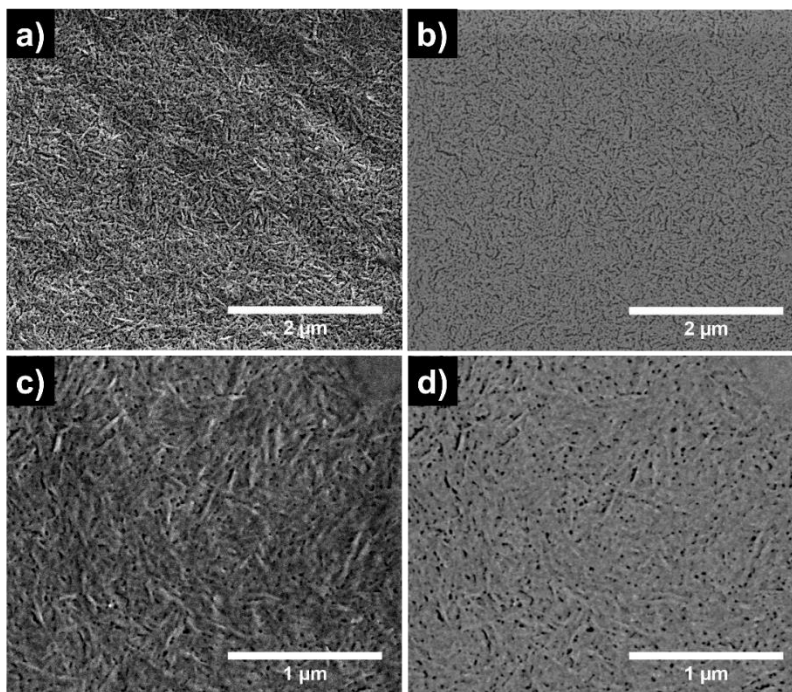


Figura 34. Micrografías SEM de las NFCs-RB: Análisis morfológico a diferentes aumentos.

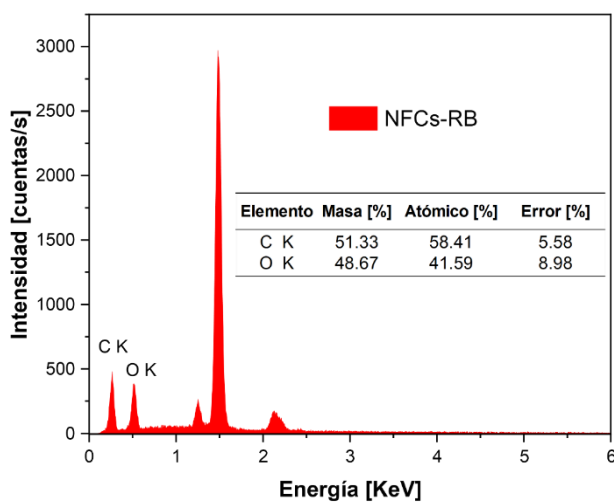


Figura 35. Análisis semicuantitativo de las NFCs-RB mediante EDS en *FEI-ESEM QUANTA FEG 250*

El análisis semicuantitativo de las NFCs-RB se llevó a cabo en el microscopio electrónico *FEI-ESEM QUANTA FEG 250* Figura 35, donde se comprobó que los elementos detectados en EDS de las NFCs-Aldrich y NFCs-RA se pueden atribuir a la contaminación del agua utilizada en los lavados durante su obtención o bien porque no se llevó a cabo un lavado antes del método organosolv. Además, se confirmó que únicamente se cuantificaron el carbono y el oxígeno presentes en la molécula de celobiosa, unidad repetitiva de las cadenas de celulosa.

### Microscopia Electrónica de Barrido – NFCs-RC

La distribución y morfología de las NFCs-RC se analizaron mediante el microscopio electrónico *Helios Nanolab 600* como se muestra en la Figura 36. Estas imágenes, (a y c) corresponden a SE y (b y d) a BSE, obtenidas a 5 kV con aumentos a 25 000 X (a y b) y 50 000 X (c y d). Los resultados evidencian que se logró aislar nanofibras de celulosa a partir de la biomasa de sargazo.

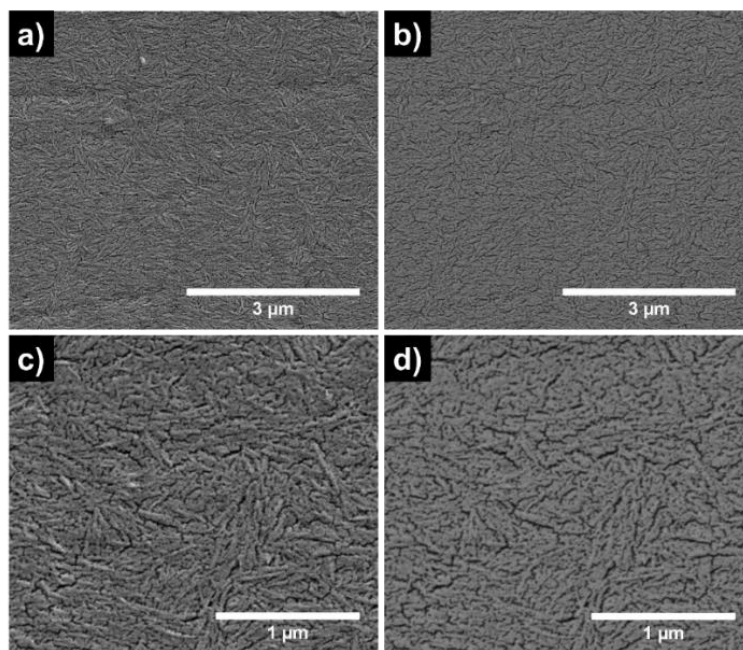


Figura 36. Análisis morfológico de las NFCs-RC mediante SEM en Helios Nanolab 600.

El análisis semicuantitativo de las NFCs-RC se muestra en la Figura 37, donde se cuantifico únicamente el contenido de C y O. Además, se observa un pico entre 2 y 2.5 keV, el cual se atribuye a la presencia de azufre (S) remanente después del proceso de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$ .

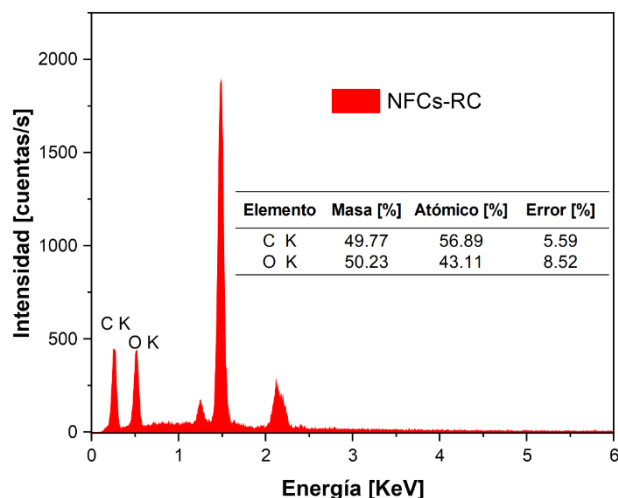


Figura 37. Análisis semicuantitativo de NFCs-RC: Distribución de elementos y pico de azufre (S) remanente

### Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)

En la Figura 38 se ilustran las tres rutas empleadas para la obtención de NFCs a partir del sargazo. El inciso (a) corresponde a la Ruta A, (b) a la Ruta B y (c) a la Ruta C. En particular la Ruta A se caracteriza por la ausencia de un proceso de lavado inicial del sargazo (RA-1), el cual fue implementado como una mejora en las rutas subsecuentes para optimizar el proceso. Se realizó un análisis en cada etapa del proceso de obtención de NFCs, con el objetivo de evaluar las modificaciones en las propiedades químicas y estructurales del material.

En los espectros FTIR, se permite identificar la presencia grupos funcionales como OH alrededor de  $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ , vibraciones de estiramiento C-O y C-O-(H) cercano a  $1050\text{ cm}^{-1}$  para la celulosa, la hemicelulosa presento el enlace C=O en la región de  $1765 - 1715\text{ cm}^{-1}$ , finalmente la lignina es rica en grupos metoxi-O-CH<sub>3</sub> y C=C en  $1450\text{ cm}^{-1}$ . Las bandas de  $1630\text{ a }1650\text{ cm}^{-1}$  en las nanofibras de celulosa son atribuidas a la flexión de grupos OH. La eliminación de las bandas de absorción indicadas para la lignina y la hemicelulosa dejaron a la celulosa accesible para obtener nanofibras de celulosa mediante hidrólisis ácida. La banda de absorción entre  $898-899\text{ cm}^{-1}$  representa el enlace  $\beta$ -glucosídico de las unidades de glucosa.

Los espectros en la Figura 38d de las tres rutas estudiadas para obtener NFCs a partir del sargazo, de  $3600\text{ a }3000\text{ cm}^{-1}$  representan las vibraciones de

estiramiento de O-H, al mismo tiempo las bandas de absorción a  $2900\text{ cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de estiramiento C-H. La banda en  $1430\text{ cm}^{-1}$  puede ser asignada a la flexión del  $-C-6\text{ CH}_2$ . Las señales de absorción en  $3240\text{ cm}^{-1}$  representan las vibraciones de estiramiento de O-H y la flexión fuera del plano en  $750\text{ cm}^{-1}$  que corresponden a la celulosa  $I_\alpha$  mientras que las vibraciones de estiramiento de O-H en  $3270\text{ cm}^{-1}$  y la flexión fuera del plano en  $710\text{ cm}^{-1}$  corresponden a la celulosa  $I_\beta$ . Para las bandas de absorción de en  $1641\text{ cm}^{-1}$  en el espectro de FTIR se reportan que corresponden al agua absorbida.

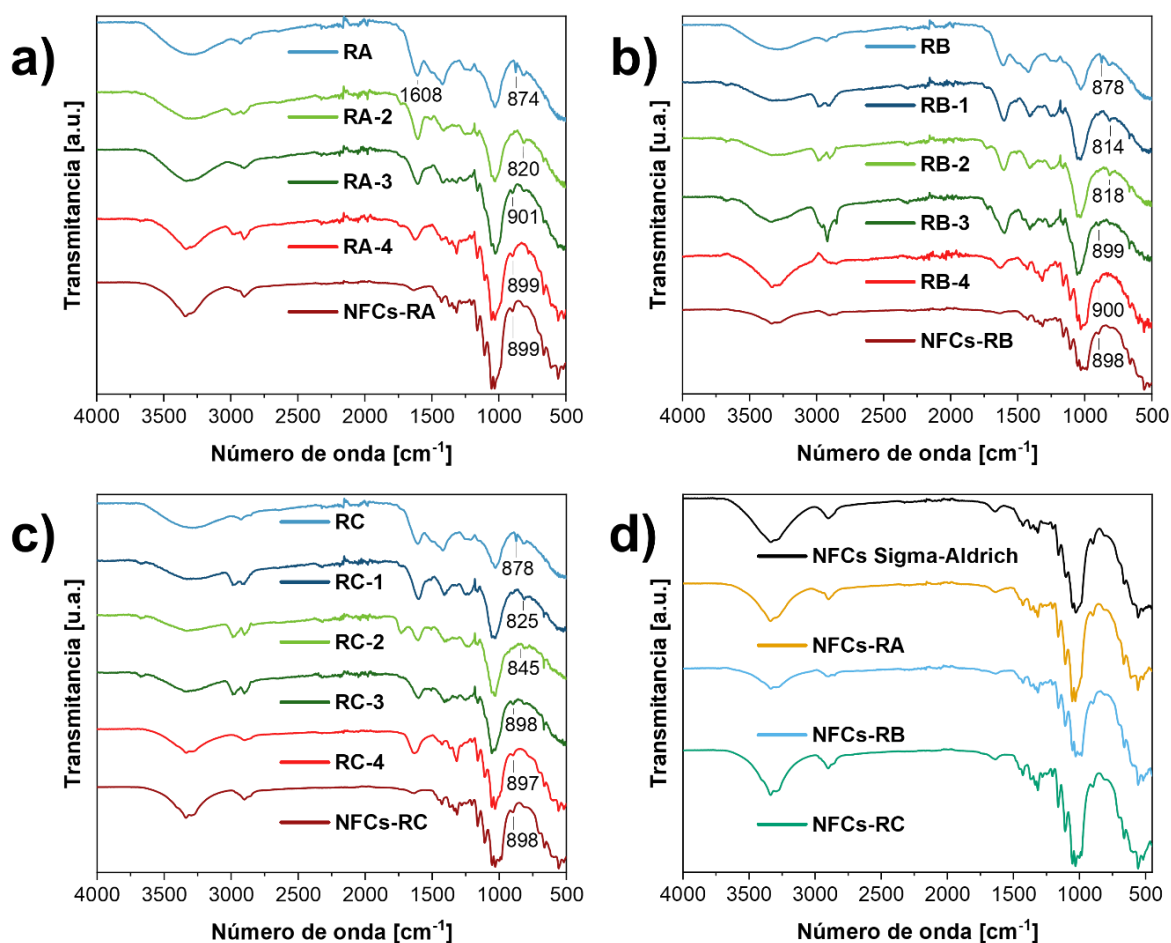


Figura 38. Espectros IR a) para obtener NFCs-RA, b) NFCs-RB y c) NFCs-RC

En Tabla 6 se hace un resumen de las bandas de absorción de FTIR características de los polisacáridos presentes en biomásas [27].

Tabla 6. Asignación de bandas de absorción

Banda de absorción (cm <sup>-1</sup> )	Asignación
3429	Estiramiento OH
2945	Estiramiento del grupo metilo, metileno o metano
1732, 1726	C=O estiramiento en cetona no conjugada y grupo carboxilo
1660, 1653	C=O estiramiento en cetona conjugada
1606	Vibraciones aromáticas
1507	Vibraciones aromáticas
1460	Vibraciones del grupo metilo
1434	Vibraciones aromáticas
1374	Estiramiento alifático C-H en CH <sub>3</sub>
1328	Respiración del anillo de siringilo con estiramiento C-O
1242	Estiramiento aromático C-O
1165	Estiramiento en grupos éster
1135	Deformación en el plano de C-H aromático para el tipo siringilo
1043	Deformación en el plano de C-H aromático para el tipo guayacilo
855, 844	Flexión fuera del plano de C-H aromático

### Análisis de fases de la celulosa cristalina

Se realizó un análisis para identificar las fases cristalinas presentes de la celulosa utilizando la base de datos PDXL 2 Rigaku. Las nanofibras de NFCs- Sigma Aldrich, derivadas de celulosa microcristalina con un tamaño de ~20  $\mu\text{m}$ , fueron sometidas al proceso de hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Estas NFCs se utilizaron como referencia al aislar nanofibras de celulosa mediante las tres diferentes rutas: NFCs-RA, NFCs-RB y NFCs-RC. Al llevar a cabo la indexación se identificaron los picos correspondientes a celulosa I <sub>$\beta$</sub>  del sistema monoclinico y grupo espacial P21 (4) con carta cristalográfica 00-056-1718 y la celulosa I <sub>$\alpha$</sub>  del sistema cristalino triclinico, grupo espacial P1 (1), con carta cristalográfica 00-056-1719.

## Difracción de Rayos-X

La celulosa muestra una naturaleza cristalina mientras que la lignina es amorfa; como resultado de la cristalinidad, las muestras deben mejorar después de remover la lignina y hemicelulosas. En la Figura 39 se presentan los resultados obtenidos mediante difracción de Rayos X de los diferentes tratamientos aplicados al sargazo para la obtención de NFCs. El inciso (a) corresponde a la Ruta A, donde esencialmente en las NFCs se observan dos picos anchos debido al tamaño nanométrico del material, el (b) muestra los resultados de la Ruta B, el inciso (c) representa la Ruta C y finalmente, en el inciso (d) se comparan las NFCs obtenidas a partir de las tres rutas.

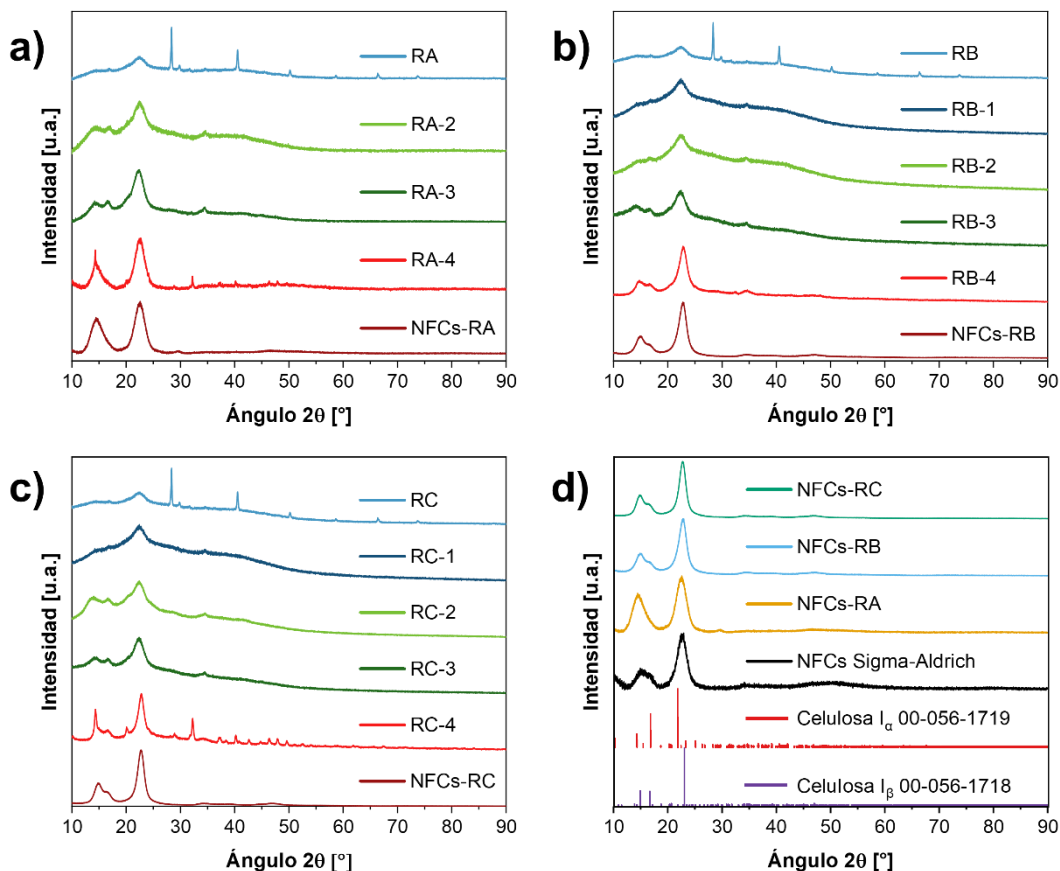


Figura 39. Difracción de Rayos X de las NFCs obtenidas del sargazo: comparación de rutas y estructura cristalina

En la Figura 39d se realizó la indexación de las cartas cristalográficas 00-056-1718 y 00-056-17-19 los planos cristalográficos representativos de la celulosa I $\beta$  en  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) son en  $14.8^{\circ}$  correspondiente a ( $\bar{1}10$ ),  $16.6$  asociado al plano (110) y en  $22.9$  para (200) y para la celulosa I $\alpha$  en  $14.2^{\circ}$  pertenece a (100), en  $16.7^{\circ}$  para (010), finalmente, en  $21.8^{\circ}$  ( $\bar{1}10$ ).

### **Refinamiento Rietveld**

A partir de los difractogramas obtenidos de las NFCs en las tres rutas se realizó un refinamiento Rietveld con el programa PowderCell 2.4 para determinar los porcentajes de fases presentes en la muestra, celulosa I $\beta$  y I $\alpha$ . Este método ajusta un modelo teórico de la estructura cristalina a los datos experimentales de un difractograma [47]. Es decir, es ajustar los parámetros estructurales, que la curva teórica se adapte lo más posible con la curva experimental. En el refinamiento se evalúa Rwp (weighted-profile R-factor), mide el ajuste ponderado considerando intensidades. Un valor más bajo indica mejor ajuste, Rp (profile R-factor) similar al Rwp pero sin ponderación,  $\chi^2$  (Chi-squared) esencialmente compara Rwp con los errores estimados. Un valor cercano a 1, es ideal y finalmente la bondad del ajuste GOF (Goodness of Fit) que es la relación entre Rwp y los valores experimentales. Valores entre 1-2 suelen ser buenos.

En la Figura 40a se observan los porcentajes de fases para las NFCs-RA que corresponde a 86.5% de celulosa I $\beta$  y 13.5% de celulosa I $\alpha$  con Rp de 9.16, Rexp de 3.96, Rwp de 12.83 y la bondad del ajuste es 10.5. La Figura 40b pertenece al refinamiento de las NFCs-RB con 78.1% de celulosa I $\beta$  y 21.9% de celulosa I $\alpha$  con Rp de 13.11, Rexp de 8.57, Rwp de 16.36 y un GOF de 3.6. Finalmente, para el refinamiento de las NFCs-RC el porcentaje de fases corresponde a 80.1% de celulosa I $\beta$  y 19.9% de celulosa I $\alpha$  con Rp de 14.01, Rexp de 12.68, Rwp de 21.14 con GOF de 2.8

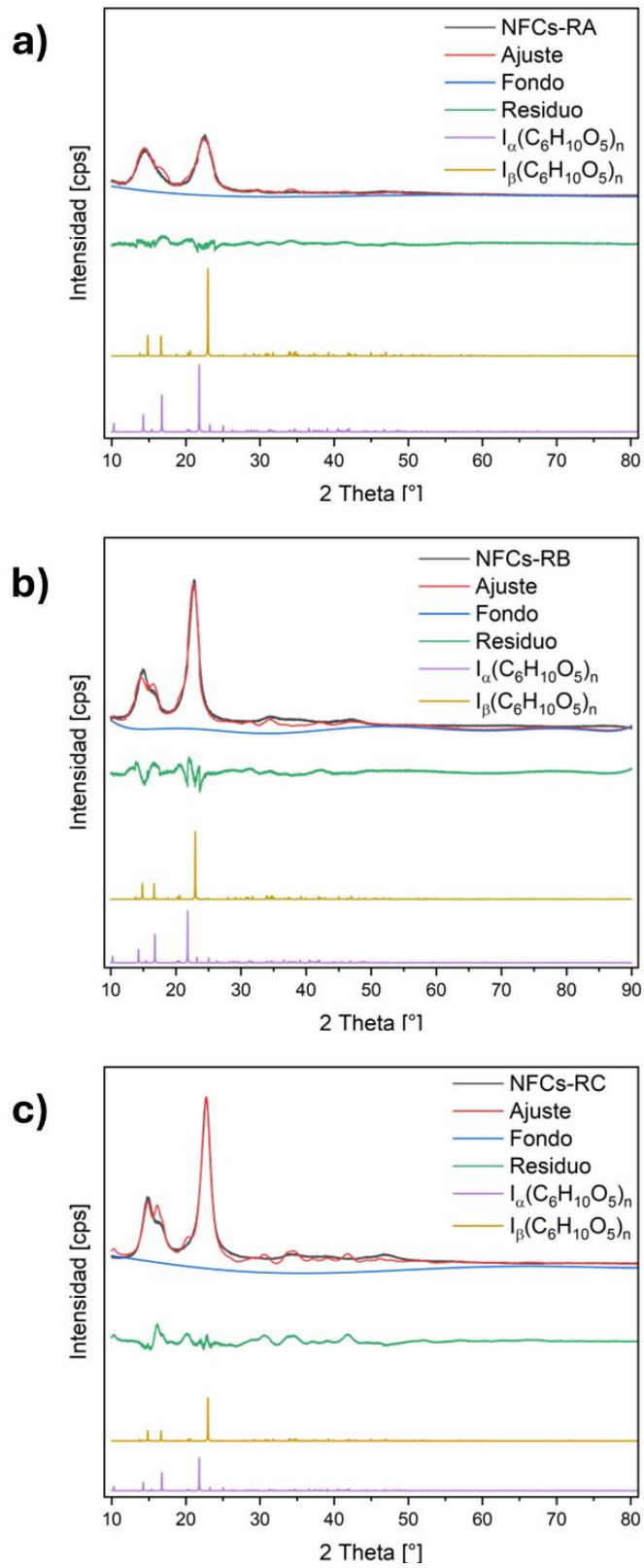


Figura 40. Refinamiento Rietveld a) NFC-RA, b) NFCs-RB y c) NFCs-RC

## Análisis de cristalinidad

El análisis de cristalinidad se realizó siguiendo el método empírico, que emplea la difracción de Rayos X para determinar la cristalinidad de la celulosa nativa [48]. Los resultados se expresan mediante un índice de cristalinidad, el cual muestra una fuerte correlación con otros métodos físicos y químicos aceptados para evaluar la cristalinidad tales como la hidrólisis ácida, la absorción de humedad, la densidad y la espectroscopia infrarroja.

En la Tabla 7 se compara el porcentaje de cristalinidad de las tres rutas desarrolladas con las NFCs-Aldrich. Las NFCs en RC presenta el mayor porcentaje de cristalinidad, lo cual se puede atribuir a la exitosa eliminación de materiales de bajo peso molecular y compuestos tipo lignina durante el proceso organosolv.

Tabla 7. Comparación del porcentaje de cristalinidad

Muestra	I <sub>amorfo</sub>	I <sub>002</sub>	% Cristalinidad
NFCs Sigma-Aldrich	264.46	892.06	70.35
NFCs RA	568.28	2417.67	76.50
NFCs RB	958.99	7594.57	87.37
NFCs RC	1342.38	13363.07	89.95

$$\% \text{ cristalinidad} = \frac{I_{002} - I_{\text{amorfo}}}{I_{002}} * 100$$

Donde:

I<sub>200</sub>: Intensidad máxima o altura máxima del pico del plano 002.

I<sub>amorfo</sub>: Intesidad mínima del valle amorfo entre el plano 002 y 110.

En la Figura 41 se muestran los difractogramas de las diferentes rutas para aislar NFCs mediante hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, usando los datos sin ninguna modificación. Este método es valorado por su rapidez y fiabilidad en la determinación relativa de la cristalinidad en las muestras de celulosa [48].

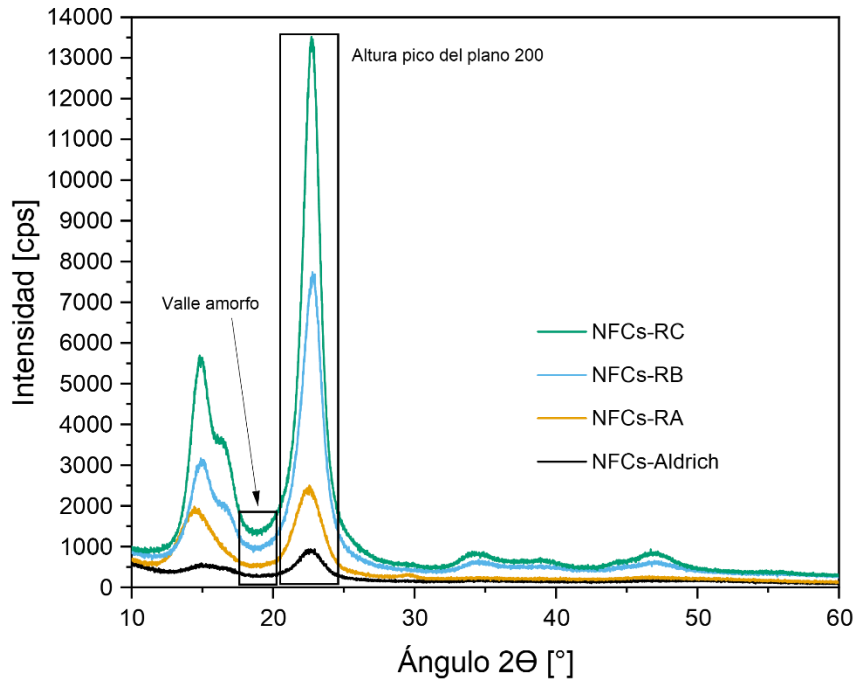


Figura 41. Difractogramas de nanofibras de celulosa obtenidas mediante hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$

### Secado de las NFCs - RA, RB y RC

El presente estudio se llevó a cabo con el objetivo de aislar NFCs a partir del sargazo. Una vez obtenidas, las nanofibras presentan injertos de grupos éster sulfato aniónicos, cuya presencia genera una carga electrostática negativa en la superficie. Esta carga negativa favorece la dispersión de las nanofibras en agua, evitando su agregación y mejorando su estabilidad coloidal. Al observar una buena estabilidad, se procede con el secado de las NFCs-RA. Como se muestra en la Figura 42a, las NFCs-RA presentan una transparencia significativa, comparadas con NFCs-Aldrich Figura 42b.

Posteriormente, se llevó a cabo el secado de las NFCs-RB y las NFCs-RC. Como se observa en las Figura 43, las NFCs-RB sufrieron un cambio de coloración. En este estudio, dicho fenómeno no se atribuye a una baja pureza en el aislamiento de las nanofibras, sino a un posible proceso de oxidación y sensibilidad a la luz.

Por otro lado, las NFCs-RC presentan una apariencia transparente Figura 44, lo que sugiere una mayor estabilidad. Esta resistencia a la oxidación y a la luz puede estar relacionada con la adición del ácido fórmico durante el proceso de aislamiento ya que se ha reportado que este compuesto puede inferir en la estabilidad térmica y química de las nanofibras de celulosa [49].

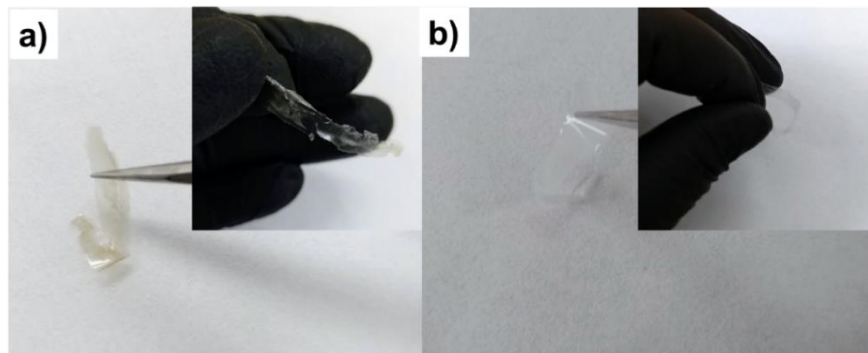


Figura 42. NFCs-RA obtenidas del sargazo (a) en comparación con las NFCs-Aldrich (b)



Figura 43. Películas de NFCs-RB



Figura 44. Películas de NFCs-RC

## CONCLUSIONES

- Fraccionar la biomasa a través de diferentes etapas para el aislamiento de NFCs ayudo a comprender la estructura y composición química. Además, el tratamiento con ácidos orgánicos resultó ser significativamente efectivo en el proceso de deslignificación, y la aplicación de dos procesos oxidativos contribuyo a obtener fibras de celulosa de buena calidad.
- En el análisis morfológico del blanco de sargazo se evidenció que se parte de una biomasa sin características con tendencia a la formación de fibras y que por medio de los tratamientos desarrollados en este estudio se han logrado aislar NFCs con diámetros cuantificados de alrededor de 77 nm para las NFCs en la Ruta A. Por ello la preparación de muestras para el análisis por SEM de las NFCs soportadas sobre un pin de aluminio evidenciaron que tienden a formar arreglos preferenciales.
- Los cambios en la composición química del sargazo se evidenciaron en el análisis por FTIR los compuestos polifenólicos atribuidos como lignina en el sargazo fueron retirados lo que representa una disminución significativa en las bandas alrededor de  $1600\text{ cm}^{-1}$  y  $1400\text{ cm}^{-1}$  además, se evidencia que el enlace característico en las unidades de  $\beta$ -D glucosa entre el C1 y el C4 se observa en  $899\text{ cm}^{-1}$  para las NFCs-RA y  $898\text{ cm}^{-1}$  para las NFCs en la RB y RC, conforme se realizaban los tratamientos de remoción de componentes ajenos a la celulosa cristalina.
- El análisis por DRX confirma que se han aislado nanofibras de celulosa tipo I pertenecientes al sistema cristalino monoclinico y triclinico, para la celulosa  $I_{\beta}$  y la celulosa  $I_{\alpha}$  respectivamente, debido a que se realizó el refinamiento Rietveld se puede conocer la composición de fases, también se calculó el porcentaje de cristalinidad. Las NFCs-RA tienen 86.5, 13.5 y 76.5, para las NFC-RB poseen 78.1, 21.9 y 87.37, finalmente las NFCs-RC cuentan con 80.1, 19.9 y 89.95 de la fase  $I_{\beta}$  en porcentaje,  $I_{\alpha}$  en porcentaje y del porcentaje de cristalinidad en el mismo orden.

## PERSPECTIVAS

- Las técnicas de caracterización empleadas proporcionan información clave tanto para el análisis del sargazo como de las tres rutas de obtención de NFCs. Esto permite evaluar las posibles aplicaciones de las nanofibras de celulosa con nanoestructuras de carbon desarrolladas en el grupo de trabajo de Nanoestructuras de Carbono y Sistemas Laminares (DMA-IPICYT) para aplicaciones en electrónica flexible.
- Caracterizar las NFCs por Microscopia Electrónica de Transmisión para evaluar la longitud y posible injerto químico para las diferentes aplicaciones de las NFCs.
- Optimizar el método de extracción con el objetivo de proponer la fabricación de papel a partir de la celulosa extraída del sargazo.
- Realizar análisis de porosidad, degradación térmica y análisis mecánico a las películas formadas a partir de las nanofibras de celulosa.
- Realizar la caracterización necesaria para conocer la fotosensibilidad de las NFCs.
- Durante el desarrollo de la tesis se llevó a cabo la caracterización de las mascarillas KN95 (Anexo A), y se propone su aprovechamiento en la fabricación de membranas para la retención de contaminantes, como colorantes, provenientes de la industria textil.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] “Satellite-based Sargassum Watch System (SaWS).” [Online]. Available: <https://optics.marine.usf.edu/projects/saws.html>
- [2] R. Vázquez-Delfín, “Sargazo, conociendo al ‘enemigo.’” [Online]. Available: <https://avanceyperspectiva.cinvestav.mx/sargazo-conociendo-al-enemigo/>
- [3] M. Wang, C. Hu, B. B. Barnes, G. Mitchum, B. Lapointe, and J. P. Montoya, “The great Atlantic Sargassum belt,” *Science* (80-. ), vol. 364, no. 6448, pp. 83–87, 2019, doi: 10.1126/science.aaw7912.
- [4] Á.-V. V. y R. D. Velázquez-Delfín E., “SargaZoom.” [Online]. Available: [https://play.google.com/store/apps/details?id=fico.sarga\\_zoom](https://play.google.com/store/apps/details?id=fico.sarga_zoom)
- [5] J. A. Domínguez-Maldonado *et al.*, “Microbial communities present in Sargassum spp. leachates from the Mexican Caribbean which are involved in their degradation in the environment, a tool to tackle the problem,” *Environ. Sci. Pollut. Res.*, vol. 31, no. 13, pp. 19904–19916, 2024, doi: 10.1007/s11356-024-32363-5.
- [6] D. A. Devault, R. Pierre, H. Marfaing, F. Dolique, and P. J. Lopez, “Sargassum contamination and consequences for downstream uses: a review,” *J. Appl. Phycol.*, vol. 33, no. 1, pp. 567–602, 2021, doi: 10.1007/s10811-020-02250-w.
- [7] Monsuang Yangthong, “Chemical and mineral compositions of Sargassum spp. from Bo Mao Beach, Chumphon Province, Thailand,” *Journal of fisheries and environment*, vol. 41, no. 3. pp. 1–5, 2017.
- [8] J. Magura, R. Moodley, and S. B. Jonnalagadda, “Chemical composition of selected seaweeds from the Indian Ocean, KwaZulu-Natal coast, South Africa,” *J. Environ. Sci. Heal. Part B*, vol. 51, no. 8, pp. 525–533, Aug. 2016, doi: 10.1080/03601234.2016.1170547.
- [9] R. Zhang, X. Zhang, Y. Tang, and J. Mao, “Composition, isolation, purification and biological activities of Sargassum fusiforme polysaccharides: A review,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 228, p. 115381, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.115381.
- [10] M. D. Catarino *et al.*, “Applications of Antioxidant Secondary Metabolites of Sargassum spp.,” *Mar. Drugs*, vol. 21, no. 3, p. 172, Mar. 2023, doi: 10.3390/md21030172.
- [11] T. Q. Toan *et al.*, “Optimization of Microwave-Assisted Extraction of Phlorotannin From Sargassum swartzii (Turn.) C. Ag. With Ethanol/Water,” *Nat. Prod. Commun.*, vol. 16, no. 2, Jan. 2021, doi: 10.1177/1934578X21996184.
- [12] M. I. Rushdi *et al.*, “Pharmacological and natural products diversity of the brown algae genus: Sargassum,” *RSC Adv.*, vol. 10, no. 42, pp. 24951–24972, Jul. 2020, doi: 10.1039/d0ra03576a.
- [13] L. Alzate-Gaviria *et al.*, “Presence of Polyphenols Complex Aromatic ‘Lignin’ in Sargassum spp. from Mexican Caribbean,” *J. Mar. Sci. Eng.*, vol. 9, no. 1, p. 6, Dec. 2020, doi: 10.3390/jmse9010006.
- [14] H. Doh, K. D. Dunno, and W. S. Whiteside, “Preparation of novel seaweed

- nanocomposite film from brown seaweeds *Laminaria japonica* and *Sargassum natans*,” *Food Hydrocoll.*, vol. 105, p. 105744, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.foodhyd.2020.105744.
- [15] Run-Cang Sun, *Cereal Straw as a Resource for Sustainable Biomaterials and Biofuels*, vol. 1999, no. December. 2010.
- [16] T. Iwata, L. Indrarti, and J. I. Azuma, “Affinity of hemicellulose for cellulose produced by *Acetobacter xylinum*,” *Cellulose*, vol. 5, no. 3, pp. 215–228, 1998, doi: 10.1023/A:1009237401548.
- [17] E. A. D. E. Celulosa and A. Instrumental, “ATR-FTIR spectroscopy of cellulose : instrumental aspect and mathematical treatment of spectra,” 2010.
- [18] A. C. O’sullivan, “Cellulose: the structure slowly unravels,” *Cellulose*, vol. 4, no. 3, pp. 173–207, 1997, doi: 10.1023/A:1018431705579.
- [19] H. V. Lee, S. B. A. Hamid, and S. K. Zain, “Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process,” *Sci. World J.*, vol. 2014, pp. 1–20, 2014, doi: 10.1155/2014/631013.
- [20] A. A. Baker, W. Helbert, J. Sugiyama, and M. J. Miles, “High-Resolution Atomic Force Microscopy of Native *Valonia* Cellulose I Microcrystals,” *J. Struct. Biol.*, vol. 119, no. 2, pp. 129–138, 1997, doi: 10.1006/jsbi.1997.3866.
- [21] J. Rodríguez-Quesada, K. Rodríguez Mora, C. A. Bernal-Samaniego, E. G. Jirón-García, and C. Rojas-Alvarado, “Development of Nanocellulose Hydrogels from *Sargassum* Seaweed as Controlled Nutrient Release Systems and their Application in Germination,” *Ecol. Eng. Environ. Technol.*, vol. 25, no. 11, pp. 308–320, 2024, doi: 10.12912/27197050/192775.
- [22] O. A. T. Dias *et al.*, “Molecular design and structural optimization of nanocellulose-based films fabricated via regioselective functionalization for flexible electronics,” *Chem. Eng. J.*, vol. 440, no. March, p. 135950, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.cej.2022.135950.
- [23] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, J. R. Michael, N. W. M. Ritchie, J. H. J. Scott, and D. C. Joy, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York, NY: Springer New York, 2018. doi: 10.1007/978-1-4939-6676-9.
- [24] Skoog D. A., Holler F. J., and Nieman T. A., *Principios de Análisis Instrumental*, Quinta Ed. Madrid: Mc Graw Hill, 2001.
- [25] A. A. Bunaciu, E. gabriela Udriștioiu, and H. Y. Aboul-Enein, “X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications,” *Crit. Rev. Anal. Chem.*, vol. 45, no. 4, pp. 289–299, Oct. 2015, doi: 10.1080/10408347.2014.949616.
- [26] V. B. Agbor, N. Cicek, R. Sparling, A. Berlin, and D. B. Levin, “Biomass pretreatment: Fundamentals toward application,” *Biotechnol. Adv.*, vol. 29, no. 6, pp. 675–685, 2011, doi: 10.1016/j.biotechadv.2011.05.005.
- [27] F. Xu, J.-X. Sun, R. Sun, P. Fowler, and M. S. Baird, “Comparative study of organosolv lignins from wheat straw,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 23, no. 2, pp. 180–193, Mar. 2006, doi: 10.1016/j.indcrop.2005.05.008.
- [28] N. Abzan, A. Abbasian, M. Jonoobi, and I. Ghasemi, “Cellulose microfiber extraction

from leftover celery pulp: Chemomechanical treatments, structural, morphological, and thermal characterization,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 253, no. P3, p. 126834, 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.126834.

- [29] G. Bellesia and S. Gnanakaran, “Sodium chloride interaction with solvated and crystalline cellulose: Sodium ion affects the cellotetraose molecule and the cellulose fibril in aqueous solution,” *Cellulose*, vol. 20, no. 6, pp. 2695–2702, 2013, doi: 10.1007/s10570-013-0063-8.
- [30] P. Jantachum and P. Phinyocheep, “A simple method for extraction of cellulose nanocrystals from green *Luffa cylindrica* biomaterial and their characteristics,” *Polym. Int.*, vol. 72, no. 2, pp. 243–251, Feb. 2023, doi: 10.1002/pi.6463.
- [31] N. Abzan, A. Abbasian, M. Jonoobi, and I. Ghasemi, “Cellulose microfiber extraction from leftover celery pulp: Chemomechanical treatments, structural, morphological, and thermal characterization,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 253, p. 126834, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.126834.
- [32] P. Ganguly, S. Sengupta, P. Das, and A. Bhowal, “Valorization of food waste: Extraction of cellulose, lignin and their application in energy use and water treatment,” *Fuel*, vol. 280, p. 118581, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.fuel.2020.118581.
- [33] A. S. Aridi, Y. A. Yusof, C. N. Ling, N. A. Ishak, and N. N. M. Yusof, “Isolation of Cellulose from *Leucaena leucocephala* Mature Pods and How Different Bleaching Agents Affect Its Characterization,” *Mater. Perform. Charact.*, vol. 11, no. 1, pp. 236–243, Aug. 2022, doi: 10.1520/MPC20210118.
- [34] S. H. Zeronian and M. K. Inglesby, “Bleaching of cellulose by hydrogen peroxide,” *Cellulose*, vol. 2, no. 4, pp. 265–272, Dec. 1995, doi: 10.1007/BF00811817.
- [35] D. Watkins, M. Nuruddin, M. Hosur, A. Tcherbi-Narteh, and S. Jeelani, “Extraction and characterization of lignin from different biomass resources,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 4, no. 1, pp. 26–32, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2014.10.009.
- [36] P. Lu and Y. Hsieh, “Preparation and properties of cellulose nanocrystals: Rods, spheres, and network,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 82, no. 2, pp. 329–336, Sep. 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2010.04.073.
- [37] Z. Lu, L. Fan, H. Zheng, Q. Lu, Y. Liao, and B. Huang, “Preparation, characterization and optimization of nanocellulose whiskers by simultaneously ultrasonic wave and microwave assisted,” *Bioresour. Technol.*, vol. 146, pp. 82–88, Oct. 2013, doi: 10.1016/j.biortech.2013.07.047.
- [38] J. Guo, X. Guo, S. Wang, and Y. Yin, “Effects of ultrasonic treatment during acid hydrolysis on the yield, particle size and structure of cellulose nanocrystals,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 135, pp. 248–255, 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.08.068.
- [39] D. Bondeson, A. Mathew, and K. Oksman, “Optimization of the isolation of nanocrystals from microcrystalline cellulose by acid hydrolysis,” *Cellulose*, vol. 13, no. 2, pp. 171–180, 2006, doi: 10.1007/s10570-006-9061-4.
- [40] F. Kallel, F. Bettaieb, R. Khiari, A. García, J. Bras, and S. E. Chaabouni, “Isolation and structural characterization of cellulose nanocrystals extracted from garlic straw

- residues,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 87, pp. 287–296, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.04.060.
- [41] H. Sosiati, M. Muhamin, P. Purwanto, D. A. Wijayanti, and K. Triyana, “Nanocrystalline Cellulose Studied with a Conventional SEM,” in *2014 International Conference on Physics, ICP 2014*, 2014, p. 4. doi: 10.2991/icp-14.2014.3.
- [42] J. Gong, J. Li, J. Xu, Z. Xiang, and L. Mo, “Research on cellulose nanocrystals produced from cellulose sources with various polymorphs,” *RSC Adv.*, vol. 7, no. 53, pp. 33486–33493, 2017, doi: 10.1039/c7ra06222b.
- [43] D. Watkins, M. Nuruddin, M. Hosur, A. Tcherbi-Narteh, and S. Jeelani, “Extraction and characterization of lignin from different biomass resources,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 4, no. 1, pp. 26–32, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2014.10.009.
- [44] P. Lu and Y.-L. Hsieh, “Preparation and properties of cellulose nanocrystals: Rods, spheres, and network,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 82, no. 2, pp. 329–336, Sep. 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2010.04.073.
- [45] Y. Matsumoto, A. Shundo, H. Hayashi, N. Tsuruzoe, and K. Tanaka, “Effect of the Heterogeneous Structure on Mechanical Properties for a Nanocellulose-Reinforced Polymer Composite,” *Macromolecules*, vol. 52, no. 21, pp. 8266–8274, 2019, doi: 10.1021/acs.macromol.9b01866.
- [46] Z. Zeng *et al.*, “Terahertz Birefringent Biomimetic Aerogels Based on Cellulose Nanofibers and Conductive Nanomaterials,” *ACS Nano*, vol. 15, no. 4, pp. 7451–7462, 2021, doi: 10.1021/acsnano.1c00856.
- [47] A. G. de Souza, R. F. S. Barbosa, and D. S. Rosa, “Nanocellulose from Industrial and Agricultural Waste for Further Use in PLA Composites,” *J. Polym. Environ.*, vol. 28, no. 7, pp. 1851–1868, 2020, doi: 10.1007/s10924-020-01731-w.
- [48] J. J. Creely and M. Conrad, “Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer,” pp. 786–794, 1958.
- [49] D. Trache, A. F. Tarchoun, M. Derradji, and T. S. Hamidon, *Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications*, vol. 8, no. May. 2020. doi: 10.3389/fchem.2020.00392.

## Anexo A. Mascarillas KN95

Debido a la etiqueta de la composición de las mascarillas KN95 se tenía como objetivo extraer celulosa y aislar nanofibras de celulosa (NFCs). Finalmente, lo que se conoce como ES hot air cotton es una mezcla en soplado de aire caliente de polipropileno y polietileno. La composición de las mascarillas KN95 se observa en la Figura 45. se opta por dejar el contenido en idioma inglés para no generar confusión con la traducción.

COMPOSITION:	
Outer layer	PP Non-woven fabric
Middle layer	ES hot air cotton Non-woven fabric and efficiency electrostatic Melt-blown fabric
Inner layer	PP Non-woven fabric
Executive standard	GB 2626-2019 KN95
	Non-oily particulate filtering efficiency $\geq 95\%$

Figura 45. Composición de mascarillas KN95.

<https://www.powecom.com/KN95.html>

Las mascarillas KN95 que cumplen con el reglamento de las normas internacionales NIOSH cuentan con cinco capas de protección y se dividen como se ilustra en la Figura 46. Al igual que la imagen anterior se decide dejar la imagen en el idioma original para evitar confusiones.

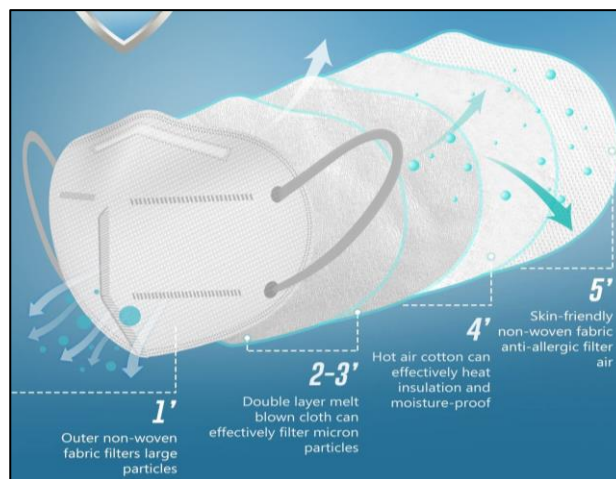


Figura 46. Mascarilla KN95 marca POWECOM®

Las mascarillas KN95 fueron separadas en cinco muestras siendo A, B, C, D y E, donde E es muestra que surge de la recuperación del termosellado en las mascarillas, como se observa en la Figura 47 cada capa lleva a un tratamiento de lavado, molienda y secado  $\sim 40^{\circ}\text{C}$ .

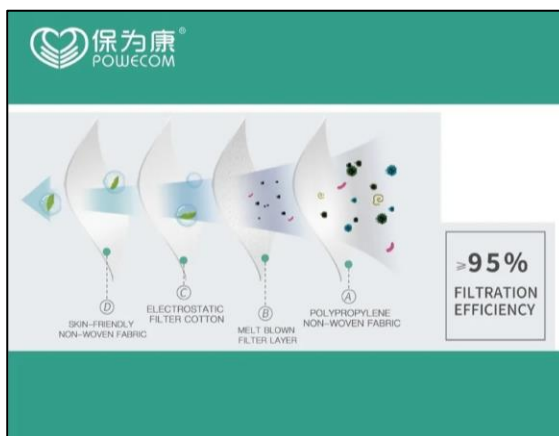


Figura 47. Capas de mascarilla KN95 (A, B, C, D) marca POWECOM<sup>®</sup>

En este trabajo se decide juntar a la capa 2 y 3 (B) debido a la similitud del material y con posibilidad de tener la mezcla de ambos materiales al momento de separar. Finalmente se tienen cinco muestras por tomar en cuenta el termosellado (E) como se observa en la Figura 48.

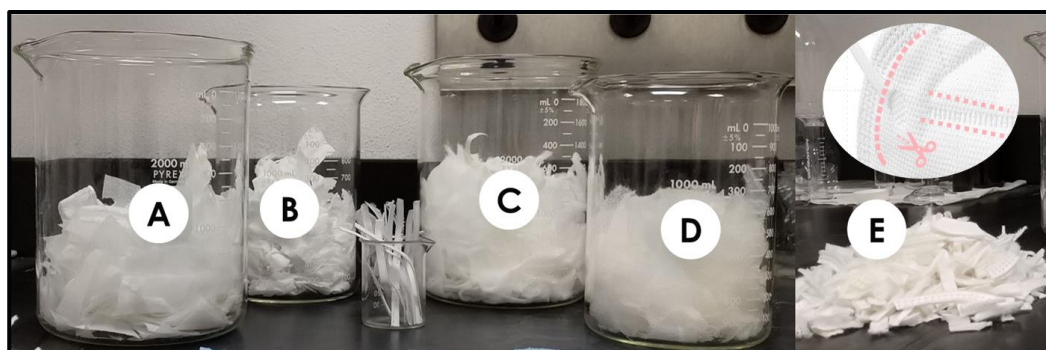


Figura 48. Capa 1 (A), Capa 2 y 3 (B), Capa 4 (C), capa 5 (D) y termosellado (E).

### Análisis de resultados

Se caracterizaron por Espectroscopía Raman Figura 49 y Difracción de Rayos X (DRX), mediante Espectroscopia Raman se elucidan los espectros y se establece que las mascarillas KN95 están elaboradas con Polipropileno isotáctico

(iPP) contrastando los resultados con una muestra de iPP Sigma Adrich® por diversos autores.

### Espectroscopía Raman

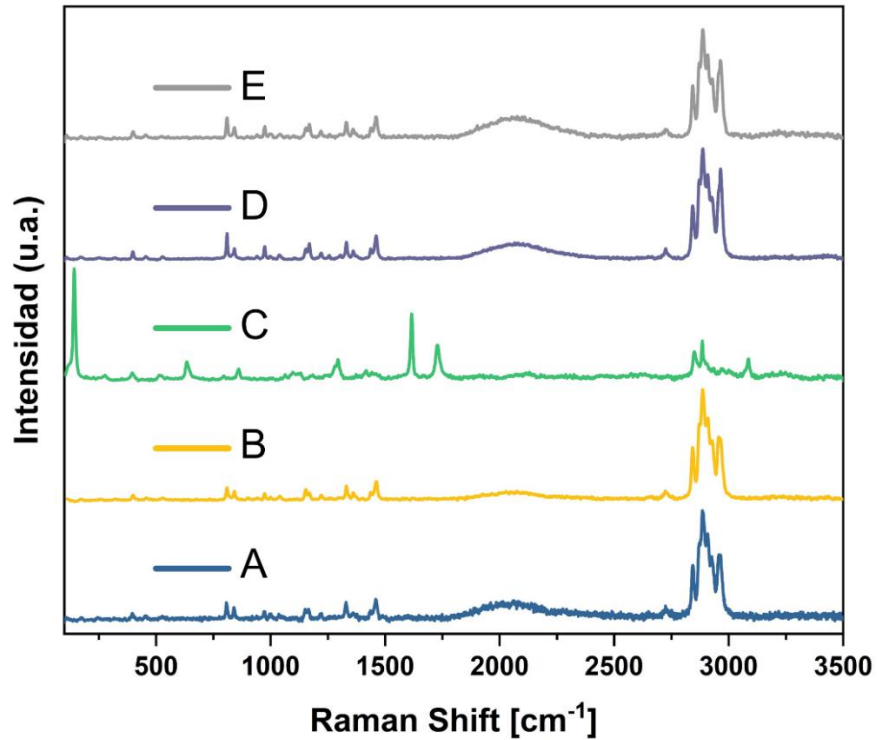


Figura 49. Capas de mascarillas KN95 (A, B, C, D) y termosellado (E).

Existe una relación de composición en las capas excepto con la capa C debido a que se trata de una mezcla de polipropileno y polietileno.

### Difracción de Rayos X

En la Figura 50 se observa la caracterización de las mascarillas KN95 por Difracción de Rayos X, se encuentra en análisis, indexando Polipropileno isotáctico y polietileno.

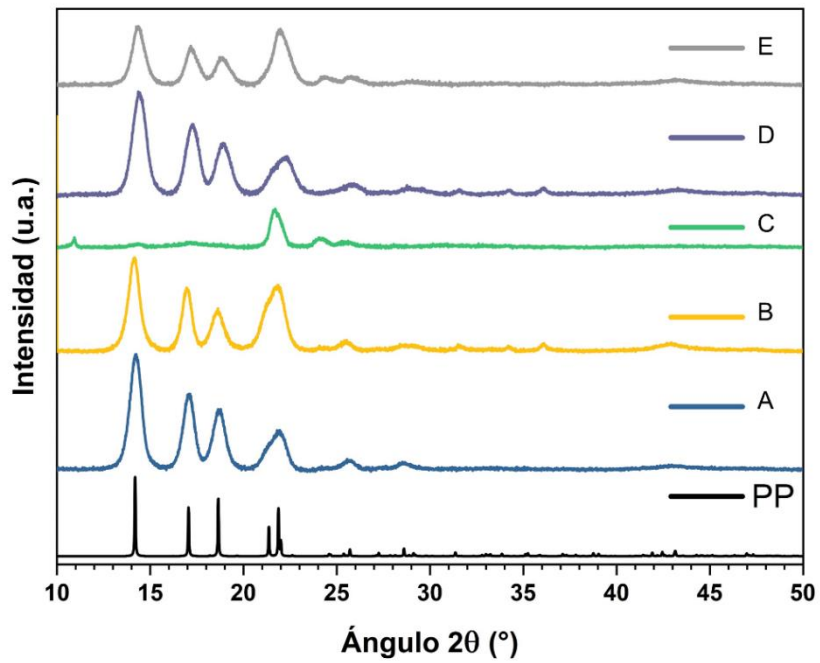


Figura 50. DRX. Capas de la mascarilla KN95; A, B, C, D, E y iPP.

### Microscopía óptica

La morfología y la distribución de fibras se analizó por microscopía óptica como se observa en la Figura 51.

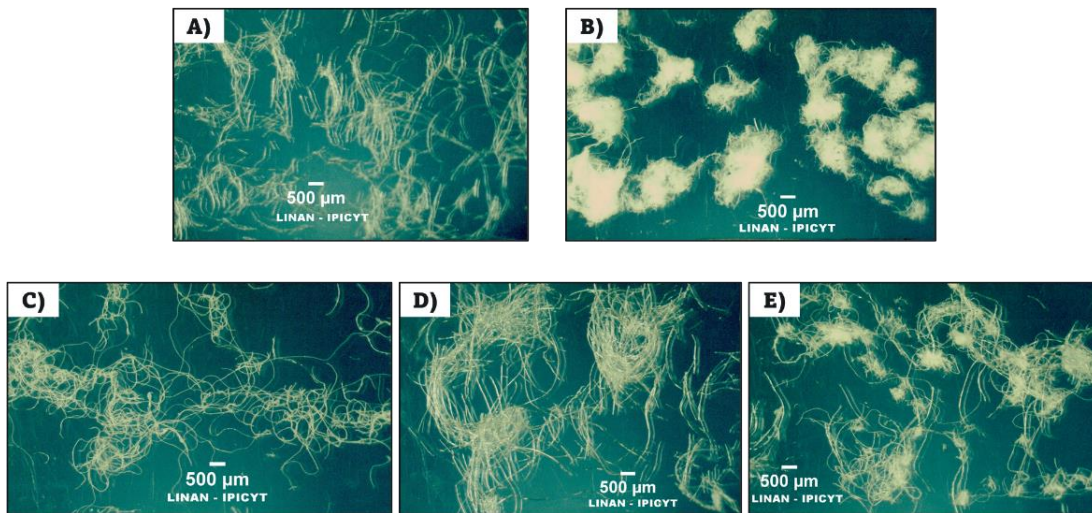


Figura 51. Morfología y distribución de las fibras de las mascarillas KN95.

## Anexo B. Productos Académicos

Póster presentado en: The World Conference on Carbon, 2023. Título del póster: "Sargassum Crystalline Cellulose Nanofibers: Synthesis and Characterization".

Fecha: julio del 2023. | Lugar: Cancún, México.



Figura 52. Certificado del congreso The World Conference on Carbon.

Póster presentado en: Encuentro de mujeres de la ciencia y el arte 8M. 2023. En coordinación con la Secretaría de Cultura del Estado de San Luis Potosí. Título del póster: "Caracterización de mascarillas KN95 mediante espectroscopía Raman y Difracción de Rayos X". Fecha: marzo del 2023. | Lugar: San Luis Potosí, México.



## BRÚJULAS

ENCUENTRO DE MUJERES DE LA  
CIENCIA Y EL ARTE 8M

A quien corresponda

Por medio de la presente hacemos constar que

### María del Rosario Segundo Felipe

participó como **ponente** en la sesión de **posters de divulgación** del evento Brújulas, Encuentro de mujeres de la Ciencia y el Arte, evento que promueve la integración de la Cultura, la ciencia y el arte, realizada del día 12 de marzo de 2023, en coordinación con la Secretaría de cultura del Estado de San Luis Potosí.

Adjuntamos el código QR para acceso a la publicación de notas referentes.

LIC. LAURA TRISTÁN MARTÍNEZ  
COORDINADORA GENERAL DEL PROYECTO

DRA. LUZ ROXANA DE LEÓN LOMELÍ  
COORDINADORA SESIÓN DE POSTERS



POTOSÍ  
PARA LOS POTOSINOS  
GOBIERNO DEL ESTADO 2021-2027

CULTURA  
SECRETARÍA DE CULTURA

Brújulas e n la Ciencia y el Arte

Figura 53. Constancia en sesión de posters de divulgación.