



ESTUDIO DE LA POSIBILIDAD DE OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA EXTRAÍDA DEL ALGA POSIDONIA OCEÁNICA PARA EL TRATAMIENTO DE TEXTILES

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA TEXTIL Y PAPELERA

MEMORIA PRESENTADA POR:

Lorena Mateu Lozano

MEMORIA DIRIGIDA POR:

Eva Bou Belda

MÁSTER UNIVERSITARIO EN INGENIERÍA TEXTIL

ÍNDICE GENERAL

Convocatoria de defensa: Septiembre 2020

RESUMEN Y PALABRAS CLAVE

La Posidonia Oceánica es una especie endémica presente mayoritariamente en el mar Mediterráneo. La acumulación de hojas muertas en las playas debido a las mareas junto a sus propiedades químicas y estructurales de la celulosa tan similares a la celulosa extraída en especies terrestres muestra un gran interés, ya que es un recurso renovable, biodegradable y de bajo coste.

En este trabajo se quiere realizar un estudio sobre la extracción de nanocelulosa del alga Posidonia Oceánica, la cual según estudios bibliográficos está compuesta en un alto porcentaje de celulosa.

Se llevará a cabo un estudio teórico sobre las diferentes técnicas de extracción, definiendo el proceso que se crea conveniente para la extracción a partir del alga. Paralelamente se abordará un análisis del estado de arte referente tanto a la extracción de celulosa, como sus aplicaciones, para posteriormente centrarse en aplicaciones textiles sobre diferentes sustratos. Se definirá el sistema adecuado para la incorporación de éstas sobre un producto textil y las técnicas de caracterización que se deben de utilizar para obtener los resultados de una mejora en las propiedades físicas, térmicas de los tejidos tratados, entre otras propiedades.

Finalmente, con este estudio se lleva a cabo una planificación de un posible trabajo de investigación en el futuro, con el cual se describen las acciones y tareas a realizar para la extracción de la nanocelulosa a partir de la Posidonia Oceánica para conferirle propiedades físicas al textil.

PALABRAS CLAVE: Posidonia Oceánica; nanocelulosa; poliéster; yute; algodón; propiedades mecánicas; propiedades térmicas; morfología.

RESUM I PARAULES CLAU

La Posidònia Oceànica és una espècie endèmica que es troba majoritàriament en el mar Mediterrani. L'acumulació de fulles mortes a les platges a causa de les mareas junt a les seues propietats químiques i estructurals de la cel·lulosa tan similars a la cel·lulosa extreta d'espècies terrestres mostra un gran interès, ja que és un recurs renovable, biodegradable i de baix cost.

En aquest treball es vol realitzar un estudi sobre l'extracció de nanocel·lulosa de l'alga Posidònia Oceànica, la qual segons estudis bibliogràfics està composta amb un alt percentatge de cel·lulosa.

Es durà a terme un estudi teòric sobre les diferents tècniques d'extracció, definint el procés que es crega convenient per a l'extracció a partir de l'alga. Paral·lelament s'abordarà un anàlisi de l'estat d'art referent tant a l'extracció de cel·lulosa, com les seues aplicacions, per a posteriorment centrar-se en aplicacions tèxtils sobre diferents substrats. Es definirà el sistema adequat per a la incorporació d'aquestes sobre un producte tèxtil y les tècniques de caracterització que s'han d'utilitzar per obtenir els resultats d'una millora en les propietats físiques, tèrmiques dels teixits tractats, entre altres propietats.

Finalment, amb aquest estudi es du a terme una planificació de un possible treball d'investigació per al futur, amb el qual es descriuen les accions i tasques a realitzar per a la extracció de la nanocel·lulosa a partir de la Posidònia Oceànica per a conferir-li propietats físiques al tèxtil.

PARAULES CLAU: Posidònia Oceànica; nanocel·lulosa; jute; cotó; propietats mecàniques; propietats tèrmiques; morfologia.

SUMMARY AND KEYWORDS

Posidonia Oceanica is an endemic species which is mostly presents in the Mediterranean Sea. The collection of dead leaves on the beaches due to the tides with their chemical and structural properties of the celluloses as similar as the cellulose extracted of terrestrial species show a big interest considering that it is a renewable, biodegradable and a low-cost resource.

In this academic work is going to carry out a study about the extraction of the nanocellulose from Posidonia Oceanica algae, which according with bibliographic studies it is composed in a high percentage of cellulose.

It is going to be executed a theoretical study about the different techniques of extraction, defining a correct process for the extraction departing from the algae. From the other hand, it will be tackle the analysis of the state of art referring to the extraction of cellulose, and its applications for focus on textile applications about different substrates. The system will be adequately defined for the incorporation of these on the textile product and the techniques of characterization which should be used for obtain the results of an improvement in physical, thermal properties on the treaties tissues such as other properties.

Finally, with this study is carry out a planning of a possible research work in the future, which describes the actions and tasks to realize the extraction of nanocellulose from the Posidonia Oceanica to confer physical properties to the textile.

KEY WORDS: Posidonia Oceanica; nanocellulose; polyester; jute; cotton; mechanical properties; thermal properties; morphology.

ÍNDICE GENERAL

1. Introducción	10
1.1. Nanomaterias en textil	10
1.2. Nanocelulosa	11
1.3. Propiedades	13
1.4. Materia de obtención	14
1.5. Aplicaciones en distintos campos	16
2. Estado de arte (trabajos científicos)	20
2.1. Síntesis de obtención.....	20
2.2. Aplicación en textil	26
3. Objetivo	30
4. La Posidonia Oceánica	31
4.1. Aplicaciones en la industria textil	35
5. Síntesis de la nanocelulosa	36
6. Caracterización de la nanocelulosa	40
7. Materia textil a tratar	56
8. Sistemas de aplicación	60
9. Técnicas de caracterización del tejido tratado	66
10. Planteamiento de trabajo de laboratorio	81
11. Conclusiones	85
Bibliografía	86

ÍNDICE DE IMÁGENES

IMAGEN 1. POSIBLE CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES.....	11
IMAGEN 2. CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES DE CELULOSA	12
IMAGEN 3. PARTES DE UNA FIBRA CELULÓSICA	13
IMAGEN 4. APLICACIONES BIOMÉDICAS Y BIOTECNOLÓGICAS. (A) APÓSITO DE NANOCELULOSA, (B) IMPLANTE DE UN COMPUESTO CON NANOCELULOSA PARA UNA PARTE DEL CEREBRO, (C) APLICACIÓN IN VIVO DE HIDROGEL DE CELULOSA PARA LA REGENERACIÓN DE LA PIEL A RAÍZ DE UNA QUEMADURA.....	17
IMAGEN 5. PAPEL REALIZADO MEDIANTE CELULOSA BACTERIANA.....	18
IMAGEN 6. APLICACIÓN DE LA NANOCELULOSA EN CHIPS DE ARSENIURO DE GALIO.....	19
IMAGEN 7. DIAGRAMA DEL PROCESO DE ELECTROHILADO	26
IMAGEN 8. NANOTECNOLOGÍA EN LA INDUSTRIA TEXTIL	28
IMAGEN 9. RESIDUOS DE POSIDONIA OCEÁNICA EN LA COSTA DE LAS PLAYAS	32
IMAGEN 10. A) BOLAS DE POSIDONIA OCEÁNICA B) HOJAS DE POSIDONIA OCEÁNICA.....	32
IMAGEN 11. ESQUEMA DEL TRATAMIENTO DE BLANQUEO DE LA PRIMERA POSIBILIDAD [52] ...	36
IMAGEN 12. ESQUEMA DE LA OBTENCIÓN DE NANOCRISTALES DE CELULOSA EN LA PRIMERA POSIBILIDAD [52].....	37
IMAGEN 13. ESQUEMA DE OBTENCIÓN DE HOLOCELULOSA DE LA SEGUNDA POSIBILIDAD	38
IMAGEN 14. ESQUEMA DEL TRATAMIENTO DE BLANQUEO DE LA SEGUNDA POSIBILIDAD.....	39
IMAGEN 15. ESQUEMA DE LA OBTENCIÓN DE NANOCRISTALES DE CELULOSA EN LA SEGUNDA POSIBILIDAD	39
IMAGEN 16. TÉCNICA PARA MEDIR EL TAMAÑO DE PARTÍCULAS	40
IMAGEN 17. TEM	42
IMAGEN 18. AFM	43
IMAGEN 19. DSC.....	44
IMAGEN 20. TERMOGRAMAS DSC DE LA PO, PO - C, PO - MCC Y C - MCC.....	45
IMAGEN 21. DRX [63][64].....	46
IMAGEN 22. DIFRACTOGRAMA OBTENIDO DE LAS (A) BOLAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA Y (B) HOJAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA.....	48
IMAGEN 23. DIFRACTOGRAMA OBTENIDO DE LA PO, PO - C, PO - MCC Y C - MCC.....	48

IMAGEN 24. FTIR – ATR.....	50
IMAGEN 25. ESPECTROS FTIR DE LAS HOJAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA SIN BLANQUEAR Y BLANQUEADAS Y LA CNC OBTENIDA EN LA 2ª HIDRÓLISIS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA EN EL RANGO DE 400 - 600 CM ⁻¹	51
IMAGEN 26. (A) ESPECTRO FTIR DE LA PO, PO - C, PO - MCC Y C - MCC EN UN RANGO DE 40 - 4000 CM ⁻¹ (B) ESPECTRO FTIR DE PO, PO - C, PO - MCC Y C - MCC EN UN RANGO DE 2000 - 400 CM ⁻¹	51
IMAGEN 27. TGA Y DTG.....	53
IMAGEN 28. (A) CURVAS TGA Y (B) CURVAS DTG.....	53
IMAGEN 29. (DE IZQ. A DRCHA.) TEJIDO DE ALGODÓN, ESTRUCTURA QUÍMICA DEL PIRROL Y NANOCELULOSA.....	56
IMAGEN 30. (DE IZQ. A DRCHA.) TEJIDO DE YUTE, RESINA (MATRIZ DEL MATERIAL COMPUESTO) Y FIBRAS DE YUTE (REFUERZO DEL MATERIAL COMPUESTO)	57
IMAGEN 31. (DE IZQ. A DRCHA.) TEJIDO DE YUTE, PALMA DATILERA Y FÓRMULA QUÍMICA DEL QUITOSANO	58
IMAGEN 32. (DE IZQDA. A DRCHA.) TEJIDO DE POLIÉSTER - FIBRA DE RAYÓN DE VISCOSA	59
IMAGEN 33. CÁMARA DE MEZCLA, EXTRUSORA CÓNICA Y PRENSA.....	60
IMAGEN 34. PELÍCULA DE NANOCELULOSA CON 20WT% PANI.....	61
IMAGEN 35. PELÍCULA OBTENIDA POR EL MÉTODO DE FILTRADO, APLICANDO VACÍO [87]	62
IMAGEN 36. IZQDA: ENSAMBLE DE LA TÉCNICA ELECTROSPINNING. DRCHA: EJEMPLO DE NANOFIBRAS OBTENIDAS POR LA TÉCNICA ELECTROSPINNING	62
IMAGEN 37. IZQDA: TÉCNICA DE TERMOCOMPRESIÓN. DRCHA: MOLDEO POR INYECCIÓN.....	65
IMAGEN 38. MÉTODO PAD - DRY – CURE.....	65
IMAGEN 39. EFECTO DE LAS DIFERENTES PROPORCIONES DEL MONÓMERO DE PIRROL Y FECL ₃ SOBRE LA CONDUCTIVIDAD DE LOS TEJIDOS DE ALGODÓN RECUBIERTOS CON POLIPIRROL Y NANOCELULOSA.....	67
IMAGEN 40. IMÁGENES SEM DEL TEJIDO TRATADO (A) SÓLO CON POLIPIRROL (B) POLIPIRROL CON FILAMENTOS DE CELULOSA (C) POLIPIRROL Y COPOLÍMERO DE FILAMENTOS DE CELULOSA/POLIACRILAMIDA (D) POLIPIRROL CON CARBOMETILCELULOSA.....	69
IMAGEN 41. TEJIDO DE YUTE RECUBIERTO CON UN (A) 0% DE NANOCELULOSA, (B) 3% EN PESO DE NANOCELULOSA, (C) 5% DE PESO DE NANOCELULOSA, (D) 10% EN PESO DE NANOCELULOSA.....	70
IMAGEN 42. RESISTENCIA A LA FLEXIÓN Y MÓDULO DE FLEXIÓN DE LOS DIFERENTES RECUBRIMIENTOS DE NANOCELULOSAS A UN TEJIDO DE YUTE	71

IMAGEN 43. (A) CURVAS TÍPICAS DE K_Q VS DESPLAZAMIENTO Y (B) TENACIDAD A LA FRACTURA (K_{1c}) DE TEJIDOS DE YUTE / EPOXY VERDE SIN TRATAR O TRATADOS CON NANOCELULOSA	72
IMAGEN 44. ABSORCIÓN DE PESO (A) Y CONTENIDO DE FÓSFORO (B) DE TELA DE YUTE TRATADA CON VARIADAS FRACCIONES DE QUITOSANO Y NANOCELULOSA FOSFORILADA.	73
IMAGEN 45. RESISTENCIA A LA TRACCIÓN (A), ALARGAMIENTO EN LA ROTURA (B) Y MÓDULO DE YOUNG (C) DEL TEJIDO DE YUTE TRATADO CON FRACCIONES VARIADAS DE QUITOSANO Y NANOCELULOSA FOSFORILADA; (D) CURVAS TÍPICAS DE TENSIÓN DEL TEJIDO DE YUTE TRATADO Y SIN TRATAR	74
IMAGEN 46. MORFOLOGÍAS SEM DE LA TELA DE YUTE SIN TATAR, TELA DE YUTE TRATADA CON UN 2% DE QUITOSANO (A), 2% DE QUITOSANO - 2% DE NANOCELULOSA FOSFORILADA (B), 2% DE QUITOSANO - 4% DE NANOCELULOSA FOSFORILADA (C) Y 4% DE NANOCELULOSA FOSFORILADA (D)	75
IMAGEN 47. DATOS CUALITATIVOS MICROBIANOS DEL TEJIDO DE YUTE SIN TRATAR Y EL TEJIDO DE YUTE TRATADO CON DIFERENTES PORCENTAJES DE QUITOSANO, NANOCELULOSA FOSFORILADA Y AMBOS.....	76
IMAGEN 48. IMÁGENES 100X DEL SUSTRATO DE POLIÉSTER TRATADAS CON NANOCELULOSA Y TEÑIDAS CON COLORANTE DIRECTO DE (A) VISTA LONGITUDINAL Y DE (B) SECCIÓN TRANSVERSAL.....	77
IMAGEN 49. MORFOLOGÍA DE LA SUPERFICIE DEL TEJIDO DE POLIÉSTER DESPUÉS DEL TRATAMIENTO DE NANOCELULOSA.....	77
IMAGEN 50. PROCESO A SEGUIR PARA EL TRATAMIENTO DE BLANQUEO DE LAS HOJAS Y BOLAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA - INFORME DE LABORATORIO.....	82
IMAGEN 51. PROCESO A SEGUIR PARA LA OBTENCIÓN DE LA NANOCELULOSA - INFORME DE LABORATORIO	82
IMAGEN 52. CARACTERIZACIÓN DE LA NANOCELULOSA DE LA POSIDONIA OCEÁNICA - INFORME DE LABORATORIO	83
IMAGEN 53. MATERIA TEXTIL A TRATAR CON LA NANOCELULOSA DE LA POSIDONIA OCEÁNICA	83
IMAGEN 54. SISTEMA DE APLICACIÓN DE LA NANOCELULOSA DE LA POSIDONIA OCEÁNICA.....	84
IMAGEN 55. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DEL TEJIDO	84

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. PROPIEDADES MECÁNICAS DE MATERIALES ORGÁNICOS.....	14
TABLA 2. COMPARACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Y MÓDULO DE YOUNG DE DIFERENTES MATERIALES.....	14
TABLA 3. COMPOSICIÓN DE LAS HOJAS Y BOLAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA.....	34
TABLA 4. RENDIMIENTO DE LAS HOJAS Y BOLAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA DESPUÉS DE LA HIDRÓLISIS	41
TABLA 5. RESULTADOS OBTENIDOS DEL AFM, TEM Y NANO ZETASIZER	43
TABLA 6. ÍNDICE DE CRISTALINIDAD ANTES Y DESPUÉS DE OBTENER LA NANOCELULOSA DE LAS HOJAS Y BOLAS DE LA POSIDONIA OCEÁNICA	47
TABLA 7. RESULTADOS OBTENIDOS EN EL FTIR DE LA IMAGEN 26.....	52
TABLA 8. RESULTADOS OBTENIDOS POR EL ANÁLISIS TGA	54
TABLA 9. CANTIDAD UTILIZADA DE MATERIA PRIMA PARA CADA UNO DE LOS PROTOTIPOS COMPUESTOS DE POSIDONIA OCEÁNICA/GLUTEN.....	63
TABLA 10. CANTIDAD UTILIZADA DE MATERIA PRIMA PARA CADA UNO DE LOS PROTOTIPOS COMPUESTOS DE POSIDONIA OCEÁNICA/POLIURETANO	64
TABLA 11. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS DIFERENTES TRATAMIENTOS AL TEJIDO DE ALGODÓN Y SIN TRATAR.....	68
TABLA 12. EFECTO DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAR Y TRATADO CON NANOCELULOSA APLICANDO TENSIÓN A DIFERENTES TEJIDOS TRATADOS.....	78
TABLA 13. ÁNGULO DE RECUPERACIÓN DEL PLIEGUE DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAMIENTO Y TRATADO CON NANOCELULOSA.....	79
TABLA 14. EFECTO SOBRE LA ABSORCIÓN DE AGUA DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAR Y TRATADO CON NANOCELULOSA.....	79
TABLA 15. EFECTO DE LA ALTURA DE ABSORCIÓN (MM) DE AGUA DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAR Y TRATADO CON NANOCELULOSA.....	79
TABLA 16. EFECTO DE LA PERMEABILIDAD AL AGUA DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAR Y TRATADO CON NANOCELULOSA.....	80
TABLA 17. EFECTO DE LA PERMEABILIDAD AL AIRE DEL TEJIDO DE POLIÉSTER SIN TRATAR Y TRATADO CON NANOCELULOSA.....	80
TABLA 18. MATERIALES Y REACTIVOS PARA LA OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA - INFORME DE LABORATORIO	81

1. Introducción

Para poner en contexto al lector, se va a explicar qué son las nanomaterias, para entender la importancia de éstas en la industria del textil y qué es la nanocelulosa, qué propiedades puede conferirle a un material, de qué formas se puede obtener y las aplicaciones que puede tener ésta en diferentes campos.

1.1. Nanomaterias en textil

Durante los últimos años, los investigadores han estudiado profundamente la nanociencia y la nanotecnología, que se basa en la manipulación de átomos y moléculas individuales para producir materiales para aplicaciones muy por debajo del nivel submicroscópico. Implican conocimientos físicos, químicos y biológicos a escalas que varían entre átomos individuales y moléculas por debajo del nanómetro, hasta aproximadamente 100 nm. También, la nanotecnología se refiere a la integración de las estructuras nanométricas en sistemas grandes. [1]

Según la National Nanotechnology Initiative (NNI), “La nanotecnología es la compresión y el control de la materia en dimensiones entre aproximadamente 1 y 100 nanómetros, donde fenómenos únicos permiten aplicaciones novedosas”. [2]

La clasificación de estos materiales puede variar dependiendo del autor. Una posible clasificación sería en la que se habla de nanomateriales de una dimensión (1D), dos dimensiones (2D) o tres dimensiones (3D), como se observa en la [Imagen 1](#). En esta clasificación se tiene en cuenta la dimensión que se tiene a tamaño nanométrico, es decir, en primer lugar, se observan distintas capas superpuestas de un material o un nanomaterial en una única dimensión (1D). Esto implica que la distancia nanométrica podría ser bien el grosor de cada una de las láminas o, como se puede observar en la imagen, la distancia que tiene entre cada una de las placas. A la derecha de la representación de un nanomaterial de una dimensión, se observa una imagen de un tipo de producto que pueden asignarse a este tipo de nanomaterial. Seguidamente, se tiene un nanomaterial con dos dimensiones (2D), lo que quiere decir que se tienen dos dimensiones nanométricas. En este caso se puede ver dos superficies tubulares, en las cuales se observa que la sección transversal, tanto si se mueve en la dimensión X o Y, es nanométrica. Por lo tanto, se encuentran dos dimensiones nanométricas, y aunque la longitud fuese infinita, la sección transversal se encuentra en plano nanométrico, por lo tanto, dos dimensiones que corresponden a medidas nanométricas, donde se encontrarían los nanotubos o nanofibras. Por último, los materiales en tres dimensiones nanométricas (3D) son aquellos en el que cualquier partícula tenga un tamaño de nanopolvo o como una nanopartícula, es decir, independientemente del eje en el que se mueva (eje X, Y o Z), va a tener dimensiones nanométricas.

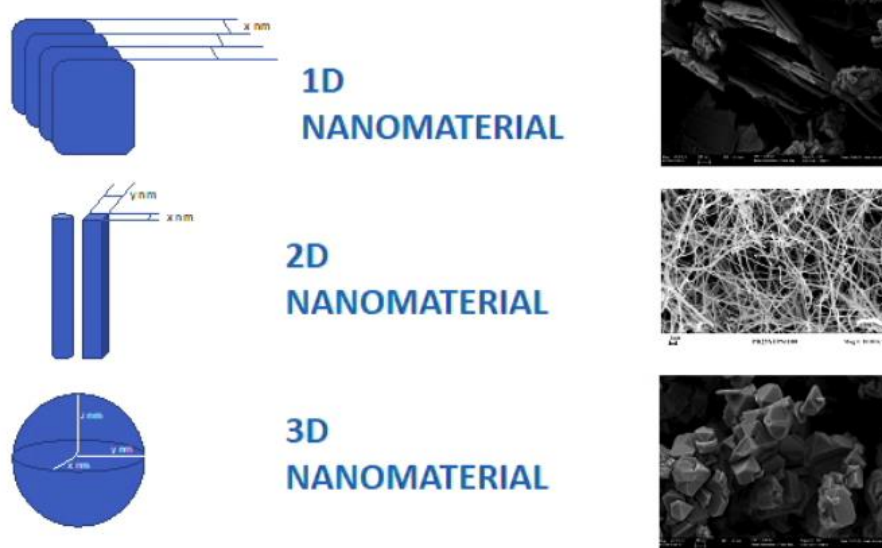


Imagen 1. Posible clasificación de los nanomateriales [3]

Por lo contrario, existe un sistema de clasificación que permite hablar de materiales en cero dimensiones (0D). Este nanomaterial corresponde a lo que comúnmente se habla como nanocluster o nanopartículas. Se trata de partículas muy individualizables y de dimensiones nanométricas, lo que en la clasificación anterior serían los nanomateriales de 3D. Después se encuentran los nanomateriales de una dimensión, que serían los que se encuentran en la clasificación anterior como nanotubos o nanocilindros. Seguidamente se encuentran los de dos dimensiones que se encontrarían las nanocapas o nanoláminas que antes se clasificaban en 1D. Por último, se ubican los nanomateriales de tres dimensiones, lo cual sería un material con las medidas convencionales en su totalidad. En esta clasificación, la importancia la tiene la dimensión predominante y, en la clasificación anterior, la dimensión nanométrica, de ahí la diferencia.

Se han observado las diferentes clasificaciones que puede tener un nanomaterial, pero la importancia de estos materiales es que son una auténtica revolución por las propiedades y por el tipo de versatilidad que dan a la hora de aplicarse en distintos sectores industriales. [3]

1.2. Nanocelulosa

En las últimas décadas, la nanocelulosa ha demostrado un buen rendimiento en numerosas aplicaciones, incluida la fabricación de papel, el tratamiento de aguas residuales, la ingeniería biomédica y la producción de energía. Los diferentes tipos de nanocelulosa son conocidos como celulosa nanocristalina, celulosa nanofibrilada y nanocelulosa bacteriana. [4]

Aunque todos los tipos son similares en composición química, son diferentes en morfología, tamaño de partícula, cristalinidad y algunas propiedades debido a la diferencia de fuentes y métodos de extracción

Existen diversos tipos de nanocelulosa que se clasifican en diferentes subcategorías en función de su forma, dimensión, función, método de fabricación, entre otras características. En 2011, la Asociación Técnica de la Pulpa y de la Industria del Papel (TAPPI) propuso unos términos estándares y sus respectivas definiciones para la nanocelulosa, como se puede observar en la [Imagen 2](#). [5]

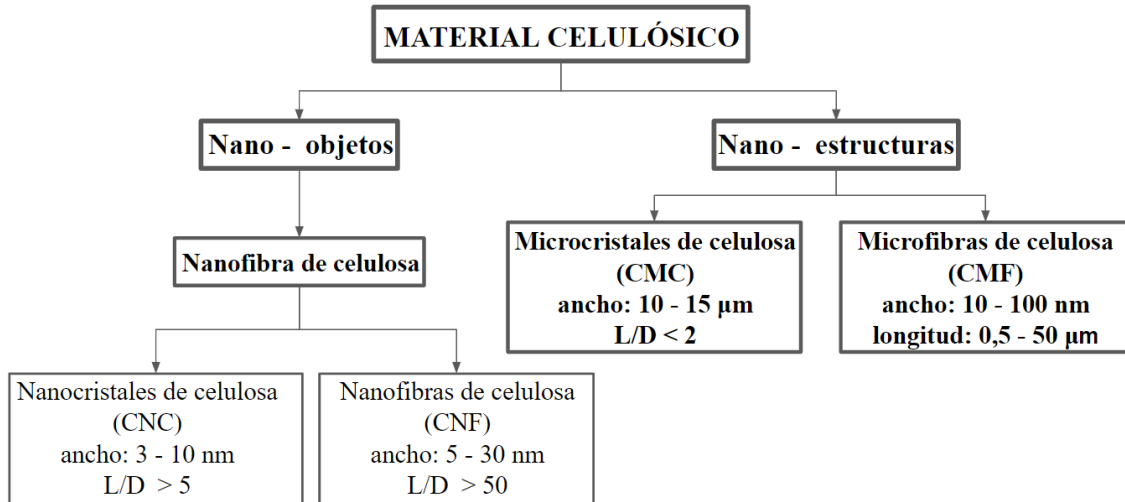


Imagen 2. Clasificación de los nanomateriales de celulosa [5]

Las moléculas de la celulosa tienen tendencia a formar enlaces por puentes de hidrógeno intra e intermoleculares, ya que cada unidad de glucosa forma enlaces intra e intermoleculares. Estos enlaces hacen un efecto importante en la reactividad que presentan las cadenas celulósicas, donde los enlaces de hidrógeno intermoleculares permiten una estructura fibrilar terciaria de alta cristalinidad, por ello se considera que la celulosa es una sustancia cristalina, aunque no es en su totalidad. [6]

Para la obtención de la nanocelulosa, se tienen que realizar diferentes tratamientos. El primero se trata de la separación de los tres componentes de la celulosa, ya que la hemicelulosa se compone de polímeros fácilmente hidrolizables, por ello se considera como una sustancia amorfa, aunque puede cristalizar junto a la celulosa. En el caso de la lignina, es un heteropolímero (proviene de varios monómeros) amorfo ópticamente inactivo, y químicamente exhibe un alto grado de variabilidad estructural. Por ello, se debe aislar la celulosa para la obtención de nanomateriales haciendo un pretratamiento, los cuales pueden ser hidrólisis ácida, básica y combinada, tratamiento con solventes orgánicos o tratamiento iónico.

Cuando se separa la celulosa de los otros componentes, se realiza la depolimerización de la celulosa, ya que contiene componentes cristalinos y no cristalinos o amorfos, es decir, está formado por regiones con una estructura ordenada (zona cristalina) y regiones con una estructura desordenada (zona amorfa).

También se debe tener en cuenta que también consta de espacios interfibrilares, permitiendo el contacto y penetración de los reactivos dentro de la estructura de la celulosa y favoreciendo la derivación.

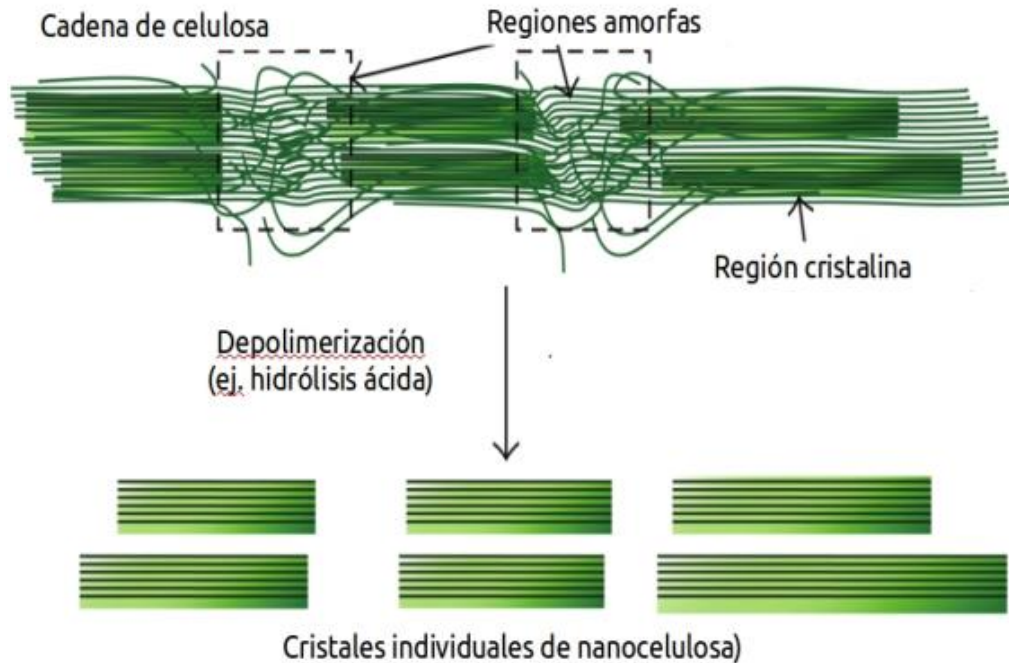


Imagen 3. Partes de una fibra celulósica [7]

Cuando se remueven las partes amorfas de un material lignocelulósico quedan las partes cristalinas, que debido a su ordenamiento tienen propiedades mecánicas muy altas. Se trata de un material muy resistente. A estas partes cristalinas se les llama nanocristales por tener las dimensiones en el rango de nanómetros. [7]

1.3. Propiedades

Las diferentes propiedades que puede proporcionar la nanocelulosa a un material son: mecánicas, térmicas y cristalinidad.

- Propiedades mecánicas

Por la cristalinidad y estructura nanométrica de la celulosa, la nanocelulosa contiene excelentes propiedades mecánicas, lo cual puede proporcionar a un material a resistir altos esfuerzos. Dependiendo de la obtención de la nanocelulosa, los resultados obtenidos pueden variar; por ejemplo, se muestra en un trabajo [8] el estudio de láminas secas de entre 20 – 200 μm , donde el módulo de elasticidad, dependiendo de del método de secado de la nanocelulosa, varían los resultados entre 16 y 18 GPa de manera isotrópica (no importa la dirección que se estudie en el análisis). Además, el esfuerzo de la tracción alcanza los 260 MPa y la deformación un 2,1%.

Comparando estos resultados con diferentes materiales ([Tabla 1](#)), se observa que la nanocelulosa tiene un módulo de elasticidad muy superior al del polipropileno, al igual que el esfuerzo a la tracción. Por el contrario, la nanocelulosa tiene un porcentaje mucho menor de elongación que todos los materiales mencionados. [5]

Tabla 1. Propiedades mecánicas de materiales orgánicos [5]

MATERIAL	MÓDULO DE ELASTICIDAD (GPa)	ESFUERZO A LA TRACCIÓN (MPa)	ELONGACIÓN (%)
Nanocelulosa	15 - 35	200 - 300	1,5 - 2,5
Polipropileno (PP)	1 - 1,5	30 - 40	100 - 600
Polietileno Tereftalato (PET)	3 - 4	50 - 70	50 - 300
Celofán	2 - 3	20 - 100	15 - 40

En otro trabajo [9], se estudiaron diferentes materiales comparando el módulo de elasticidad y resistencia a la tracción, donde se observa en la [Tabla 2](#) que en todos los materiales los nanocristales supera estas características, pero no llegan a ser superiores si se comparan con los nanotubos de carbono.

Tabla 2. Comparación de la resistencia a la tracción y módulo de Young de diferentes materiales [5]

MATERIAL	MÓDULO DE ELASTICIDAD (GPa)	RESISTENCIA A LA TRACCIÓN (GPa)
Nanocelulosa	7,5 - 7,7	110 - 220
Kevlar	3,5	124 - 130
Cable de acero	4,1	210
Fibra de carbono	1,5 - 5,5	150 - 500
Nanotubos de carbono	2 - 3	270 - 950

- Propiedades térmicas

En un trabajo de la literatura [10] se determinó que la degradación de la nanocelulosa sin realizarle ningún tratamiento se inicia entre los 290 y 298°C. La celulosa en este estudio no se funde, pero su transición vítrea (T_g) oscila entre 220 y 250°C. Estos valores son muy prometedores para materiales que tengan que someterse a altas temperaturas.

- Cristalinidad

La estructura cristalina de la nanocelulosa es una de las propiedades más prometedoras de ésta, pero puede variar por su fuente de obtención. [5]

1.4. Materia de obtención

La obtención de la nanocelulosa se puede realizar por diferentes vías: vía biotecnológica, vía natural y vía química.

- Vía biotecnológica

La nanocelulosa obtenida por vía biotecnológica, o también conocida como celulosa bacteriana (BC), se produce a través de microorganismos de los géneros *Acetobacter*, *Rhizobium*, *Sarcina* y *Agrobacterium*, de los cuales la más eficiente es la perteneciente a la familia *Acetobacter Xylinum*, que utiliza azúcares simples como la fructosa, el manitol y algunos alcoholes como la fuente de carbono, que produce polímeros de residuos de glucosa con cadenas lineales unidas por enlaces covalentes. Estas cadenas, al unirse forman microfibrillas, las cuales tienen y hacen que los materiales se doten de características especiales. Aunque el biopolímero tenga la misma estructura química que la celulosa de origen vegetal, presenta propiedades fisicoquímicas diferentes como la de proporcionar protección mecánica, química y biológica por sus agregados extracelulares.

Dentro de la especie *Acetobacter xylinum*, la bacteria más eficiente es la bacteria gran – negativa *Gluconacetobacter xylinum sucrofermentans*, aerobio que se ocupa de realizar la fermentación oxidativa de diversos azúcares y alcoholes, pudiendo producir celulosa tanto en medios sólidos como líquidos. La estructura depende del medio de cultivo, ya que, en estático se genera una película de celulosa en la interfase aire/líquido del medio; en el caso de un medio agitado se producen grumos de celulosa dispersos en el líquido. [11]

- Vía natural

Se basa en la extracción y purificación de la nanocelulosa proveniente de la nata de coco. Se distingue esta categoría de la vía biotecnológica ya que, en este caso se debe realizar un proceso de síntesis, en el cual es necesaria una fuente de carbono para la obtención de la celulosa.

En este caso, se obtiene la nata de coco a partir de la fermentación de la especie *Acetobacter xylinum* en un medio de cultivo formado por leche o agua de coco, además de agua y sulfato de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. El resultado final es la producción de una sustancia que se utiliza para la alimentación conteniendo celulosa bacteriana.

- Vía química

En este caso se utilizan muchas fuentes de celulosa con la adición de ciertos ácidos. Existe una gran variedad de fuentes de celulosa, donde las plantas lignocelulósicas cobran bastante importancia, ya que la gran mayoría contienen un alto porcentaje de celulosa. En los últimos años, se le ha dado importancia al estudio de diferentes residuos agrícolas para una alta producción de celulosa cristalina, como la cáscara de coco, la paja de arroz, la caña de azúcar y otros.

Los ácidos utilizados, los procesos a realizar y las condiciones de trabajo en esta vía varían dependiendo del autor, ya que la extracción de la celulosa varía notablemente en la fuente de celulosa utilizada. [5]

1.5. Aplicaciones en distintos campos

La estructura de la nanocelulosa proporciona excelentes propiedades a los materiales a escala nanométrica. Respecto a la celulosa de las plantas, la nanocelulosa contiene una alta pureza, un alto grado de cristalinidad y gran capacidad de unión con el agua, dando como resultado una alta capacidad de carga. Teniendo en cuenta también que es biocompatible, transparente, conformable y no tóxico, todas estas propiedades hacen que en un futuro la nanocelulosa sea un material básico en diferentes campos, especialmente los relacionados con aplicaciones biomédicas y biotecnológicas.

- Aplicaciones biomédicas y biotecnológicas

Cuando se investigó que la nanocelulosa podía actuar como un hidrogel altamente biocompatible, se estudiaron sus propiedades a nivel biomédico. Diferentes científicos consideran que la nanocelulosa es una alternativa interesante al polímero sintético, ya que éste puede producir diferentes reacciones alérgicas y no cumple sus funciones a largo plazo; por el contrario, con la nanocelulosa nos encontramos un biopolímero biocompatible.

Las diferentes características estructurales que se van a ver a continuación de la nanocelulosa hacen que sea un material competitivo en el sector de la medicina en diversas aplicaciones. Las características son:

- Estructura reticular ultrafina, dado como resultado por una alta cristalinidad y una orientación uniaxial de las subfibrillas de la celulosa obtenida.
- Insolubilidad, gran elasticidad y transparencia después de la purificación de las fibras de celulosa por el espesor nanométrico de la nanocelulosa.
- Hidrofilicidad por los microporos que se encuentran en su estructura.
- El hidrogel, al contener un 95% de agua, con una mínima presión sobre éste permite la salida del agua.
- La inexistencia de la lignina, hemicelulosa y pectina que se encuentra en la fibra vegetal junto a la celulosa.
- Gran pureza del material, permitiendo la no toxicidad cuando se aplica en productos.
- Alta resistencia a la tracción, que por ende da lugar un alto valor en el módulo de Young por su estructura reticular ultrafina.
- Permite modificaciones químicas y físicas durante la cultivación de la celulosa.

Algunos ejemplos en este campo sería la realización de apósitos de nanocelulosa para la curación de heridas, implantes que realizan la función de tejidos u órganos dañados basados con nanocelulosa o implantes para la regeneración de tejidos dañados en el cuerpo humano con un anclaje a estos con nanocelulosa.

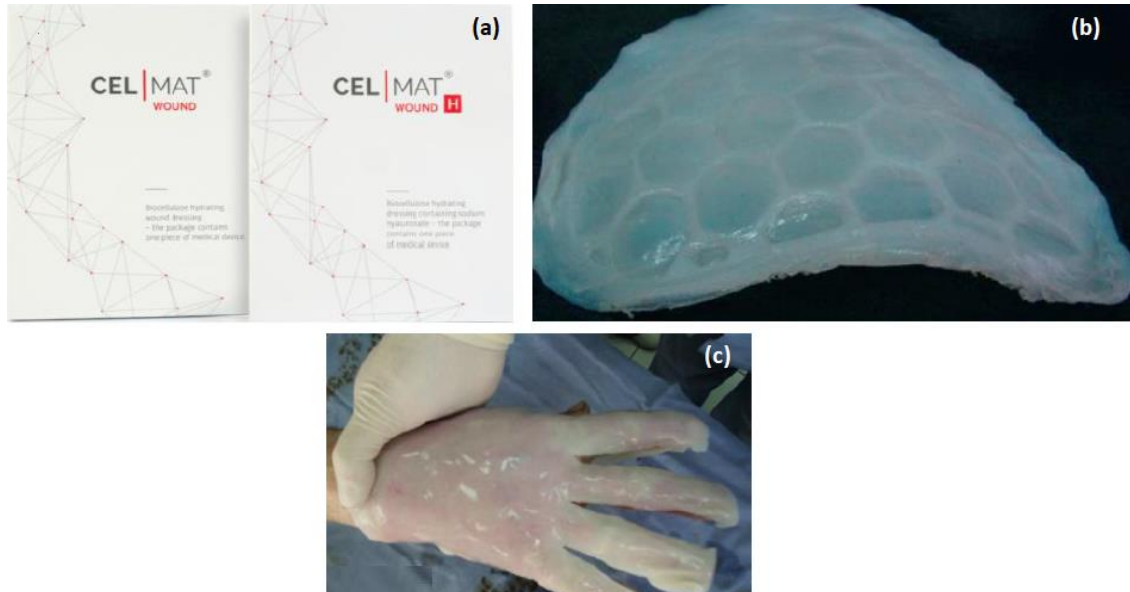


Imagen 4. Aplicaciones biomédicas y biotecnológicas. (a) Apósito de nanocelulosa, (b) Implante de un compuesto con nanocelulosa para una parte del cerebro, (c) Aplicación in vivo de hidrogel de celulosa para la regeneración de la piel a raíz de una quemadura [5]

- Aplicaciones como material de refuerzo

En polímeros renovables se utiliza como material de refuerzo la nanocelulosa, ya que da buenos resultados si se compara las propiedades mecánicas con polímeros que proceden del petróleo. Los polímeros renovables que se pueden utilizar como ejemplo serían el ácido poliláctico (PLA) o el polihidroxibutirato (PHB), éstos son frágiles, tienen una temperatura de distorsión de $\approx 60^{\circ}\text{C}$ y una elongación entre el 1 - 2%. Con estos materiales y utilizando un material de refuerzo, se puede obtener un material con mejores propiedades a las que tienen los mismos materiales sin refuerzo. Con ello, se obtienen materiales con propiedades similares a los polímeros que se obtienen a raíz del petróleo.

Tanto las nanofibras de celulosa como la nanocelulosa bacteriana son fuentes ideales para utilizarlas como material de refuerzo por su baja densidad ($\approx 1,5 \text{ g/cm}^3$), su renovabilidad, biodegradabilidad y por su baja toxicidad.

- Aplicaciones para la industria del papel

El papel es uno de los productos que más se utiliza día a día a fechas de hoy que, con la adición de nanocelulosa como aglutinante a la pasta de papel le da propiedades de mayor resistencia y durabilidad, además de proporcionarle brillo y reducir su gramaje.

La industria de la pulpa y el papel produce grandes cantidades de materiales celulósicos que se obtienen a partir de diversas fuentes. A día de hoy se realizan muchos embalajes por el avance de la tecnología y de los transportes, por lo que se está produciendo un aumento en esta industria y se han estudiado diferentes estudios de la celulosa bacteriana para obtener papel, reduciendo los productos químicos al disminuir los restos de papel en su fabricación y dando como resultado una retención de partículas finas en su formación.



Imagen 5. Papel realizado mediante celulosa bacteriana [5]

- Aplicaciones en la industria electrónica

Este es uno de los campos más interesantes de estudiar, ya que la gran mayoría de los materiales que se utilizan en los aparatos electrónicos no se descomponen durante cientos de años y terminan en la basura. Hace unos pocos años, se han empezado a estudiar materiales con nanocelulosa biodegradables sin aplicar un alto contenido en metales para no tener conflicto en las normativas de diferentes países.

También se ha estudiado la fabricación de chips de arseniuro de galio utilizando una base de nanocelulosa, aunque sea una vía bastante cara hoy en día. El silicio es un elemento que puede producir problemas a los seres vivos, y aunque sea el semiconductor más importante, la alternativa planteada es interesante ya que puede eliminar el problema de toxicidad y obtener un material biodegradable con la nanocelulosa. [5]

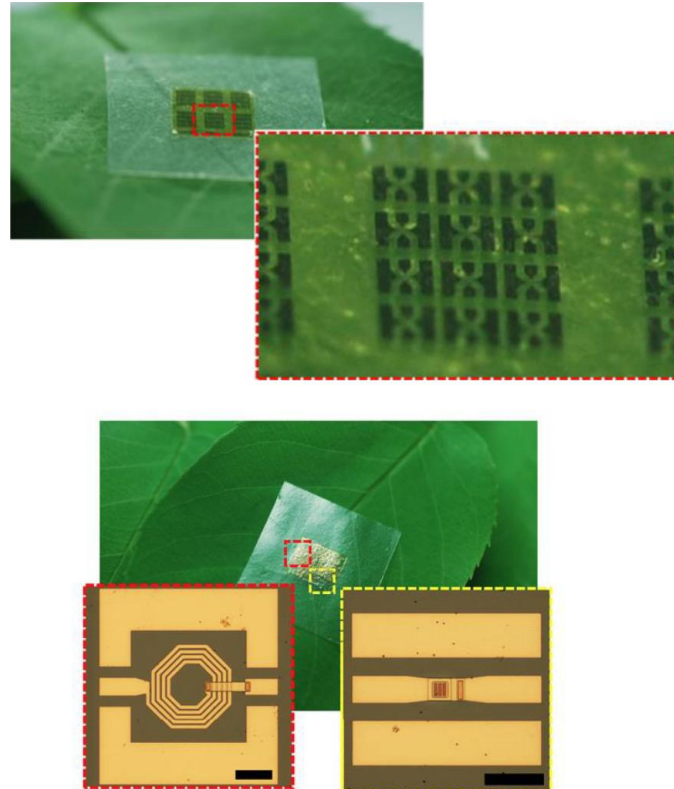


Imagen 6. Aplicación de la nanocelulosa en chips de arseniuro de galio [5]

2. Estado de arte (trabajos científicos)

2.1. Síntesis de obtención

Para la obtención de la nanocelulosa, dependiendo de la fuente de obtención, el objetivo que se quiera conseguir y el proceso que se utilice para la obtención existen infinitos métodos, procediendo a explicar diferentes métodos estudiados por diferentes autores.

- MOLIENDA

En el caso de obtener papel de nanofibra ópticamente transparente, las propiedades de la alta resistencia (223 MPa), alto módulo de Young (13 GPa), la transferencia de calor similar a la del vidrio (8,5 ppm/K) y ópticamente transparente son interesantes para sustituir el vidrio y los plásticos (ya que el vidrio es frágil y los plásticos sufren daños a altas temperaturas). Se ha utilizado en un informe como fuente de obtención la harina de madera, ya que se pueden extraer nanofibras uniformes de estructura compleja. Para ello, un sistema a utilizar sería primero tamizar la harina, desparafinar ésta con una mezcla de tolueno/etanol con relación 2:1 durante 6 h. Seguidamente se usa el clorito de sodio (NaCl_2) para eliminar la lignina y un tratamiento alcalino con un 5% de peso de hidróxido de potasio (KOH) a 208°C durante 24h para la eliminación de la hemicelulosa. Con ello, se filtran las muestras resultantes y se enjuagan con agua destilada hasta obtener la neutralización de éstas. Siguiendo este procedimiento se obtiene entre un 80 – 85% de celulosa (según lo determinado, con un 17,5% de NaOH). Para que las láminas de nanofibras de celulosa sean translúcidas, las fibras de celulosa fibriladas se dispersan en agua con un contenido de fibra del 0,1% en peso y se mantiene la suspensión en agitación durante la noche. Se filtraron al vacío 240 g de suspensión durante 3 – 4 h con un filtro de membrana de politetrafluoroetileno hidrófilo. Para obtener las nanofibras de celulosa transparentes y no translúcidas, se pulieron con un papel de lija (grano 4000 seguido de grano 15000). [12]

- HIDRÓLISIS ENZIMÁTICA CON CIZALLAMIENTO MECÁNICO

Para aprovechar las atractivas propiedades mecánicas que puede tener la nanocelulosa, se combina una hidrólisis enzimática suave y un cizallamiento mecánico con una homogeneización a alta presión, dando una fibrilación controlada a nanoescala y una red de elementos de celulosa largos y altamente entrelazados. Con ello, se obtienen unos geles acuosos fuertes que exhiben más de 5 órdenes de magnitud de módulo de almacenamiento ajustable al cambiar la concentración. Para ello, se utilizan las fibras de pulpa de madera típicas, con una dimensión lateral de aproximadamente 5 nm y para los agregados de fibrillas de aproximadamente de 20 nm. En esta experimentación, la pulpa de celulosa blanqueada se utiliza como fuente de celulosa microfibrilada.

Para la preparación del gel, la delaminación de la pared celular se realiza tratando la pulpa de sulfito en cuatro pasos; Primero, se realiza un paso de refinamiento para aumentar la accesibilidad de la pared celular al subsiguiente con endogluconasa monocomponente. Posteriormente, se utiliza el tratamiento enzimático, con 11 mM de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) y 9 mM de fosfato disódico (Na_2HPO_4) para que el pH esté entre 6,8 – 7,2. Como enzima se utiliza una endogluconasa monocomponente para obtener la purificación y, finalmente, se utiliza un microbicida. Seguidamente, se realiza una segunda etapa de refinación y finalmente la pulpa pasa por un homogeneizador de alta presión. La suspensión de celulosa al 4% en peso se refina mecánicamente. A continuación, para eliminar la endogluconasa monocomponente, se añade una enzima dos veces. Finalmente, para evitar el crecimiento bacteriano en el material, se añade un microbicida y el material obtenido pasa a través de un fluidificador de alta presión.

Para las aplicaciones que requieran tener las fibras muy entrelazadas y con una resistencia mayor a la utilizada habitualmente, con la hidrólisis menos agresiva se ha estudiado que los conceptos mantienen una alta relación de aspecto entre las fibrillas y los agregados, lo que potencialmente permite puntos de unión fuertes o incluso permanentes para las redes. [13]

- HIDRÓLISIS ÁCIDA

La fibra de Curauá se utiliza como materia prima aplicada a los compuestos de polímeros por las industrias textil y automotriz. En este trabajo, las fibras se mercerizan con soluciones de NaOH y luego se someten a una hidrólisis ácida, ya que la hidrólisis ácida destruye las regiones amorfas alrededor de las microfibras de celulosa, manteniendo intactos los cristaliticos por su selectividad. Los nanocristales que se obtienen en este proceso varían entre 100 – 400 nm de longitud y menos de 10 nm de ancho. El uso de ácido clorhídrico (HCl) para la hidrólisis aumenta la estabilidad térmica de las nanoestructuras de celulosa, pero los iones de cloruro se eliminan fácilmente mediante lavados repetidos con agua, lo que da un resultado de aglomeración de éstas porque la fuerza electrostática no es suficiente para causar repulsión entre las partículas.

Este tratamiento consiste en una mezcla de ácidos en la pulpa de Kraft de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (65% en peso) y HCl (4 N), en las cuales se obtienen nanopartículas esféricas de celulosa. Para ello, el tratamiento alcalino de las fibras de Curauá consiste primero en una molienda en un molino de cuchillos, para obtener un tamaño aproximado de 2mm en las fibras. Seguidamente, las fibras se secan en un horno de circulación de aire a 50°C durante 4 h. Con ello, se pretratan las fibras con un 17,5% en peso de solución acuosa de NaOH a 70°C durante 1h bajo agitación continua, filtrada y con lavados con agua destilada hasta que se obtiene un pH neutro. Luego, se secan a 60°C en una circulación de aire durante 24 h o hasta un peso constante.

Para la obtención de las nanofibras de Curauá, se utiliza la combinación de los ácidos de H_2SO_4 y HCl con relación (2:1) a 45°C bajo agitación mecánica durante 75 minutos.

Posteriormente, las soluciones se diluyeron en 5 partes de agua fría a una parte de solución ácida, las cuales se lavan por centrifugación a 10000 rpm durante 15 minutos. El sobrenadante se remueve del sedimento y se reemplaza por agua destilada. La suspensión se agita vigorosamente durante 1 h y se realiza una diálisis. Para eliminar el ácido libre de la suspensión, en la diálisis se utilizó agua corriente y, con la suspensión neutral, se agita vigorosamente durante 1 h y, con varias gotas de cloroformo, se almacena en un refrigerador. La mezcla de los dos ácidos da como resultado nanofibras más estables técnicamente y con una carga superficial, siendo más estables térmicamente y obteniendo menos aglomeraciones que utilizando solo el HCl. [14]

- HOMOGENEIZACIÓN DE ALTA CIZALLADURA

Otra forma que se ha estudiado de obtener nanopelículas de celulosa es a partir de la paja de trigo mediante una explosión de vapor junto una alta homogeneización de cizallamiento. Esta técnica es interesante para utilizarse como materiales de refuerzo para diferentes matrices poliméricas termoplásticas y termoendurecibles.

En primer lugar, se lava la paja de trigo a fondo para eliminar impurezas extrañas y se secan antes de realizar los tratamientos. El tratamiento mediante una explosión de vapor se hace en dos pasos; en primer lugar, las fibras con una longitud de 2 – 5 cm se remojan en una solución al 2% de NaOH durante la noche y luego se trata en una solución de 10 – 12% de NaOH (con relación fibras:solución del 1:8) en un autoclave a una presión de 20 bar durante 4 h a $200\pm 5^{\circ}\text{C}$, para poder eliminar el exceso de impurezas de las fibras y provocar un hinchamiento en las fibras que permite que los tratamientos posteriores sean fáciles. En segundo lugar, se aplica con las fibras blanqueadas un tratamiento alcalino de la pulpa mojando las fibras en una solución al 8% v/v de H_2O_2 y se mantiene durante la noche para eliminar cualquier residuo de lignina y hemicelulosa que pueda estar presente. Seguidamente, se realiza una explosión de vapor en medio ácido, que consiste en la pulpa blanqueada resultante tratarla con un 10% de HCl (1N) y se introduce en un equipo de ultrasonido a $60\pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 5 h para ayudar a la dispersión y separación de las nanofibras por la introducción de ésteres de sulfato al azar en la superficie, obteniendo suspensiones no floculantes. Posteriormente, se lavan varias veces los materiales obtenidos con agua destilada para neutralizar el pH final y luego se seca. Finalmente, las fibras obtenidas químicamente se suspenden en el agua con agitación continua con un homogeneizador de alto cizallamiento durante 15 min para romper los aglomerados de las fibras y, obteniendo finalmente las nanofibras. Con todo ello, se consigue una mejor estabilidad térmica de las fibras. [15]

- MICROFLUIDIZACIÓN

También se han realizado estudios sobre la comparación de los bigotes de celulosa con la celulosa microfibrilada (MFC) respecto sus propiedades térmicas y mecánicas.

Los nanocompuestos de base biológica presentan una biodegradabilidad, con una transición vítrea (T_g) de -60°C y una temperatura de fusión (T_m) de alrededor de 60°C . Las propiedades físicas y la disponibilidad comercial hacen que sean muy atractivos como material sustitutivo de los polímeros no degradables.

Los bigotes de celulosa son nanopartículas alargadas en forma de varilla cristalina, las cuales se obtienen en el estudio utilizando, en primer lugar, un molino de corte para cortarlas y obtener partículas finas de las fibras. Estas fibras, se tratan con una solución del 4% en peso de NaOH a 80°C durante 2 h bajo agitación mecánica, repitiéndolo tres veces para purificar la celulosa. Seguidamente, las fibras se filtran y se lavan con agua destilada hasta que el álcali se consigue eliminar. Una vez teniendo la celulosa pura, se realiza un blanqueo de éstas que consiste en partes iguales de un tampón de acetato, clorito acuoso (1,7% de peso en agua) y agua destilada, bajo agitación mecánica durante 4 h y a 80°C , repitiéndose 4 veces este proceso. Después de cada repetición, las fibras se filtran y se lavan con agua destilada. Posteriormente, se lleva a cabo la hidrólisis ácida con H_2SO_4 al 65% en peso a 50°C durante 40 minutos bajo un sistema de agitación mecánica. La suspensión se diluye con cubitos de hielo para detener la reacción y se realizan lavados hasta la neutralidad por sucesivas centrifugaciones a 10000 rpm a 10°C durante 10 min, dializándolas con agua destilada. Finalmente, la suspensión se homogeniza durante 5 min y se filtra usando un filtro de vidrio, añadiendo unas gotas de cloroformo antes de almacenar la suspensión a 4°C .

La celulosa microfibrilada (MFC) consiste en nanopartículas flexibles largas que hechas de cadenas alternas cristalinas/ amorfas. Para su obtención, se utiliza un 2% de las fibras de sisal blanqueadas bombardeándolas a través de un proceso microfluidificador, donde las válvulas se encuentran a una alta presión. La reducción de tamaño de los productos se hace en una cámara de interacción utilizando células de diferentes tamaños (400 y 200 μm), donde los ciclos de bombeo son variados para optimizar el proceso de fibrilación.

En ambos casos, para obtener una modificación química de la superficie, se utiliza un procedimiento de intercambio de disolventes del agua al tolueno para evitar el secado de las nanopartículas. Para ello, se realiza una suspensión acuosa con la cantidad deseada de las nanopartículas de celulosa, que se intercambian con acetona y luego con tolueno seco con varias centrifugaciones sucesivas y redistribución de operaciones. Finalmente, se realiza la sonicación después de cada paso de intercambio de disolvente para evitar la agregación.

Los resultados obtenidos es que los bigotes de celulosa inducen un efecto de refuerzo, aumentan la transición vítrea, temperatura de fusión y grado de cristalinidad, al igual que sus propiedades mecánicas (rigidez y ductilidad). También, al realizar una comparación de los bigotes de nanocelulosa y de MFC, el módulo es mayor para los compuestos reforzados con MFC que con bigotes de celulosa. [16]

- TRATAMIENTO QUÍMICO ULTRASÓNICO (SONICACIÓN)

En este estudio se aíslan las nanofibras de celulosa de cuatro tipos de fibras vegetales naturales mediante un proceso químico – ultrasónico. Estas fibras son interesantes por sus propiedades, ya que se espera que sean adecuados para su uso en nanocompuestos verdes, medios de filtración y películas ópticamente transparentes.

Las fibras de celulosa nativas que se utilizan son la madera, el bambú, la paja de trigo y las fibras de lino, las cuales al recolectarlas se secaron al aire y se almacenaron a temperatura ambiente.

La purificación química se realiza, en primer lugar, desparafinando en un aparato Soxhlet con una mezcla 2:1 (v/v) de benceno y etanol durante 6h. Luego se elimina la lignina en las muestras usando una solución acidificada de clorito de sodio (NaClO_2) a 75°C por 1 h, repitiendo este proceso durante 5 veces, ya que es hasta que los productos se encuentran blancos. A continuación, las muestras se tratan en hidróxido de potasio al 2% de peso a 90°C durante 2 h para eliminar las hemicelulosas, el almidón residual y la pectina. Para la obtención de la celulosa altamente purificada, se tratan adicionalmente con una solución acidificada de NaClO_2 a 7°C durante 1 h, y seguidamente se tratan con un 5% en peso de hidróxido de potasio (KOH) a 90°C por 2 h. Después de los tratamientos químicos, las muestras se filtran y se enjuagan con agua destilada hasta llegar a su neutralidad.

En segundo lugar, se realiza la fibrilación ultrasónica, que consiste en dejar las fibras en remojo en agua destilada (1% en masa) y sonicar las suspensiones obtenidas durante 30 min usando un procesador ultrasónico y una potencia de salida de 1000 W para aislar las nanofibras. En el tratamiento ultrasónico se lleva en un baño de hielo que se mantiene durante todo el tratamiento.

Finalmente, la cristalinidad de las nanofibras aumenta más del 60%, como sus propiedades térmicas, ya que las temperaturas de degradación térmica son superiores a 330°C y las de las fibras naturales sin tratar de aproximadamente 210°C . [17]

- NANOFIBRAS DE ALMIDÓN PARA REFORZAR MATERIALES

El almidón es un agropolímero ampliamente disponible, renovable, de bajo coste y biodegradable, el cual se considera una alternativa prometedora de los polímeros sintéticos para aplicaciones de envasado. El material resultante se conoce como almidón termoplástico, pero es limitado en aplicaciones industriales. Por ello, se han investigado varias estrategias para minimizar o incluso superar sus características.

Para la preparación de las nanofibras de celulosa, en el estudio que se va a nombrar, se extrajeron de las fibras de celulosa presentes en el bagazo de yuca.

Se dispersan aproximadamente 10 g de bagazo de yuca en 200 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 6,5 M en un matraz bajo agitación mecánica.

La hidrólisis se realiza a 60 °C bajo agitación vigorosa durante 40 min. El exceso de H_2SO_4 se elimina de la suspensión resultante por centrifugación a 800 rpm durante 10 min. Después, la suspensión se somete a diálisis con agua destilada usando una membrana de celulosa hasta que el pH alcanza el 6-7. La suspensión resultante se somete a un tratamiento ultrasónico durante 5 min y se almacena en un refrigerador.

Después de preparar la adición de nanofibras de celulosa en la matriz de almidón termoplástico, el resultado es que se obtiene una disminución del carácter hidrofílico y de capacidad de absorción del almidón termoplástico. [18]

- ELECTROHILADO CON DIFERENTES POLÍMEROS

El principio básico del enfoque electrohilado se basa en la fuerza electrostática que funciona en la solución del polímero. El objetivo en este trabajo es generar las fibras compuestas naturales por electrohilado. Las fibras compuestas naturales utilizadas son la pulpa de madera blanca y el nylon 6,6.

La pulpa de madera se tritura por un molino de cuchillas y utilizando una malla de 80 se obtiene una muestra triturada. El nylon 6,6 (95% en peso) se disuelve en 100 mL de ácido fórmico (CH_2O_2), seguido de la adición de pulpa de madera blanca (5% en peso). Seguidamente, la mezcla de la solución de polímero se agita continuamente durante 24 h a T^a ambiente.

Un diagrama esquemático del proceso de electrohilado se muestra en la [Imagen 7](#). El aparato de electrohilado consiste en una fuente de alimentación de corriente continua (CC) de alto voltaje, una aguja de metal, una bomba de jeringa ajustada digitalmente y un colector de cobre conectado a la tierra eléctricamente.

La solución de polímero mezclado fue alimentada a través de la punta de la aguja por la bomba de la jeringuilla a una velocidad de flujo especificada. A medida que se mejora el campo eléctrico entre la punta de la aguja y el colector, las fibras compuestas cargadas eléctricamente se generaron y se recogieron en el colector. Las fibras compuestas electrohiladas se generan aplicando tres voltajes diferentes (12 kV, 15 kV y 18 kV) para este estudio. La velocidad de flujo de la solución de polímero fue de 0,200 mL/h. El colector de muestras se coloca en tres ubicaciones diferentes (7, 11 y 15 cm) desde la punta de la aguja. [19]

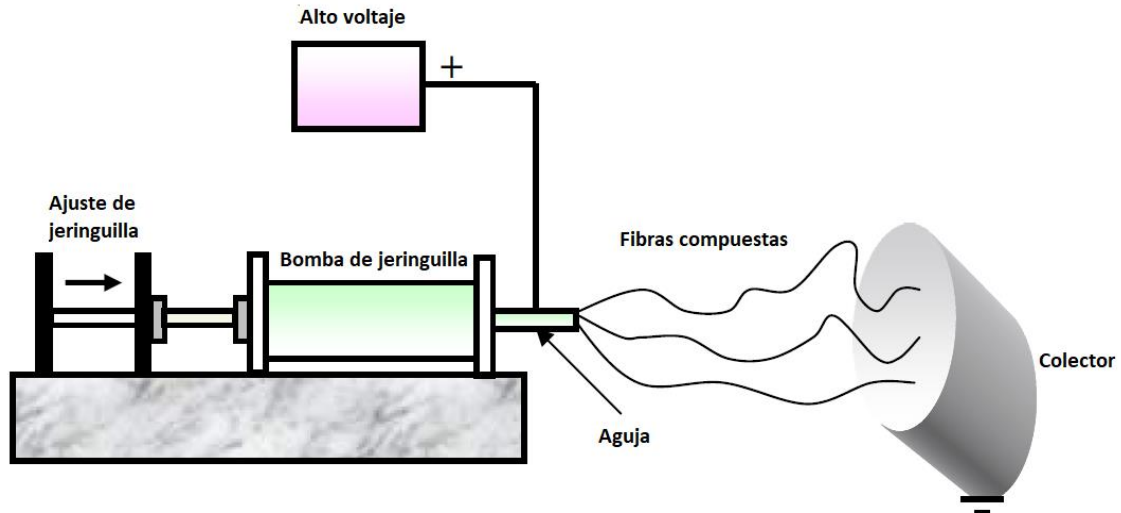


Imagen 7. Diagrama del proceso de electrohilado [19]

2.2. Aplicación en textil

La ciencia y la tecnología se encuentran unidas en muchas actividades humanas, y en la industria textil se encuentra en una de éstas. En el campo textil se encuentra cada vez más eficiente el uso de las nanotecnologías y nanociencias donde se han desarrollado nanofibras, nanocompuestos, nanopolímeros, nanohilos, nanotubos, nanocolorantes, nanoaditivos para antioxiógeno, antiluz, etc.

Las industrias textiles a través de las fibras fueron de las primeras en aplicar efectivamente estos avances, dando a los clientes prendas innovadoras en el vestido, calzado o accesorios dotados con sensores microelectrónicos que combinan con la elegancia o la moda, logrando el confort a las personas.

Con todo esto, tenemos en la cadena que constituye a la ingeniería textil (fibra – textil – acabado – confección) distintos grados de desarrollo, como son las fibras, hilatura – tejidos y acabado.

- Nanotecnología en fibras

Las fibras que se realizan utilizando la nanotecnología poseen una mayor capacidad de absorción con respecto a las fibras sintéticas, ya que están hechas por una gran cantidad de nanocapas que retienen la humedad con mayor facilidad.

Las nanofibras contienen diferentes funciones como son: absorción de rayos UV, propiedades antivirales, antibacteriales, anti – olor y retardantes a la llama.

Éstas pueden estar constituidas por polímeros naturales o sintéticos o por fibras con nanopartículas y su tamaño habitual está entre 50 – 500 nm.

Se han desarrollado nanofibras de polímeros que pueden tener una elongación de 1,500%, que en comparación a los hilos sintéticos normales es mucho mayor, ya que el valor de éstos es de un 600%.

- Nanotecnología en hilatura y tejidos

Con respecto a la hilatura, se aplica el uso de nanotubos de carbono cuyas nanopartículas controlan con mayor facilidad la liberación de fragancias, biocidas y fungicidas sobre los tejidos. Además, previenen la proliferación de bacterias.

Para mejorar las funciones de un nanotejido, se suele aplicar el método de nano – encapsulación, el cual consta en añadir microcápsulas a los tejidos que hacen la función de que, cuando el tejido se somete a una fricción baja o alta, las cápsulas se van rompiendo y el producto que se encuentra en el interior, ya sea hidratante, colorante o aromático, se va liberando poco a poco.

También se encuentran las microcápsulas de parafina, que su función es mantener una temperatura constante. Esto sucede porque la parafina es apta para cambiar de estado, es decir, de sólido a líquido o viceversa. Este tipo de tejidos se utilizan para cuando una persona se somete a temperaturas extremas (tanto bajas como altas), las microcápsulas hacen la función de mantener el cuerpo en la temperatura corporal de 20°C.

Las telas que contiene la nanotecnología de sustancias colorantes que reaccionan con la temperatura y obteniendo colores diferentes en la misma prenda, se pueden utilizar nanocristales obteniendo colores puros y brillantes totalmente diferentes a los que producen los pigmentos convencionales. También existen con esta tecnología las telas que expulsan perfumes y aromas con el calor que desprende el cuerpo humano.

- Nanotecnología en acabados

Al igual que en la hilatura y tejidos, en los acabados también se utilizan nanopartículas que se encuentran en la superficie o como monocapas, dando como resultado tejidos inteligentes con propiedades multifuncionales, como la resistencia UV, repelencia a líquidos, propiedad anti – arrugas, anti – bacterianas, etc.

La mayoría de los acabados están relacionados directamente con la microelectrónica, dando productos como los chalecos que avisan cuando una bala se acerca, o que cuando detectan una situación de peligro hacen sonar una alarma, camisetas que miden la presión arterial y el ritmo cardíaco, etc.

Las prendas que contienen microelectrónica tienen conexiones de tan baja energía que es imposible recibir descarga cuando las llevas puesta, aunque se mojen.

En resumen, las propiedades de materiales compuestos por nanotecnología son:

- Antimicrobianos (No dejan desarrollar olor a transpiración).
- Anti – ácaros (Para personas alérgicas).
- Anti – UV (Protección solar).
- Luminiscencia (Emitir luz al tener energía absorbida. Se usa para seguridad).
- Reflectancia (Reflejar luz).
- Auto – limpiante (No permite la penetración de manchas).
- Microencapsulado (Mantener la temperatura corporal).
- Materiales transpirables (Impermeables al agua, pero no al vapor de agua).
- Eliminación estática.
- Evitar las arrugas. [20]



Imagen 8. Nanotecnología en la industria textil [20]

Las fibras utilizadas en la industria textil se han visto mejoradas por la nanotecnología que aporta la nanocelulosa, ya que combina que es de bajo coste, ligera, con una buena conductividad eléctrica, respetuosa con el medio ambiente y con una alta resistencia, habiendo así un inmenso alcance de posibles aplicaciones. Ciertos textiles inteligentes que contienen nanocelulosa pueden, aparte de aumentar sus propiedades mecánicas, obtener propiedades muy interesantes como se informan algunas de ellas a continuación: [21]

- TEXTIL CON NANOCELULOSA – PRODUCTO HIDROFÓBICO

A partir de una modificación química de la nanocelulosa, se puede obtener un textil con propiedades autolimpiantes, antiincrustantes, repelentes al agua y de fricción, lo cual es muy interesante para aplicaciones textiles. Para la obtención de esta nanocelulosa, se deben realizar duros tratamientos químicos y físicos para obtener uniones de moléculas de baja energía superficial como son los agentes fluorados, silanos, cadenas hidrofóbicas orgánicas, etc. [22]

- TEXTIL CON NANOCELULOSA – BLOQUEADOR UV

Se ha estudiado que la nanocelulosa junto al óxido de zinc (ZnO), a partir de un proceso de extrusión controlado por presión, forma una estructura de red heterogénea, mostrando una característica sinérgica de alta transparencia óptica y excelente bloqueo a los rayos UV en un amplio rango de 200 a 375 nm. [23]

- TEXTIL CON NANOCELULOSA – PRODUCTO RETARDANTE A LA LLAMA

La obtención de un material textil que sea retardante a la llama sin deteriorar la resistencia mecánica (que es lo que sucede al adicionar fósforo a los materiales poliméricos) ocurre con nanofibras de celulosa aditivadas con una síntesis de nanoplacas de óxido de grafeno reducido en fosfato de circonio (ZrP – RGO). Estas nanofibras de celulosa aditivadas altamente alineadas contribuyen a suprimir la transferencia de calor y masa entre la zona de la llama y la matriz subyacente, provocando reducciones de un 75,1% en tasa máxima de liberación de calor, un 71,4% en tasa máxima de liberación de humo y en un 54,6% en tasa máxima de producción de CO. [24]

- TEXTIL CON NANOCELULOSA – ANTIMICROBIANO

A partir de tejidos de celulosa terminados por nanocelulosa conjugada con alicina (capaz de matar diferentes microorganismos) se ha obtenido un textil antimicrobiano en el que se ha estudiado tanto su durabilidad de la actividad antimicrobiana al proceso de lavado como su capacidad antimicrobiana, obteniendo valores positivos en ambos casos y siendo un método muy simple para crear propiedades antimicrobianas duraderas. [25]

3. Objetivo

El objetivo principal de este trabajo es la definición del plan de trabajo para el estudio e investigación de extracción de nanopartículas de celulosa a partir de la Posidonia Oceánica.

Para ello, se deben plantear las fases a llevar a cabo:

- Estudiar según bibliografía el alga Posidonia Oceánica, conociendo la composición química de ésta.
- Definir la síntesis y seleccionar las técnicas de caracterización de la nanocelulosa obtenida.
- Seleccionar la materia textil a emplear para funcionalizar.
- Definir el sistema de aplicación sobre el textil.
- Seleccionar las técnicas de caracterización del textil tratado con nanocelulosa.

4. La Posidonia Oceánica

El uso de las fibras celulósicas se ha intensificado en las últimas décadas y ha aumentado la demanda del mercado de dichos materiales debido a las ventajas que ofrecen en términos de su carácter bio-renovable, disponibilidad en una variedad de formas y de bajo coste. Cualquier aumento adicional en el consumo de fibra celulósica solo hará que sea cada vez más difícil satisfacer las demandas del material. Esto ha llevado a que las especies no madereras y las plantas anuales se consideren como fuentes alternativas adecuadas de fibras celulósicas, especialmente en las regiones pobres en bosques.

Un tema de interés en muchos países y que ha despertado el interés de los investigadores es la obtención de estos materiales a partir de desechos agrícolas o marinos, siendo como sustitutivos válidos de los materiales tradicionales, ya que obtienen una valorización al utilizar un material de desecho como una nueva fuente de fibra celulósica. [26]

La Posidonia Oceánica es un alga marina que aparece como materia prima en el mar mediterráneo, la cual ha recibido una considerable atención debido a sus características ecológicas y su potencial para uso como nuevo material lignocelulósico. Los sistemas de playas y dunas en los países mediterráneos dependen de la Posidonia Oceánica para preservar el ecosistema, proteger contra la erosión costera y regular la absorción del CO₂ tanto en el mar como en la atmósfera. Sin embargo, las grandes cantidades de los fragmentos de la Posidonia Oceánica que se acumulan en las costas mediterráneas también crean la necesidad de limpiar las playas cada verano. La valorización de esta biomasa lignocelulósica disponible y renovable puede considerarse como una solución adecuada para este problema.

El primer intento de valorización de esta biomasa fue la extracción de ácido fenólico de sus hojas y su uso como nutriente para los animales. Desde entonces, también se ha estudiado como un adsorbente renovable y de bajo coste para eliminar los tintes o fenol, y como fuente de celulosa. También se ha encontrado que los subproductos de biomasa marina son adecuados para su uso como fibras de celulosa, en aplicaciones de fabricación de papel, como derivados de celulosa y/o para materiales compuestos reforzados con fibras. En la literatura se encuentran pocos ejemplos respecto a la extracción y caracterización de los cristales de celulosa de algas o plantas marinas, aunque se encuentran varios estudios sobre la preparación y caracterización de las nanoestructuras de celulosa de la Posidonia Oceánica. Se puede encontrar los desechos tanto en forma de bolas como en hojas. [27]



Imagen 9. Residuos de Posidonia Oceánica en la costa de las playas [28]

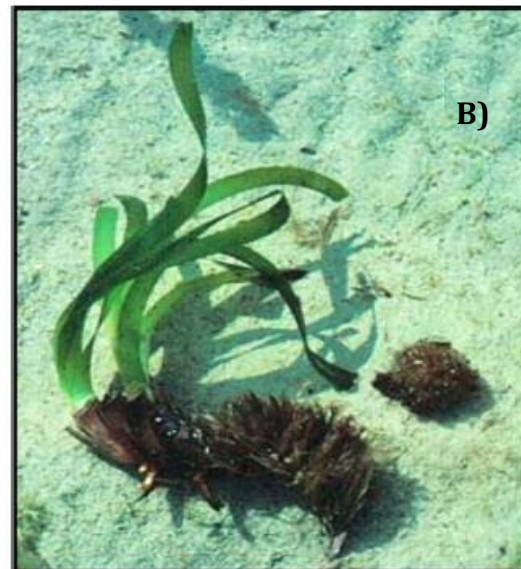


Imagen 10. A) Bolas de Posidonia Oceánica B) Hojas de Posidonia Oceánica [29]

La Posidonia Oceánica, como se ha mencionado anteriormente, es un material lignocelulósico que está caracterizado por tres polímeros principales: lignina, celulosa y hemicelulosa:

- **LIGNINA:** Es un biopolímero sintetizado a partir de fenilamina que se encuentra principalmente en la lámina media de la pared celular y en las capas de la pared celular. Presenta una estructura macromolecular, pero se desconoce su estructura exacta debido a la complejidad que afecta su aislamiento, análisis de la composición y la caracterización estructural, ya que sus múltiples unidades estructurales no se suelen repetir de forma regular.

Es de vital importancia para el organismo vegetal, ya que desempeña funciones en el transporte del agua, nutrientes y metabolitos en el sistema vascular facilitado por sus propiedades como estructura macromolecular.

[30]

- Lignina Klason: Residuo insoluble que queda después de un ataque ácido ($H_2SO_4 - 72\%$). [31]
- CELULOSA ($C_6H_{10}O_5$)_n: Se la considera como una de las materias primas naturales más abundantes. Se ha utilizado como elemento de refuerzo en polímeros termoplásticos para modular algunas propiedades funcionales. Se caracteriza de ser un homopolímero sindiotáctico lineal de alto peso molecular constituido por unidades β -d-glucopiranosil unidas por enlaces 1-4 glucosídicos en diferentes disposiciones.[32]
 - α - celulosa: Fracción de celulosa resistente (insoluble) a una disolución de NaOH. [33]
- HEMICELULOSA: Polímeros heterogéneos que contienen tanto hexosas (azúcares de 6 carbonos) como pentosas (azúcares de 5 carbonos). Dependiendo de la especie de la planta, los azúcares mencionados anteriormente se asocian con ácidos urónicos formando estructuras poliméricas. diversas. [34]

En los datos recopilados a partir de la literatura, se encuentran otros conceptos que se asocian a la estructura de la Posidonia Oceánica:

- EXTRACTOS EN AGUA FRÍA/CALIENTE/TOLUENO-ETANOL/1%NaOH: Sustancias del material lignocelulósico que no forman parte integral de la estructura celular. [35]
- HOLOCELULOSA: Producto obtenido después de la deslignificación del material lignocelulósico. [31]
- CENIZAS: Materias minerales de obtenidos a partir de análisis químicos. [36]

La composición química de la Posidonia Oceánica no se conoce exactamente, ya que depende de donde se haya realizado su extracción y la forma de caracterizarla. Siguiendo los métodos estándar Tappi, en esta siguiente tabla ([Tabla 3](#)) se encuentran diferentes trabajos donde se estudian tanto las bolas como las hojas de Posidonia Oceánica en los que se obtienen los porcentajes de cada concepto explicado anteriormente.

Tabla 3. Composición de las hojas y bolas de la Posidonia Oceánica

	Bolas de Posidonia Oceánica	Hojas de Posidonia Oceánica		
<i>Referencias</i>	[29]	[37]	[29]	[38]
<i>Extractos en agua fría (%)</i>	7,3	8,3	-	-
<i>Extractos en agua caliente (%)</i>	12,2	12,2	-	7,4
<i>Extractos en tolueno/etanol (%)</i>	10,7	19,7	19,2	6,5
<i>Extractos en 1% NaOH (%)</i>	16,5	37,8	-	-
<i>Cenizas(%)</i>	12	10,5	10,5	6,4
<i>Holocelulosa(%)</i>	61,8	47,09	57,1	55,8
<i>Lignina Klason (%)</i>	29,8	29,3	29,3	28,2
<i>Hemicelulosa (%)</i>	21,8	25,7	-	23,3
<i>α- celulosa (%)</i>	40	31,4	31,4	32,5

Como la finalidad en este trabajo es obtener nanocelulosa a partir de la Posidonia Oceánica, interesa que tenga un alto porcentaje de ésta. En los resultados de esta tabla se pueden observar:

- Los diferentes trabajos en los que se han estudiado las hojas de la Posidonia Oceánica se obtienen similares resultados con lo que respecta a la lignina, hemicelulosa y celulosa. Se encuentran diferencias respecto a las cantidades obtenidas a partir de extractos orgánicos (tolueno/etanol) y la cantidad de cenizas.
- La diferencia entre los resultados obtenidos estudiando las bolas de Posidonia Oceánica y las hojas de Posidonia Oceánica es notable, ya que se encuentran cantidades superiores en las bolas con respecto a la holocelulosa y la celulosa, a diferencia de obtener un resultado similar en la lignina. Esto se puede deber a que los residuos de hojas cuando llegan a la costa marina se encuentran más desgastadas y han perdido más material lignocelulósico respecto a las bolas. Esta variación puede afectar en el rendimiento de nanocristales de celulosa.

Ya que la finalidad del trabajo es obtener la nanocelulosa, la cantidad de celulosa que se encuentra en la estructura química de la Posidonia Oceánica es apta para la sustitución de otras materias primas; por ejemplo, la caña de arroz contiene un porcentaje menor al que se ha obtenido en la Posidonia Oceánica (30,9%) [38], mientras que la palma de azúcar contiene un porcentaje mayor de celulosa (43,9%) [38], aunque respecto a las bolas de Posidonia Oceánica no resulta una diferencia significativa.

4.1. Aplicaciones en la industria textil

Algunas de las aplicaciones que se están estudiando o que están en uso sobre la Posidonia Oceánica en la industria textil son:

- Desarrollo de materiales compuestos ecológicos, ayudando a darle un uso a este residuo que constituye una carga medioambiental y se deben retirar para obtener la calidad que se necesita en las playas. [39]
- A partir de los residuos de la Posidonia Oceánica y fibras ligantes, se han obtenido no – tejidos aplicados como material de refuerzo en biocomposites para obtener un aislamiento acústico. [40]
- Utilizando la celulosa extraída de la Posidonia Oceánica, se ha llegado a eliminar diferentes colorantes mediante absorción que se encuentran presentes en el mar a causa de la industria textil. Algunos de estos colorantes son el Acid Blue 25 [41], Direct Blue 86 [41], Alpacide Grey [42], Methylene blue [43], Cibacron Red [44], Methyl Violet [45].
- Material para filtración y adsorción de compuestos tóxicos, como pueden ser el Plomo (II) [46], Vanadio (III) [47], Molibdeno (V) [47], Cromo (VI) [48], entre otros.
- Con la ayuda del carbón activo y la Posidonia Oceánica, se ha estudiado que puede absorber el antraceno. [49]

Como nueva fibra natural para mejorar el rendimiento de las mezclas de asfalto. [50]

- Obtener un material superhidrofílico aplicando un tratamiento de plasma. [51]

5. Síntesis de la nanocelulosa

Para obtener los nanocristales de celulosa, se van a explicar dos procesos diferentes que se pueden realizar para ello, según literatura.

PRIMERA POSIBILIDAD DE OBTENCIÓN DE LA NANOCELULOSA: [52]

Las hojas y las bolas de Posidonia Oceánica se lavan y se enjuagan varias veces en agua destilada para eliminar la arena y los contaminantes que puede poseer el suelo y luego, se secan. La mecánica a seguir es secar las hojas y las bolas a 80°C durante 24h. Posteriormente, se realiza su pretratamiento, el cual consiste en un tratamiento de blanqueo. Las hojas y las bolas de la Posidonia Oceánica se cortan en fragmentos de 5 - 10 mm obteniendo las fibras de éstas y se realiza un desparafinado (eliminación de aceites) en una mezcla de tolueno/etanol (relación 2:1, respectivamente) durante 6h, seguida de una filtración y un lavado con etanol durante 30 minutos. El etanol actúa como detergente/solvente, descomponiendo la bicapa de fosfolípidos y abriendo los agujeros en la membrana, haciéndola permeable y promoviendo la eliminación de los cloroplastos. En el primer tratamiento para la extracción de la celulosa las fibras y bolas se deben tratar con una solución de clorito de sodio (NaClO_2) al 0,7% p/v y se hierven durante 2h (relación fibra/solución 1:50). Seguidamente, el pH de la disolución se debe ajustar a 4 mediante la adición de ácido acético (CH_3COOH) para favorecer la reacción. El motivo de realizar un segundo blanqueo es para obtener un blanqueo completo de las hojas, ya que en la primera no sucede por la saturación de lignina liberada. Para el segundo blanqueamiento, se realiza con una solución de bisulfato de sodio (NaHSO_4) al 5% p/v y, finalmente, se obtiene la holocelulosa (α -celulosa + hemicelulosa). La holocelulosa obtenida se trata con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 17,5% p/v. Después de realizar la filtración y el lavado, las fibras resultantes se secan a 60°C en un horno con circulación de aire.

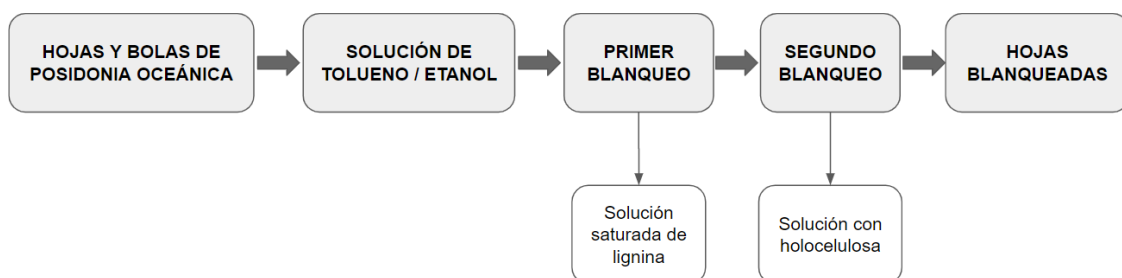


Imagen 11. Esquema del tratamiento de blanqueo de la primera posibilidad [52]

Posteriormente, se preparan los nanocristales de celulosa (CNC) en suspensión acuosa a partir de las fibras blanqueadas que se han obtenido en el tratamiento anterior por hidrólisis de ácido sulfúrico (H_2SO_4). Se realiza a partir de dos procedimientos diferentes de hidrólisis ácida utilizando ácido sulfúrico al 64% p/p a 45°C durante 30 min (primera hidrólisis) y a 45°C durante 60 min (segunda hidrólisis) bajo agitación vigorosa, utilizando para ambas hidrólisis una relación de celulosa/ácido de 0,22 g/mL. El motivo de reajustar los parámetros de la segunda hidrólisis se realiza después de un estudio morfológico de los materiales de celulosa obtenidos a partir de la prima hidrólisis.

Después de la hidrólisis, las suspensiones obtenidas se diluyen 20 veces con agua destilada. Las suspensiones acuosas se centrifugan para eliminar el ácido y se dializan con membranas de diálisis de celulosa durante 5 días en agua destilada, ya que es cuando se obtiene el pH neutro. Se añade una resina de intercambio iónico a las suspensiones de celulosa durante 24 h y se eliminan por filtración.

Finalmente, las suspensiones celulósicas se sonicen en un baño de hielo con tratamiento ultrasónico para crear los CNC de dimensiones coloidales. La solución final se neutraliza mediante la adición de 1% p/p de 0,25 mol/L de NaOH.

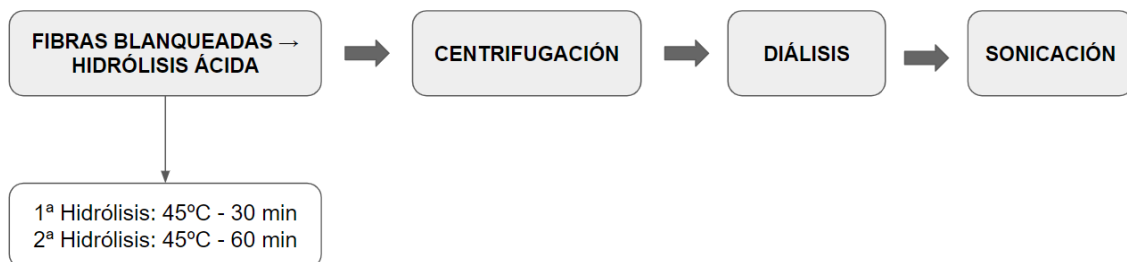


Imagen 12. Esquema de la obtención de nanocristales de celulosa en la primera posibilidad [52]

SEGUNDA POSIBILIDAD DE OBTENCIÓN DE LA NANOCELULOSA: [52]

En esta posibilidad de la obtención de la nanocelulosa, se va a obtener nanocelulosa a partir de holocelulosa de las bolas y hojas de la Posidonia Oceánica y a partir de la celulosa de éstas.

- Obtención de la holocelulosa

La holocelulosa de las bolas y de las hojas de la Posidonia Oceánica se preparan dispersadas en 160 mL de agua a la que se le añadieron 1,5 g de clorito de sodio y 0,5 m de ácido acético. La mezcla se hace en una agitación con reflujo bajo durante 1 h.

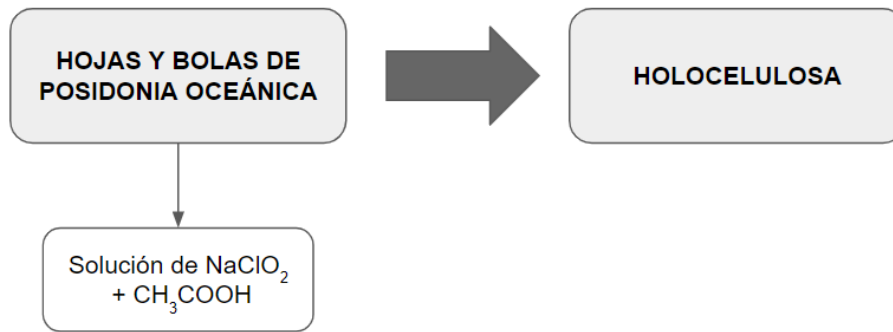


Imagen 13. Esquema de obtención de holocelulosa de la segunda posibilidad [52]

Para obtener la celulosa se sigue un proceso de dos pasos:

1. Deslignificación y blanqueo de la suspensión fibrosa
2. Eliminación de la hemicelulosa de la suspensión fibrosa

En este caso, la deslignificación consiste en extraer y aislar las fibras celulósicas a partir de la adaptación de un proceso químico de soda – antraquinona. Este proceso generalmente se recomienda para plantas anuales. La deslignificación de las bolas y hojas de la Posidonia Oceánica tiene una carga alcalina total del 20% p/p de NaOH y una concentración de antraquinona del 0,1% p/p. La relación de sólido/disolución se fijó a 1:10 y se probaron diferentes temperaturas en la reacción que van desde 150 – 170°C, hasta que se fijó una temperatura constante durante 120 min.

Los procesos se realizan en un reactor de 1L, en el que el tiempo de calentamiento para alcanzar la temperatura constante fue de 1h.

Las fibras de las hojas y las bolas de la Posidonia Oceánica se lavan varias veces con agua, con 100 mL de solución de hipoclorito de sodio (NaClO) (12% de cloro activo) a un pH básico (≈ 12) durante 15 min. Finalmente, las fibras blanqueadas se lavan ampliamente con agua hasta su neutralidad y se secan a temperatura ambiente antes de su uso posterior. Cada operación descrita anteriormente se lleva a cabo, al menos por duplicado.

Finalmente, se realiza la etapa de eliminar la hemicelulosa de las fibras aisladas. Este paso tiene como objetivo obtener las fibras con alta pureza. Las fibras blanqueadas se mezclan en 350 ml de una solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 4% junto con agua. La temperatura de reacción se fija a 80°C y se agita la suspensión mecánicamente. Después de 2 h, la suspensión se filtra y se lava con agua destilada hasta alcanzar un pH neutro o igual al del agua destilada. La operación descrita se repite dos veces.

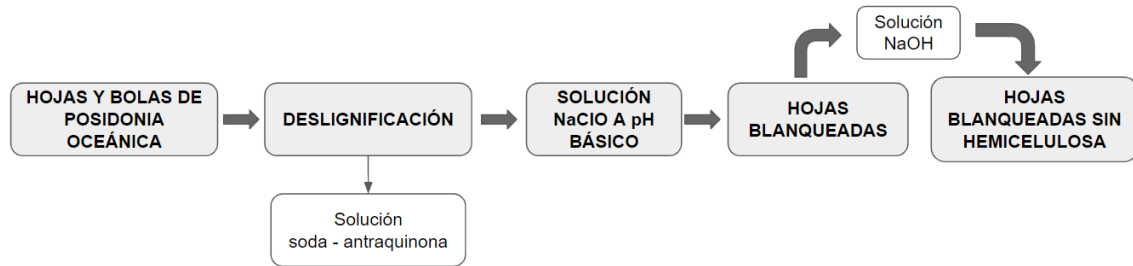


Imagen 14. Esquema del tratamiento de blanqueo de la segunda posibilidad [52]

Para la obtención del CNC, se utilizan 10 g de material celulósico obtenido anteriormente (tanto holocelulosa como las fibras de celulosa) y se dispersan en 200 mL de ácido sulfúrico de 6,5 mol/L en un matraz que contenga un agitador mecánico y un termómetro. La hidrólisis se realiza a 55°C bajo agitación vigorosa durante 40 min. El exceso de ácido sulfúrico se elimina de la suspensión resultante mediante centrifugación a 8000 rpm durante 15 min. La suspensión se somete a diálisis con agua destilada durante 72 h utilizando una membrana de acetato de celulosa hasta obtener el pH neutro (6 – 7). La suspensión se somete seguidamente a un tratamiento ultrasónico durante 5 min para reducir el tamaño agregado y se almacena en un refrigerador. Las diferentes preparaciones de CNC se realizan por duplicado.

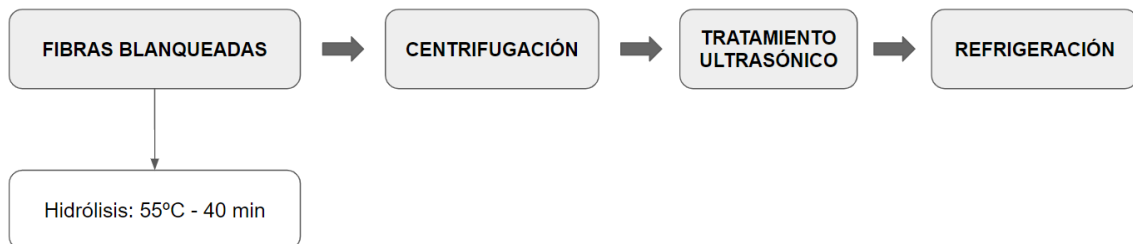


Imagen 15. Esquema de la obtención de nanocristales de celulosa en la segunda posibilidad [52]

6. Caracterización de la nanocelulosa

Se utilizan varios métodos para caracterizar las materias primas o los materiales celulósicos obtenidos a partir de las bolas y las hojas de la Posidonia Oceánica.

ANÁLISIS QUÍMICO

La composición química de las hojas y de las bolas de la Posidonia Oceánica se determinan de acuerdo con los métodos estándar TAPPI (Asociación Técnica de las Asociaciones de Pulpa y Papel) que son: determinación de cenizas (método T 211 om-07) , extractos con solventes orgánicos (método T 204 cm-17), solubilidad en agua caliente (método T 257), lignina (T 22 om-06) y α - celulosa (T 203 cm-99). [29]

ANÁLISIS MORFOLÓGICO, ESPECTROSCÓPICO Y TERMOGRAVIMÉTRICO

- Mediciones del tamaño de partícula (DLS)

Es una técnica físico - química empleada que permite la medición del tamaño hidrodinámico de partículas en dispersión, cuantificando el movimiento por difusión. Puede llegar a medir tamaños de partículas en suspensión, o concentración de partículas en solución. La luz láser se dispersa en todas las direcciones posibles. Si se separa una dirección, los haces de luz dispersados por distintas partículas interfieren entre sí y se obtiene una intensidad de dispersión determinada.

Si las partículas se mueven rápidamente (partículas pequeñas), se acelera la variación de la intensidad de dispersión. Por el contrario, las partículas lentas (grandes) llevan a variaciones más lentas.

En los últimos años, la dispersión de luz dinámica se ha convertido en un método popular para abordar y comprender mejor el crecimiento de cristales, el inicio de la agregación o la nucleación de macromoléculas. [53]

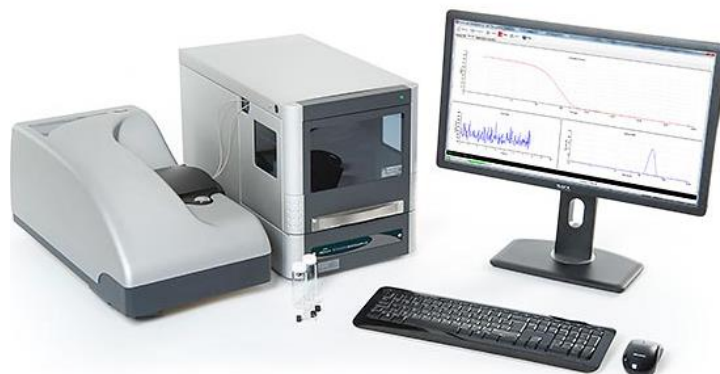


Imagen 16. Técnica para medir el tamaño de partículas [54]

Se ha estudiado en trabajos anteriores encontrados en la literatura [29] que las mediciones del tamaño de partícula de los CNC se analizan a 25°C con un nanoZetasizer. El radio de las partículas se controla mediante la dispersión de la luz. Para la prueba, la suspensión se diluye a una concentración de 0,01% en peso y luego, se inyecta un volumen dado de solución diluida en la celda Zetasizer después de 30 segundos de homogeneización en un baño ultrasónico. El tamaño se midió después de alcanzar valores estables.

- Rendimiento después de la hidrólisis

El rendimiento corresponde a la masa del residuo seco obtenido después de la hidrólisis (W_f) dividido por la masa inicial del material (W_i), como indica la ecuación:

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{W_f}{W_i} \cdot 100$$

Tabla 4. Rendimiento de las hojas y bolas de la Posidonia Oceánica después de la hidrólisis

MATERIA PRIMA		Rendimiento (%)
Hojas de la Posidonia Oceánica	[29]	28,7
	[29]	32,5
Bolas de la Posidonia Oceánica	[29]	33,9

- Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) es un instrumento que aprovecha los fenómenos físico-atómicos que se producen cuando un haz de electrones de alta energía choca con una muestra delgada convenientemente preparada, y las interacciones entre los electrones y átomos pueden ser utilizadas para observar características como la estructura cristalina y características en la estructura como dislocaciones o límites de los granos. También se pueden realizar análisis químicos.

El TEM funciona con los mismos principios básicos que el microscopio de luz, pero se utilizan electrones en vez de luz. Debido a que la longitud de onda de los electrones es mucho más pequeña que el de la luz, puede tener miles de aumentos con una definición inalcanzable para cualquier otro instrumento. Por lo tanto, los TEM pueden revelar los detalles más finos de la estructura interna – como los átomos individuales [55].

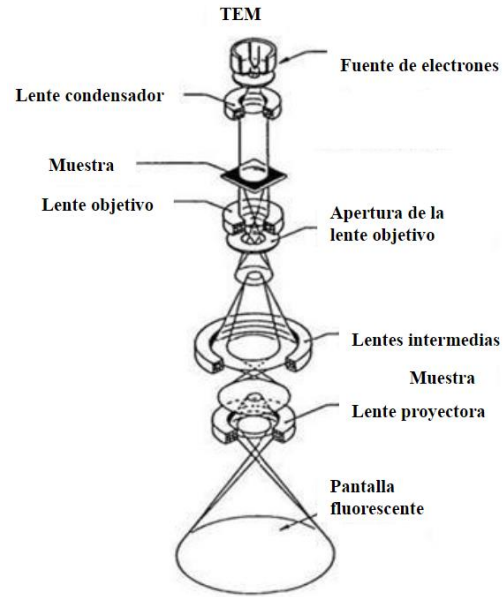
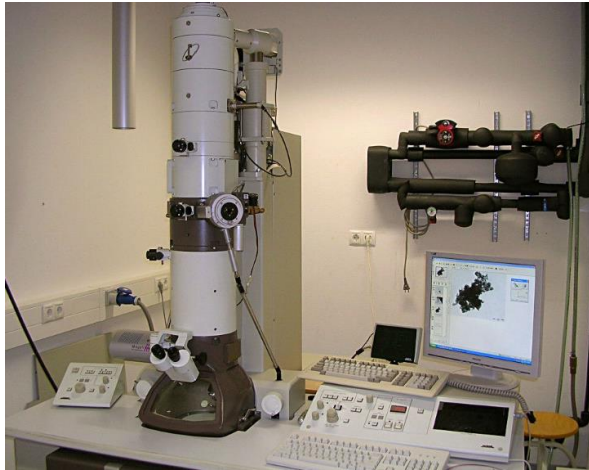


Imagen 17. TEM [55] [56]

En un estudio anterior [29] se cargan aproximadamente 0,5 μL de cada suspensión CNC en una rejilla de cobre revestida con carbono de 300 mallas. El agua de la suspensión de la rejilla recubierta de carbono se deja evaporar. Seguidamente, se añade una gota adicional de cada suspensión CNC obtenida de la Posidonia Oceánica en sus respectivas cuadrículas para aumentar la cantidad de partículas de celulosa y se repite el proceso para tener más exactitud con los valores obtenidos de las dimensiones de la CNC ([Tabla 5](#)).

- **Microscopia de fuerza atómica (AFM)**

El microscopio de fuerza atómica es un instrumento mecano - óptico capaz de detectar fuerzas atómicas o moleculares del orden de los nanonewton (nN) entre una punta de diámetro nanométrico y una muestra. Se trata de un elemento fundamental en el desarrollo de la nanotecnología ya que, al ir rastreando la muestra con una punta afilada, se registra continuamente la topografía de las muestras obteniendo una imagen 2D y 3D con una resolución de nanómetros, así como datos de rugosidad. [57]

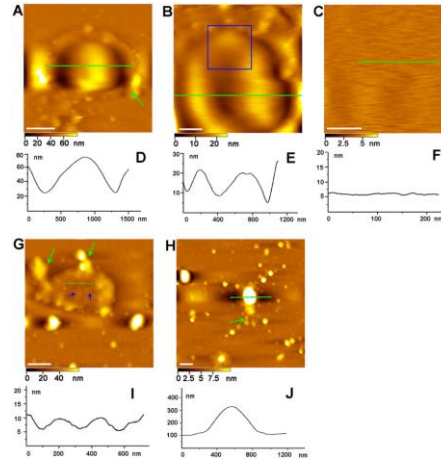


Imagen 18. AFM [58][59]

Con el AFM se conocen las longitudes y los diámetros de los nanocrisales de celulosa. Las imágenes de fase y altura se deben obtener operando en un modo *tapping*. El diámetro de los nanocrisales se mide con las imágenes de altura del AFM, asumiendo una forma cilíndrica de los nanocrisales.

Un estudio que sirve de precedente [29], la frecuencia de resonancia fundamental del voladizo se realiza con una velocidad de exploración de 0,5 línea/s, utilizando un escáner tipo K. La amplitud de oscilación libre es de 3V, mientras que la amplitud de punto de ajuste se elige individualmente para cada muestra. Para el análisis AFM de CNC, se deja secar una gota de la suspensión acuosa de CNC recién cortada en una superficie de una micra.

Utilizando el AFM, el TEM y el nano Zetasizer, se analiza la morfología y el tamaño de las estructuras dispersas. Las características geométricas de las hojas y bolas de Posidonia Oceánica se observan utilizando análisis de imagen digital (Imagen J). Los resultados obtenidos se resumen en la [Tabla 5](#):

Tabla 5. Resultados obtenidos del AFM, TEM y nano Zetasizer [29]

MATERIALES	Ancho	Longitud	Longitud nano Zetasizer	Relación de aspecto
Celulosa a partir de Hojas de Posidonia Oceánica	7	338	977,5	48,3
Celulosa a partir de Bolas de Posidonia Oceánica	8	276	676,2	34,6

La longitud determinada por el nano Zetasizer parece ser más alta del doble que la obtenida por las técnicas TEM y AFM, lo cual se debe porque el método nano Zetasizer considera las partículas esféricas cuyo diámetro corresponde a la longitud de las nano-varillas. Sin embargo, los valores que se obtienen con esta técnica son erróneos, por lo cual, los valores más ajustados a la realidad son los obtenidos por el análisis TEM y AFM.

- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es una técnica fundamental en el análisis térmico que se utiliza para estudiar la estabilidad de una proteína u otra biomolécula cuando es calentada, es decir, su transición térmica. Se realiza a través de la medición del cambio de calor asociado con la desnaturalización térmica de la molécula cuando se calienta a una velocidad constante. Esta información nos presenta el carácter amorfo o cristalino de la muestra, las transiciones polimórficas y eutécticas, el curado y el grado de curado, y muchas otras propiedades de materiales para el diseño, fabricación y evaluación de productos.[60]

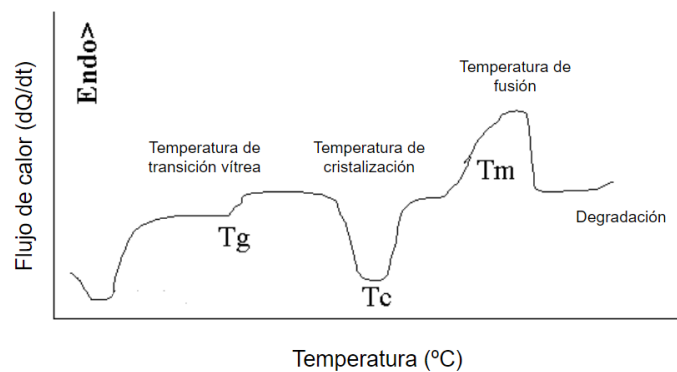


Imagen 19. DSC [61] [62]

En un trabajo encontrado en la literatura [38] se analiza en la técnica DSC la Posidonia Oceánica sin tratar (PO), la celulosa extraída de la Posidonia Oceánica (PO - C), la microcelulosa de la Posidonia Oceánica (PO - MCC) y la microcelulosa a partir de una celulosa comercial (C-MCC). Las muestras se sellan en un crisol de aluminio en porciones de 5 mg. Todos los experimentos se realizan bajo una atmósfera de nitrógeno (50 cm³/min) y en un rango de temperatura de 25°C a 500°C a una tasa de calentamiento de 10°C/min. Los resultados obtenidos representan un promedio de tres mediciones.

En la curva PO destacan tres picos endotérmicos pronunciados apareciendo a 310,10°C, 312,2°C y 326,58°C, mientras que en la C - PO, PO - MCC y C - MCC sólo aparece un pico endotérmico prominente. Este resultado obtenido se debe a la presencia de sustancias no celulósicas en las hojas sin tratar de la PO que promovieron a su degradación.

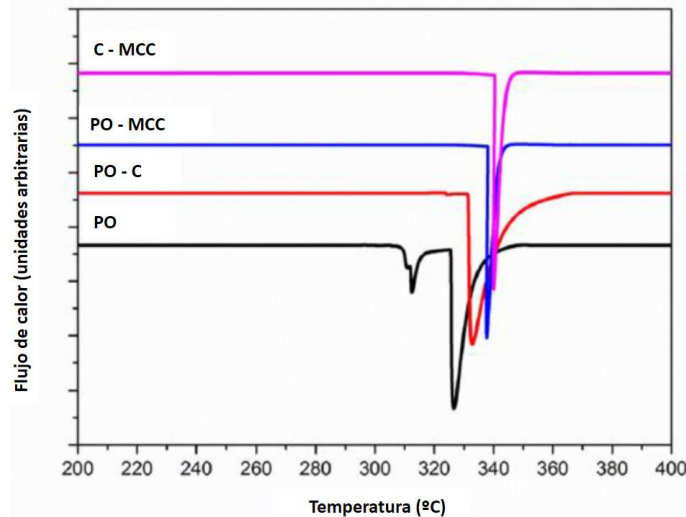


Imagen 20. Termogramas DSC de la PO, PO - C, PO - MCC y C - MCC [38]

Por otro lado, los primeros picos de descomposición en el termograma PO pueden asociarse a la volatilización de las hemicelulosas (el compuesto más inestable térmicamente) con una disminución de la fracción amorfa. Los picos de descomposición de PO, C - PO, PO - MCC y C - MCC a 326,58°C, 332,94°C, 337,79°C y 340,1°C, respectivamente, están relacionados con la ruptura de los enlaces glucosídicos y formación carbonizada.

Con los resultados obtenidos, se puede concluir que la PO - C y la MCC comercial tienen propiedades térmicas interesantes.

- Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es una técnica que consiste en una radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda a través de la muestra cristalina sujeta a estudio. Cuando se produce la incidencia de un haz de rayos X en un material sólido, una parte del haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que se encuentra en el trayecto, pero la resta del haz da lugar al fenómeno de la difracción de rayos X, que da lugar cuando existe una simetría de las ordenaciones regulares de los átomos y si se cumplen las condiciones que vienen dadas por la Ley de Bragg, que relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado. Si no se cumple la Ley de Bragg, la intensidad que se produce es mínima.

$$\text{Ley de Bragg} \rightarrow n \cdot \lambda = 2d \cdot \text{sen}\theta$$

Donde:

λ = Longitud de onda de los fotones X.

d = Distancia interplanar de la red cristalina.

θ = Ángulo entre el haz de incidente y el plano de difracción.

Cuando se obtienen las respuestas de las incidencias, se obtiene un difractograma, el cual nos proporciona la información para identificar y cuantificar los componentes presentes en los materiales, ya que cada componente tiene un difractograma/patrón único, o lo que es lo mismo, su huella dactilar. [63]

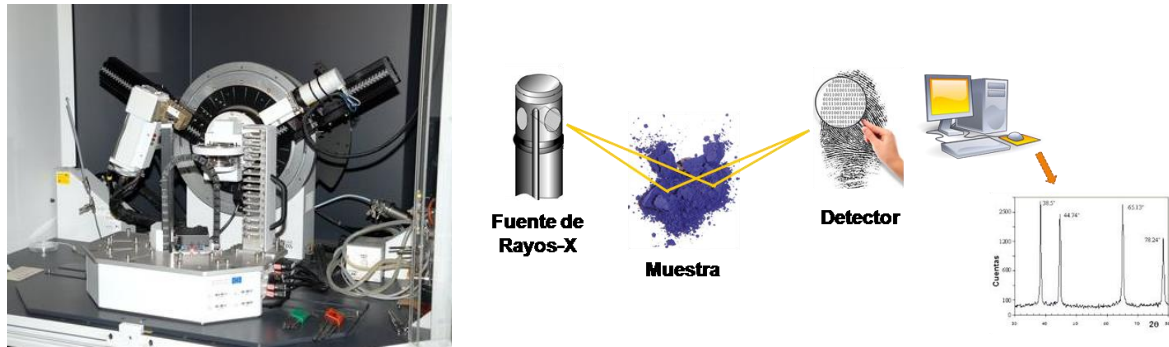


Imagen 21. DRX [63][64]

La difracción de rayos X se ha utilizado en anteriores trabajos [38] para determinar la cristalinidad de los materiales celulósicos obtenidos de la Posidonia Oceánica después de diferentes tratamientos. Cada material en forma de polvo molido se coloca en el soporte de la muestra y se nivela para obtener una exposición total y uniforme a los rayos X.

Las muestras preparadas se examinan utilizando el difractómetro de rayos X a temperatura ambiente con una fuente de radiación monocromática $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=0,154$ nm), en modo de escaneo por 2 rangos de ángulo que van desde 5° a 60° en un tiempo de conteo de 0,04 s en cada paso y un tiempo de escaneo de 5 min, a un voltaje de generador de 45kV y una corriente de 40mA. Para evaluar la cristalinidad de las diferentes muestras, el índice de cristalinidad (C_i) se determina en base a los datos de la intensidad reflejada:

$$\%C_i = \frac{I_{002} \cdot I_{am}}{I_{002}} \cdot 100$$

Donde:

I_{002} = Intensidad máxima del pico de difracción de la red (002).

I_{am} = Intensidad dispersada por la parte amorfa de la muestra.

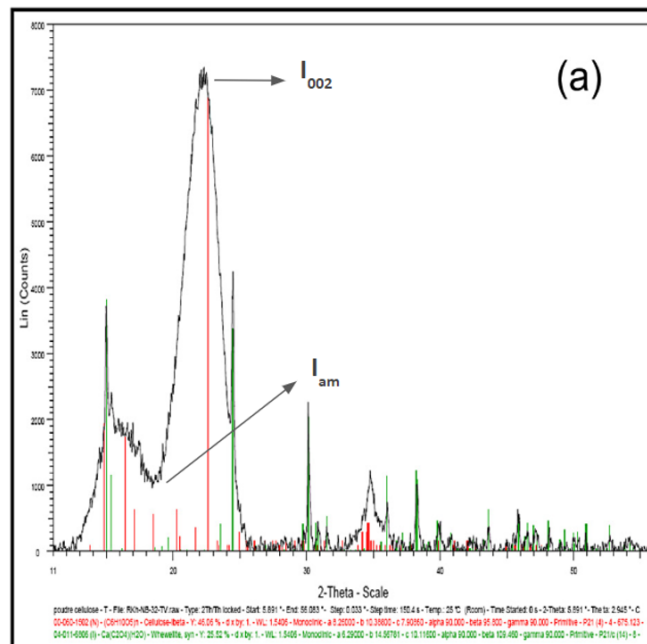
En la siguiente tabla ([Tabla 6](#)) se muestran los índices de cristalinidad de las hojas y de las bolas de la Posidonia Oceánica de las fibras y de la nanocelulosa de un estudio realizado anteriormente: [29]

Tabla 6. Índice de cristalinidad antes y después de obtener la nanocelulosa de las hojas y bolas de la Posidonia Oceánica [29]

MATERIA PRIMA	Índice de cristalinidad antes de obtener la nanocelulosa (%)	Índice de cristalinidad de la nanocelulosa (%)
Hojas de la Posidonia Oceánica	46	62
Bolas de la Posidonia Oceánica	60	64

En las CNC preparadas, se observa un valor del índice cristalinidad mayor que antes de obtención de la nanocelulosa. Esto se debe a la mayor pureza del sustrato.

En los patrones DRX (*Imagen 22*) obtenidos se observa un pico de intensidad mayor ubicado a un valor de 2θ alrededor de $22,7^\circ$ (I_{002}), que está relacionado con la estructura cristalina de la celulosa I para todas las muestras, mientras que el fondo amorfo se caracteriza por la baja intensidad difractada a un valor de 2θ alrededor de 18° (I_{am}). Sin embargo, también aparecen otros picos. Estos picos corresponden a la Sílice y a la Wedellita, los cuales son elementos asociados a las impurezas que se encuentran comúnmente en la biomasa marina.



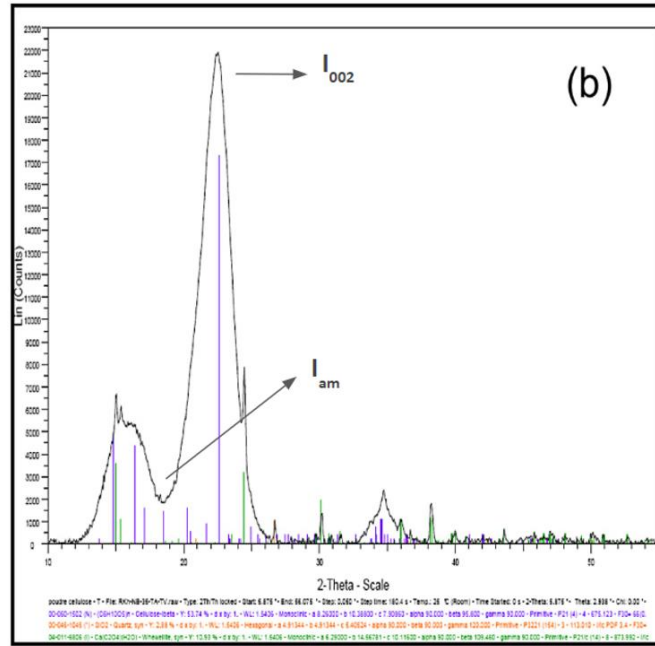


Imagen 22. Difractograma obtenido de las (a) Bolas de la Posidonia Oceánica y (b) Hojas de la Posidonia Oceánica [29]

En otro trabajo [38], los perfiles DRX se obtienen utilizando la radiación de $\text{CuK}\alpha$ a un voltaje de generador de 45 kV y una corriente de 40 mA. Se utiliza un detector para recoger los datos en un rango angular de $5\text{-}50^\circ/2\theta$ con un tamaño de paso de $0,017^\circ/2\theta$ y un tiempo de conteo de 50,1650 s en cada paso. Para los índices de cristalinidad, se utiliza la misma ecuación que en el trabajo anterior. En este trabajo se analizaron muestras de PO, PO - MCC, PO - C y C - MCC:

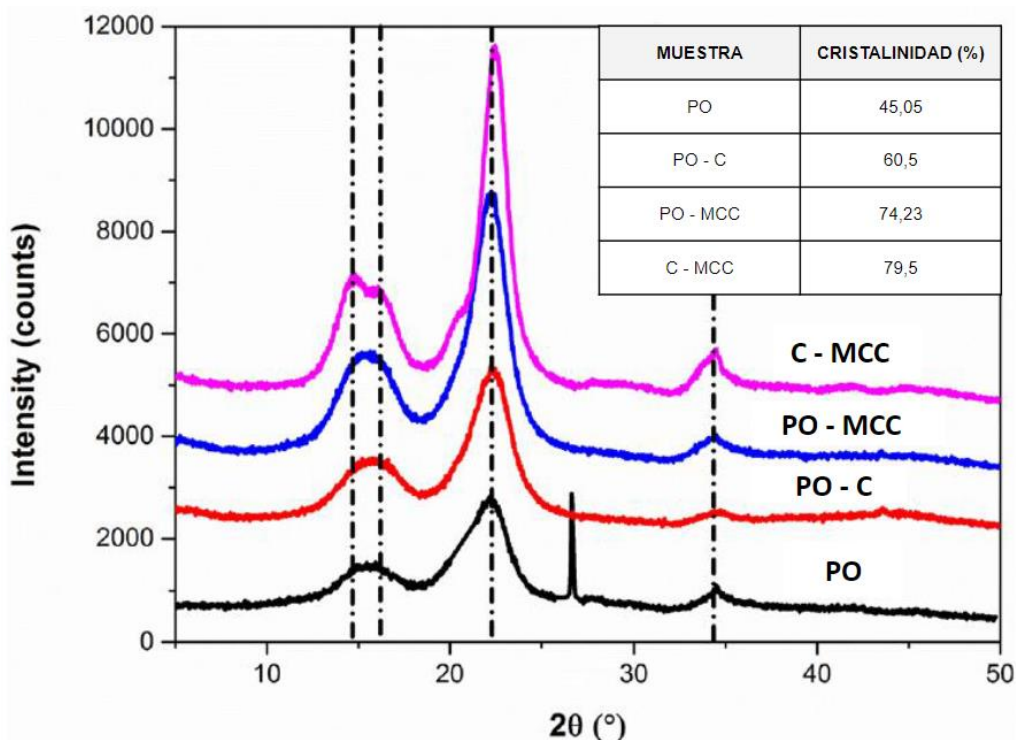


Imagen 23. Difractograma obtenido de la PO, PO - C, PO - MCC y C - MCC [38]

De acuerdo con la [Imagen 23](#), la estructura de todas las muestras presenta cuatro picos detectados alrededor de 14,8°, 16,2°, 22,4° y 34,4°, característicos de la celulosa I. La ausencia de la celulosa II es evidente, ya que no hay doblete en el pico ubicado a 22,6°. Cabe destacar que, en la PO sin tratar, se observa un pico a 29° que se le atribuye a las impurezas minerales que se presentan en gran medida en la biomasa marina, principalmente sílice y wedellita (como en el anterior trabajo). Considerando que, la ausencia de este pico en la PO – C indica la eliminación total de compuestos inorgánicos después de la deslignificación y el tratamiento alcalino.

Por lo que respecta el índice de cristalinidad calculados a partir de los patrones DRX, en la PO la celulosa se expande en la matriz celulósica por componentes amorfos no celulósicos; por lo tanto, se obtiene una baja cristalinidad (45,05%). Por lo contrario, los mayores índices de cristalinidad se muestran en la PO – MCC y C – MCC son causados por la eliminación de lignina amorfa y hemicelulosa a través de la deslignificación y el tratamiento alcalino que produce la ruptura de los enlaces glucosídicos, lo que conduce a la reorganización de las moléculas de celulosa.

- Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con la Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

A partir de que cada espectro IR proporciona una característica “huella digital”, la espectroscopía FTIR permite registrar todas las longitudes de onda simultáneamente. Para ello, se necesita una fuente de luz continua para generar luz en un amplio rango de longitudes de onda infrarrojas. Con ello, se produce un interferograma, que es una señal en bruto que representa la intensidad de la luz en función de la posición de un espejo. Por ello, la señal necesita primer ser transformada en Fourier para producir la representación IR de intensidad contra el número de onda, por ello su nombre.

El uso de la técnica FTIR sirve para que los espectros muestren una relación señal/ruido mayor que en las espectroscopias infrarrojas, dado que la precisión de la longitud de onda es mayor. Para preparar las muestras, se acondiciona la muestra sólida molida a analizar en una ventana de KBr, ya que es transparente a los rayos IR, y se prensa. Si es una sustancia líquida, se utiliza un disolvente transparente a los rayos IR, por ejemplo, CCl₄.

El interés de usar la técnica FTIR – ATR es el poder realizar un estudio más completo de las propiedades estructurales y supramoleculares, ya que no es una técnica destructiva y en consecuencia no se modifica ni se destruye la estructura cristalina. Esta técnica es simple, directa y flexible, que consiste en el paso de un haz de radiación infrarroja a través de un cristal transparente al IR y de alto índice de refracción, sobre el que está colocada la muestra. En el paso del haz de IR a través del cristal, éste se refleja varias veces y la superficie de la muestra absorbe parte de la radiación a frecuencias características. [65]

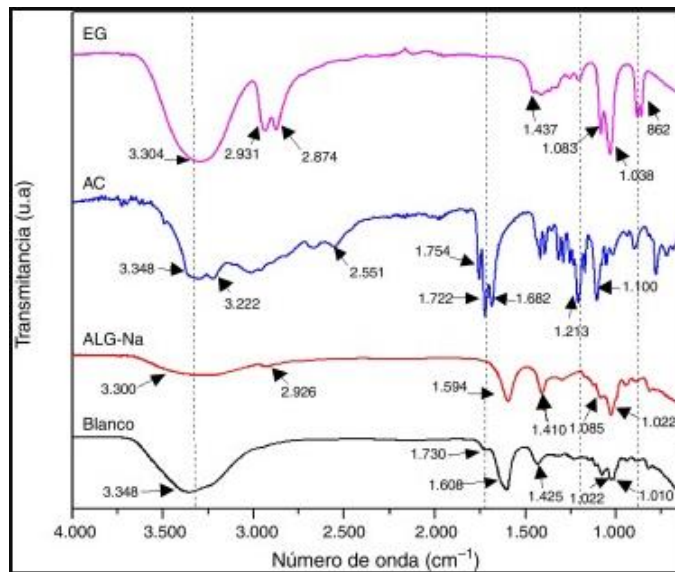


Imagen 24. FTIR – ATR [66][67]

Los espectros infrarrojos de Fourier en las hojas sin tratar y blanqueadas de la Posidonia Oceánica y los CNC obtenidos de las blanqueadas, se han estudiado anteriormente en un rango de 400 – 4000 cm^{-1} en modo de reflexión atenuada [52]. La [Imagen 26](#) muestra los espectros en los cuales muestran señales en todos los casos a 3364 cm^{-1} y 2926 cm^{-1} debido a las vibraciones de estiramiento del OH y CH y señales en la región de estiramiento de C – O entre 1200 cm^{-1} - 950 cm^{-1} . Después del tratamiento químico (hojas blanqueadas y CNC), no aparece la banda a 1511 cm^{-1} asignado al modo de estiramiento aromático de CO para el anillo de guayacilo de lignina, lo que confirma la eliminación de lignina.

En el espectro de hojas sin blanquear, el pico a 1736 cm^{-1} se asigna a la vibración de estiramiento C = O de los grupos carbonilo y acetilo en el componente de xilano de las hemicelulosas. La ausencia del pico en 1256 cm^{-1} confirma la eliminación de la hemicelulosa en los materiales hidrolizados. En el caso de los CNC, las señales a 1157 cm^{-1} se asigna al estiramiento asimétrico del puente C – O – C, en 1061 cm^{-1} al estiramiento asimétrico del anillo de anhidroglucosa (monómero de la celulosa), en 1023 cm^{-1} al estiramiento C – O, en 895 cm^{-1} a los enlaces β -glucosídicos de la celulosa, que confirma la naturaleza de la celulosa I del CNC producido.

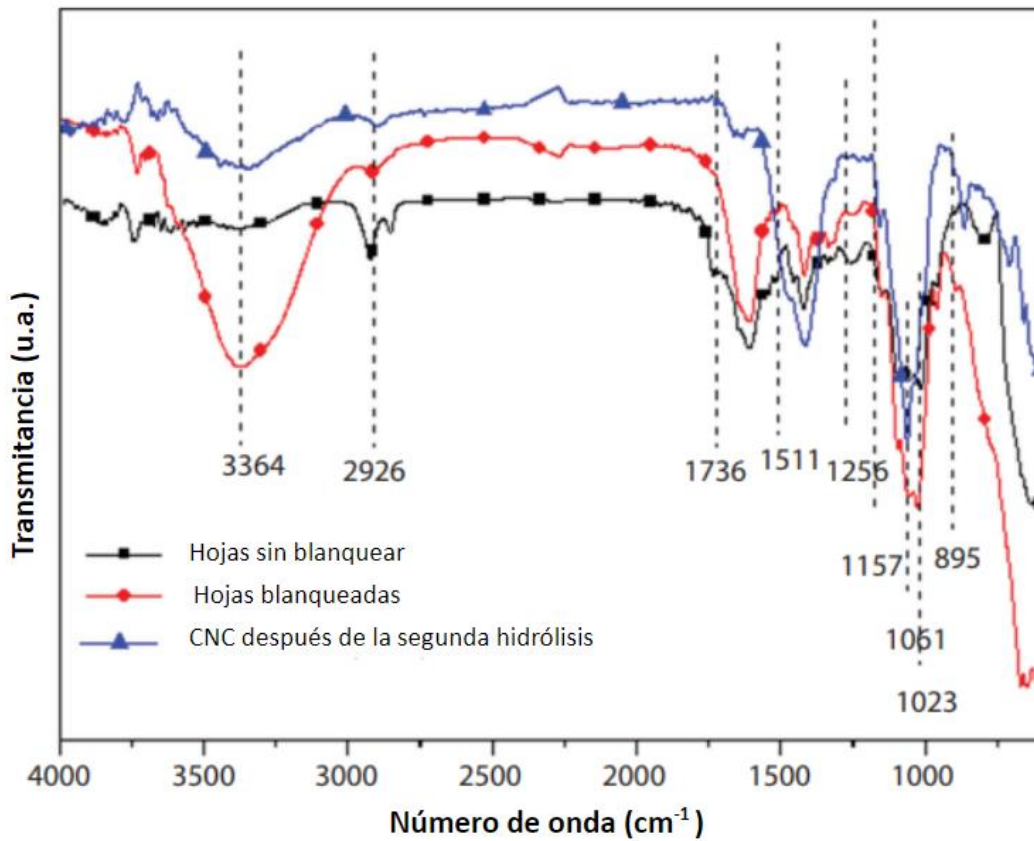


Imagen 25. Espectros FTIR de las hojas de la Posidonia Oceánica sin blanquear y blanqueadas y la CNC obtenida en la 2ª hidrólisis de la Posidonia Oceánica en el rango de 400 - 600 cm^{-1} [52]

En el siguiente trabajo [38], el análisis FTIR se hizo con muestras de PO, PO - C, PO - MCC y C - MCC, donde se observan las principales bandas de absorción en los espectros de la [Imagen 27](#) y se resumen en la [Tabla 7](#):

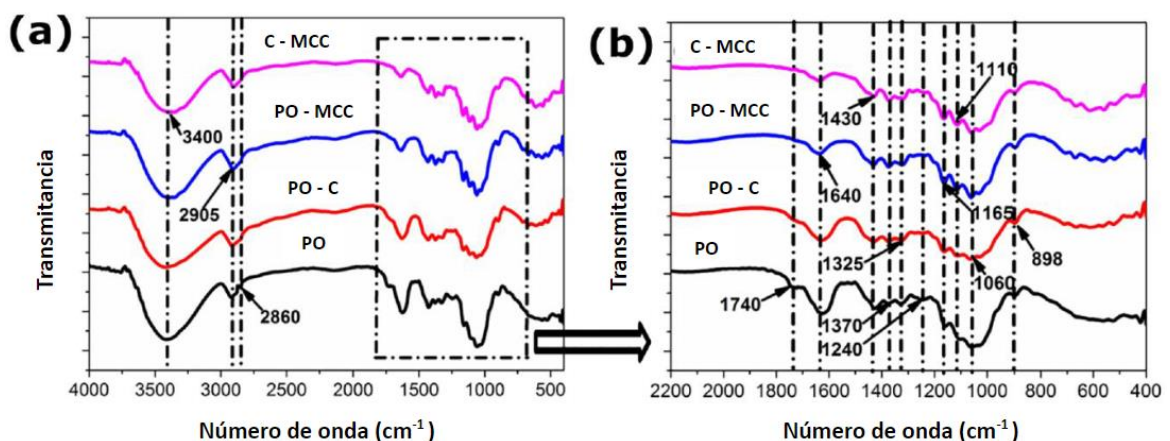


Imagen 26. (a) Espectro FTIR de la PO, PO - C, PO - MCC y C - MCC en un rango de 40 - 4000 cm^{-1} (b) Espectro FTIR de PO, PO - C, PO - MCC y C - MCC en un rango de 2000 - 400 cm^{-1} [38]

Tabla 7. Resultados obtenidos en el FTIR de la Imagen 26 [38]

Número de onda (cm ⁻¹)	Posibles asignaciones de banda
3400 - 3000	La vibración de estiramiento de los enlaces O - H de los grupos hidroxilos primarios y secundarios.
2901-2905	La vibración de estiramiento de los enlaces de C-H
1640	La flexión de absorción H-O-H de la molécula del agua absorbida.
1430	La vibración de flexión del CH ₂ .
1370	La vibración de estiramiento relacionada con los enlaces C-H o C-O en los anillos aromáticos de los polisacáridos.
1325	La vibración del CH ₂ .
1165	La vibración asimétrica de la unión β-glicosídica.
1110	La vibración de estiramiento de los enlaces C-O-C del anillo de piranosa de celulosa.
1060	La vibración de estiramiento de los enlaces C-O.
898	Las vibraciones oscilantes de los enlaces C-H de celulosa.

El aumento cristalino que se observa en las muestras de celulosa microcristalina (PO - MCC y C - MCC) puede ser confirmado por el desplazamiento de la vibración de estiramiento de C - H de 2901 cm⁻¹ a 2905 cm⁻¹.

Las alteraciones espectrales más detalladas pueden ser observadas en la PO - C, PO - MCC y C - MCC comparado con el PO. La ausencia de la banda de absorción centrada en 2860 cm⁻¹ se asigna a la vibración de estiramiento asimétrico y simétrico del grupo CH₂ de hemicelulosa.

La desaparición de la banda de absorción situada en 1740 cm⁻¹ se atribuye al estiramiento del C - O en el acetyl y el ácido uránico en los grupos éster de la hemicelulosa o el grupo de éster carboxílico de los ácidos ferúlicos y la unidad ácido p- cumárico de lignina. Además, la ausencia de la banda observada a 1240 cm⁻¹ se asigna al enlace C - O fuera de plano que se estira la vibración del grupo arilo de moléculas de lignina. La desaparición de estas bandas en los espectros de PO - C, PO - MCC y C - MCC indican que todos los componentes no celulósicos, principalmente la lignina y la hemicelulosa, se eliminaron completamente después de la deslignificación y el tratamiento alcalino. Por lo tanto, indica la presencia de celulosa como componente principal en el PO - C y PO - MCC. Además, los espectros FTIR de la PO - MCC producida es comparable con el del MCC comercial, lo que sugiere que la MCC pura se ha obtenido con éxito a partir de la materia prima de la PO.

- **Análisis termogravimétrico (TGA)**

El análisis termogravimétrico es una técnica que mide las propiedades físicas y químicas de una muestra en función de la temperatura en una atmósfera definida. Esta técnica se utiliza principalmente para la caracterización de materiales en lo que respecta su composición.

En una curva TGA se observa primero la pérdida de masa de los componentes (humedad, solventes, monómeros), seguido de la descomposición del polímero, combustión de carbón y residuos finales (cenizas). Permite estudiar la descomposición de productos materiales y sacar conclusiones sobre sus componentes individuales.

La primera derivada de la curva TGA con respecto al tiempo se conoce como curva DTG; es proporcional a la velocidad de descomposición de la muestra [68].

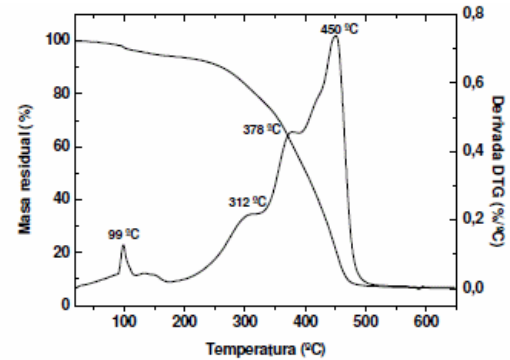


Imagen 27. TGA y DTG [69][70]

En trabajos anteriores [38] se comparan las fibras de la Posidonia Oceánica (PO), la celulosa obtenida en la Posidonia Oceánica (C-MCC), la celulosa microcristalina producida de la Posidonia Oceánica (PO-MCC) y de celulosa microcristalina comercial (C-MCC). Con ellas se hicieron las pruebas por triplicado para asegurar exactitud y precisión. La temperatura TGA se elevó de 50°C a 750°C, bajo atmósfera de gas nitrógeno (60cm³/min), a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Del mismo modo, se estudió la curva DTG.

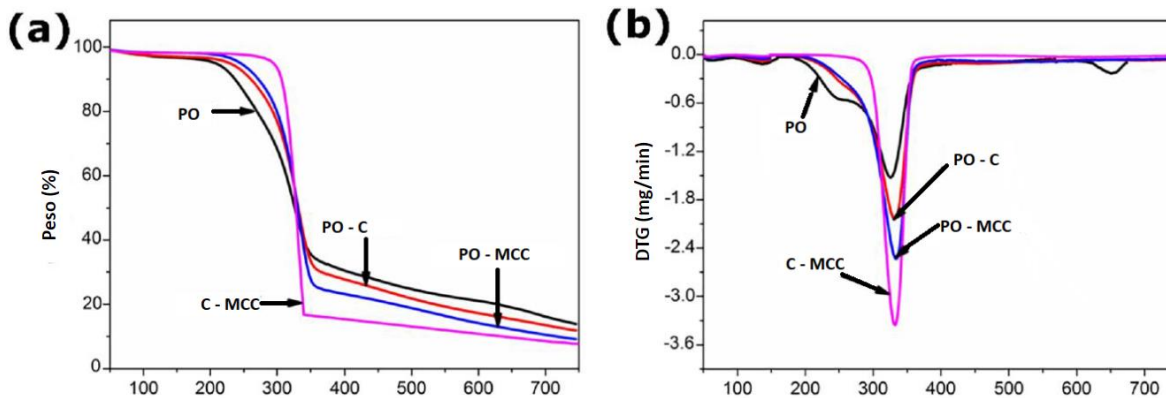


Imagen 28. (a) Curvas TGA y (b) Curvas DTG [38]

En la [Tabla 8](#), se informa de los resultados del análisis térmico de las curvas de la [Imagen 28. \(a\)](#) Como se puede observar, todas las muestras exhiben dos etapas de pérdida de peso dentro del rango de temperaturas de 25°C – 750°C, excepto la Posidonia Oceánica sin tratar, que muestra otra etapa de degradación a los 660°C aproximadamente, debido a la degradación de compuestos minerales como la sílice y la weddellita, confirmando con ello las conclusiones que se obtienen en el mismo trabajo con la técnica XDR. La primera etapa de las muestras tiene lugar en un rango de temperaturas de 80°C – 150°C aproximadamente, que es causado por la evaporación de la humedad y otros compuestos volátiles dentro de las muestras. La pérdida de peso de los componentes celulósicos comienza desde 200°C hasta 390°C, que se debe a los procesos de degradación de la celulosa (como, por ejemplo, deshidratación, despolimerización, descarboxilación y descomposición de unidades de glucosa), seguido de una formación de residuos carbonizados.

Tabla 8. Resultados obtenidos por el análisis TGA [38]

MUESTRAS	Análisis TGA		
	T _{inicial} (°C)	T _{máx} (°C)	Pérdida de peso residual a los 750°C
PO	235,66	324,58	2,05
PO - C	287,23	330,27	1,52
PO - MCC	302,69	331,69	0,55
C - MCC	309,82	333,11	0,48

Con lo que respecta sobre la [Imagen 28. \(b\)](#), se encuentra un pico de temperatura más bajo alrededor de 248°C para la PO, lo que representa la descomposición de la hemicelulosa. La ausencia de este pico en PO – C, PO – MCC y C – MCC indica la eliminación completa de la hemicelulosa después de la deslignificación y el tratamiento con álcalis, lo cual también sucede en el análisis de FTIR con la ausencia de picos correspondientes a la hemicelulosa. Además, para la PO, el inicio de la degradación se observa a una temperatura de 235, 66°C y la temperatura máxima se determina a 324,58°C, mientras que en la PO – C y la PO – MCC, la temperatura inicial y la máxima de degradación se observan a 287,23°C, 330,27°C, 302,69°C y 331,69°C, respectivamente. La C – MCC también presenta una mayor temperatura de descomposición que comienza a los 309,82°C, con una temperatura máxima a los 331,11°C.

Este comportamiento se asigna a la significativa cristalinidad de la celulosa microcristalina. Además, es importante señalar que a 380°C, la pérdida de peso de las muestras de celulosa microcristalina es mayor que la de la PO y PO – C, lo que se debe a la menor pureza de esta última. La PO – MCC mostró una estabilidad térmica similar a la del C – MCC en términos de temperaturas iniciales y máximas de descomposición.

Con lo que respecta al peso del residuo carbonoso a 750°C ([Tabla 8](#)), el peso del PO (2,05%) es mayor que la de la PO – C (1,52%), PO – MCC (0,55%) y C – MCC (0,48%), respectivamente. El mayor residuo de carbonización de la PO es probablemente causado por la información de carbonización de los compuestos retardantes de la llama.

Finalmente, los resultados obtenidos indican también que los tratamientos de blanqueo, alcalinos y de hidrólisis podrían eventualmente mejorar la estabilidad térmica de la celulosa microcristalina preparada debido a la eliminación de compuestos no celulósicos, los compuestos inorgánicos y las regiones amorfas. Además, contiene mayor estabilidad térmica que a la aislada del racimo de frutos vacíos de palmera aceitera ($T_{\text{inicio}}=275^{\circ}\text{C}$ y $T_{\text{máx}}=326^{\circ}\text{C}$) (X) y comparable a la nanocelulosa obtenida del bambú ($T_{\text{máx}}=331,7^{\circ}\text{C}$) y la paja de trigo ($T_{\text{máx}}=332,2^{\circ}\text{C}$).

7. Materia textil a tratar

Se ha realizado una búsqueda profunda de las materias textiles a las que se puede realizar un acabado con nanocelulosa, para obtener así un textil funcionalizado, con mejores propiedades físicas y térmicas que el producto inicial.

- ALGODÓN

Se han realizado investigaciones recientes para obtener materiales textiles conductores. Esto se ha estudiado con un revestimiento conductivo a las telas de algodón con compuestos de nanocelulosa / polipirrol. Con la incorporación de la nanocelulosa en los sistemas de pirrol – telas de algodón – FeCl_3 – H_2O , los materiales obtienen mejores propiedades mecánicas, eléctricas o ambas.

El pirrol ha despertado el interés de las investigaciones debido a sus aplicaciones eléctricas, ópticas, biológicas y médicas. Se caracteriza por una buena conductividad eléctrica, su directa polimerización, citocompatibilidad y estabilidad ambiental. La conductividad eléctrica puede controlarse cambiando el grado de dopaje y la polimerización del pirrol se puede inducir por oxidación electroquímica en sustratos metálicos o por oxidación química. La oxidación química se puede realizar gracias al FeCl_3 como agente oxidante.

Con la unión de la polimerización del pirrol, y con las propiedades sobresalientes que contiene la nanocelulosa como son la alta resistencia y la rigidez, junto con la renovabilidad, biocompatibilidad y biodegradabilidad, hace que se hayan desarrollado materiales compuestos con aplicación potencial en muchos campos, de los cuales los textiles conductivos recubiertos con polímeros ahora forman parte de esa familia. Estas telas se utilizan para aplicaciones industriales, así como para aplicaciones domésticas y comerciales, incluida la disipación electrostática y el blindaje contra interferencias electromagnéticas, pisos, materiales para techos, ropa deselectrizante y ropa libre de polvo y gérmenes. Las características de absorción de microondas de estos tejidos también son muy deseables, permitiendo que estos materiales se utilicen en aplicaciones militares como el camuflaje y los tejidos protectores de radar para la tecnología sigilosa. [71]

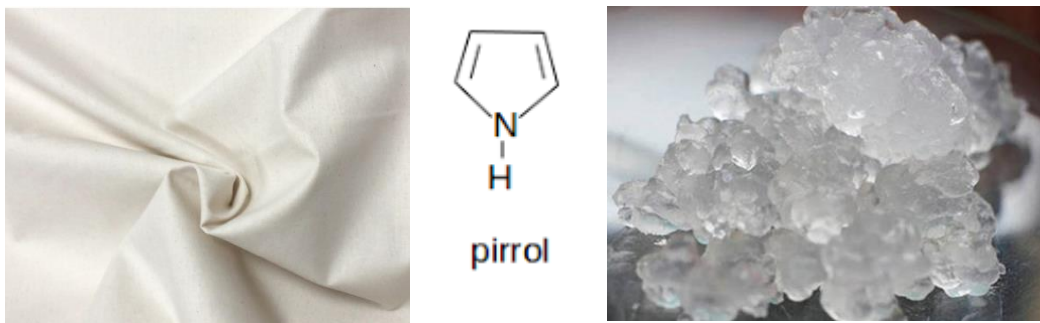


Imagen 29. (De izq. a drcha.) Tejido de algodón, estructura química del pirrol y nanocelulosa [72][73][74]

- YUTE

En la literatura, se ha encontrado un artículo que trata sobre la preparación y caracterización de un tejido de yute recubierto de nanocelulosa. Con fibras de yute de desecho, se extrae y se purifica la nanocelulosa mediante tratamientos químicos. En este estudio, aparte de utilizar la nanocelulosa como refuerzo, se utiliza el polímero epoxi verde como resina como sistema matricial y un endurecedor para obtener así el material compuesto.

Los compuestos poliméricos reforzados con una fibra natural han ganado especial atención en los últimos años por el medio ambiente, los beneficios económicos y el bajo consumo de energía. También hay que tener en cuenta que las fibras naturales ofrecen muchas ventajas en comparación con los materiales sintéticos, ya que, aparte de la calidad del medio ambiente, los materiales recubiertos de fibras naturales son ligeros, fáciles de procesar y están disponibles en grandes cantidades, con bajos requerimientos de energía de combustibles fósiles. Por ello, son candidatos prometedores para el remplazo de fibras de refuerzo sintéticas convencionales en materiales compuestos.

Con la nanocelulosa recubriendo el yute, se ha conseguido mejorar el módulo de tracción, las propiedades de flexión y la resistencia a la fractura, aunque con el material compuesto utilizando la resina, hay una disminución de la resistencia en comparación con el yute sin recubrir. Respecto al módulo de almacenamiento, también se aumenta una mejora con los compuestos de yute con nanocelulosa.

En conclusión, el recubrimiento de nanocelulosa mejora las propiedades mecánicas y dinámicas del tejido, ya que se forma una red rígida por los enlaces de hidrógeno incorporados. [75]



Imagen 30. (De izq. a drcha.) Tejido de yute, resina (matriz del material compuesto) y fibras de yute (refuerzo del material compuesto) [76][77][78]

En el trabajo de los autores Khalil et al. [79], se utiliza la nanocelulosa fosforilada preparada a partir de fibras de vaina de la palma datilera junto al quitosano para el recubrimiento de un tejido de yute para obtener un textil antimicrobiano y con propiedades de estabilidad térmica.

Al igual que en los trabajos anteriores, se ha investigado la obtención de estos materiales a raíz de que la celulosa es el recurso biológico más abundante en el mundo y un recurso renovable, con gran disponibilidad y de bajo coste. La fibra natural más biodegradable, ecológica y renovable después del algodón es el yute. Éste se usa ampliamente en muebles, tapicería y textiles para el hogar, pero la renovada demanda del yute se debe principalmente a su naturaleza ecológica, biodegradable e hidrofílica. Por su alto contenido en celulosa, el yute se incendia fácilmente, se quema por completo en atmósfera abierta, no se puede extinguir fácilmente en presencia de fuego y se daña rápidamente. Por ello, la demanda de los productos de yute funcionales con materiales antibacterianos, para así evitar la contaminación microbiana no deseada, y que sean térmicamente estables están en aumento los últimos años.

Se controla el rendimiento de cualquier compuesto compatible con la fibra por las características de sus componentes. Además, la fibra debe tener una buena compatibilidad y unión con la matriz. De ahí que el rendimiento del compuesto puede mejorarse mejorando la superficie de las fibras de yute química o físicamente. Entre una variedad de mejoras de superficie, los procedimientos de reticulación son los que más atraen últimamente, debido a la capacidad de los grupos químicos de entrecruzamiento para interactuar con las fibras de matriz y de yute. Los ácidos policarboxílicos, como el ácido cítrico, es el mejor tipo de reticulador para aplicaciones compuestas. Enlaces interfaciales entre la fibra de yute y el ácido cítrico se pueden crear mediante el desarrollo de enlaces covalentes e hidrógeno. El quitosano atrae el interés científico e industrial por su actividad antimicrobiana, biodegradabilidad y no toxicidad.

Con el tratamiento de reticulación de un tejido de yute con el quitosano y la nanocelulosa fosforilada, se ha obtenido un tejido que inhibe el crecimiento de todas las cepas bacterianas patógenas en contra de un tejido de yute sin tratar y que, con la acción catalítica de los grupos fosfato de la nanocelulosa fosforilada y los grupos amino del quitosano, conduce a la formación de una capa superficial de carbón que evita la descomposición de éste a altas temperaturas.

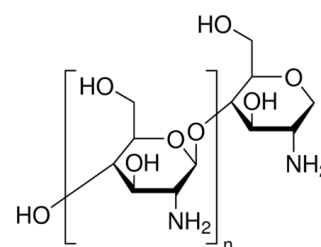


Imagen 31. (De izq. a drcha.) Tejido de yute, palma datilera y fórmula química del quitosano [76][80][81]

- POLIÉSTER

En este trabajo, se investiga por mejorar el rendimiento de un tejido de poliéster con nanofilamentos de celulosa, que se separa de la fibra de rayón de viscosa de desecho industrial.

Los materiales textiles hechos de fibras naturales han desempeñado un papel importante en la vida de los seres humanos desde tiempos inmemoriales y todavía se utilizan ampliamente en la industria textil moderna por sus propiedades únicas, los cuales son materiales textiles de alta calidad. La nueva forma de reutilizar las fibras que se desperdician durante el procesamiento y los usos finales tienen un gran potencial de comercialización, debido a sus excelentes propiedades intrínsecas.

El polvo fino que se prepara a partir de la fibra de rayón de viscosa se conoce como nanobigote, que puede impartir varias propiedades funcionales, no sólo a los textiles sino al campo de la electrónica y la medicina.

Con todo ello, después de caracterizar el tejido de poliéster sin tratamiento y con nanofilamentos de celulosa, se obtiene que se mejora la carga de rotura y el ángulo de recuperación de los pliegues, casi sin efecto sobre la rigidez del material después del tratamiento. También se mejora la capacidad de absorción y reduce la permeabilidad al agua y al aire del tejido de poliéster tratado. Finalmente, respecto a las propiedades térmicas, hay una ligera desviación del pico endotérmico respecto al tejido sin tratar, pero no es muy significativo. [21]



Imagen 32. (De izqda. a drcha.) Tejido de poliéster - Fibra de rayón de viscosa [82][83]

Con los tejidos mencionados, sabiendo que hay diferentes artículos que hablan sobre el recubrimiento de la nanocelulosa en éstos, es posible plantear el estudio de la incorporación de la celulosa extraída de la Posidonia Oceánica en estos diferentes tejidos para mejorar sus propiedades mecánicas y térmicas, para obtener un material novedoso con doble funcionalidad a partir de un desecho que no se utiliza actualmente para estos casos.

8. Sistemas de aplicación

En un trabajo de la literatura [16], los nanocompuestos de PLA/CNC se obtienen en dos pasos. Primero, se produce un lote maestro de PLA/CNC (sin tratar o injertado) de CNC 10% en peso en una cámara de mezcla Brabender a 163°C y 30 rpm durante 7 min. El lote maestro se diluye luego con PLA virgen (0,5, 1 y 2% en peso de CNC) usando una extrusora cónica de doble tornillo. Las temperaturas de procesamiento utilizadas son de 150 °C, 150 °C y 145°C en las zonas del extrusor, la velocidad de los tornillos es de 5 rpm y se usa una matriz circular (5 mm de diámetro) a 140°C. Las muestras se moldean por compresión con una prensa a 180°C durante 5 min, con una fuerza de cierre de 2043 kPa durante 5 min seguido de un enfriamiento por agua para obtener las placas.



Imagen 33. Cámara de mezcla, extrusora cónica y prensa [84][85][86]

En otro estudio [87], para la obtención de películas de polianilina con nanocelulosa se utiliza la técnica de vaciado. Se preparan mediante la mezcla de los componentes en medio acuoso en períodos de 24h a temperatura ambiente. La mezcla obtenida se vuelca en una placa Petri y se deja secar a temperatura ambiente.

Si la nanocelulosa es procedente de la pulpa Kraft, la dispersión se introduce en la placa Petri y se seca a 40°C durante 3 días. Seguidamente, se acondicionan las películas obtenidas a 23°C y con una humedad relativa del 50% antes de su uso.

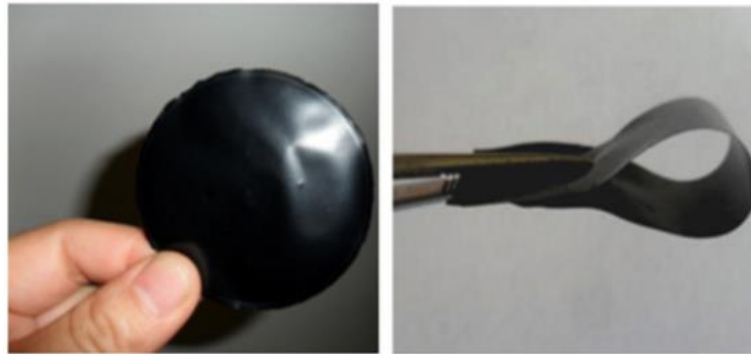


Imagen 34. Película de nanocelulosa con 20wt% PANI [87]

Para la obtención de películas o láminas de nanocelulosa fibral se utiliza la técnica de drenaje de una suspensión de fibras sobre un alambre en movimiento, parecido a un tejido, dando como resultado un material flexible y continuo a partir de fibras discontinuas. A veces, se utilizan los poli - electrolitos como agentes de retención y para controlar la estructura de la película, tamaño de poro, estructura coloidal y distribución de la fibra.

Otro proceso puede ser el método de filtrado [87], donde se agita la suspensión de nanocelulosa por 2 minutos con un agitador de mano y seguidamente se pasa la suspensión por un filtro de tamaño de malla 150. La suspensión se drena por completo cuando la superficie reflectante de la película húmeda se vuelve mate. Al obtener la lámina, la película húmeda se separa de la malla y se coloca entre papeles secantes. Las películas húmedas se secan a 112°C durante 10 minutos aplicando vacío.



Imagen 35. Película obtenida por el método de filtrado, aplicando vacío [87]

En el siguiente trabajo [88], la elaboración de membranas se realiza a través de electrospinning. Primero, se elaboran las membranas con 10 mL de solución compuesta de pellets PLA, disueltos en cloroformo/acetona (relación 2:1), procurando que el contenido del polímero fuera del 10% de la solución. La solución fue cargada en una jeringa y llevada al electrospinning, con parámetros de fabricación:

- Distancia inyector – colector: 20 cm.
- Voltaje: 24 kV.
- 1 mL/h de flujo de solución.

El refuerzo, que es la nanocelulosa, se hizo en porcentajes de 1%, 3% y 5% con respecto al peso del polímero.

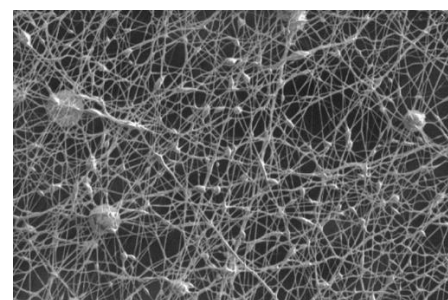
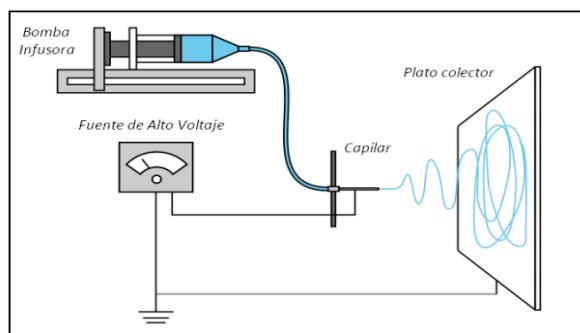


Imagen 36. Izqda: Ensamble de la técnica electrospinning. Drcha: Ejemplo de nanofibras obtenidas por la técnica electrospinning [89] [88]

En la literatura [90] se ha encontrado una tesis de la fabricación de materiales compuestos: el primero procedente de las fibras de la Posidonia Oceánica y gluten como ligante, el segundo de fibras de la Posidonia Oceánica junto biopolietileno, el tercero de fibras de la Posidonia Oceánica junto poliuretano y el cuarto de fibras de Posidonia Oceánica junto aglomerantes de resinas epoxy bio.

Para todos menos para el composite de fibras de Posidonia Oceánica junto biopolietileno, el método de obtención de los composites es con la técnica de termocompresión. En el Posidonia Oceánica/biopolietileno, es por moldeo por inyección.

Antes que todo, se tratan las fibras de Posidonia Oceánica: se trituran, tamizan y limpian para su uso.

El equipo de termocompresión empleado para el desarrollo de los biocomposites es el siguiente:

- Se llena el molde por completo y después se cierra. El molde es de aluminio con una cavidad de 4,5 x 7 cm.
- Se coloca el molde en los platos calientes del equipo de termocompresión, utilizando una prensa con un tonelaje máximo de 10 Tm y un rango de temperaturas de procesado desde temperatura ambiente hasta 300°C.

Para el compuesto de Posidonia Oceánica/Gluten se mezclan ambos materiales con las cantidades indicadas en la [Tabla 9](#), para que éstos queden distribuidos de manera homogénea.

Tabla 9. Cantidad utilizada de materia prima para cada uno de los prototipos compuestos de Posidonia Oceánica/Gluten [90]

Muestras	% Posidonia Oceánica	% Gluten	Posidonia Oceánica (g)	Gluten (g)	Total (g)
<i>PO/gluten_1</i>	90	10	12,6	1,4	14,0
<i>PO/gluten_2</i>	80	20	11,2	2,8	14,0
<i>PO/gluten_3</i>	70	30	12,6	5,4	18,0
<i>PO/gluten_4</i>	60	40	10,8	7,2	18,0

Variando el rango de temperaturas y presión, las condiciones óptimas de trabajo son a una temperatura de 120°C y a una presión de 22 MPa durante 10 minutos aproximadamente para asegurar la fusión del gluten. Pasado ese tiempo, se deja de aplicar calor, pero se sigue con la misma presión durante 15 minutos para que el gluten se distribuya homogéneamente por todo el material y obtenerlo compacto, al mismo tiempo que se enfría el molde para proceder su extracción de los platos calientes.

En el caso de la Posidonia Oceánica/biopolietileno, se quiere conseguir una fibra con el menor tamaño posible. Por ello, se realiza antes una etapa adicional de molienda de las fibras mediante un molino ultracentrífugo, para obtener el residuo de la Posidonia Oceánica en formato polvo.

Las formulaciones que se utilizan son de 5, 10, 20, 30 y 40% en peso de PO en matriz de biopolietileno, mezclándose mecánicamente en una bolsa hermética con el objetivo de conseguir una mezcla homogénea. Las diferentes formulaciones se extruyen en una extrusora co-rotatoria de doble husillo a una velocidad constante de 40 rpm.

La temperatura de la tolva de alimentación es de 160°C en todas las formulaciones y en la boquilla de extrusión de 160°C, 165°C y 170°C. Después del enfriamiento del material extruido, los materiales se peletizaron obteniendo el “*compounding*”.

El “*compounding*” es el material de partida para el procesamiento de la técnica de moldeo por inyección. Para ello, la temperatura de inyección para los compuestos Posidonia Oceánica/biopolietileno es de 190°C para evitar la degradación del componente lignocelulósico, donde se utiliza un molde de acero.

Para el composite de Posidonia Oceánica/poliuretano se utiliza el modelo de extrusión explicado en el composite Posidonia Oceánica/gluten. El mezclado previo de los diferentes componentes ([Tabla 10](#)) se realiza en un amasador de 1000W. Esta mezcla se introduce en el molde de termocompresión con una cavidad de 9,4 cm de espesor. Posteriormente, se hace el curado en las planchas a 120°C durante 10 minutos.

Tabla 10. Cantidad utilizada de materia prima para cada uno de los prototipos compuestos de Posidonia Oceánica/Poliuretano [90]

Muestras	Posidonia Oceánica (g)	PUR (g)	Agua (g)
PO/bioPUR_1	70	12,4	3,7
PO/bioPUR_2	70	17,5	5,3
PO/bioPUR_3	70	23,3	7,0
PO/bioPUR_4	70	30,0	9,0
PO/bioPUR_5	70	46,7	14,0
PO/bioPUR_6	70	70,0	21,0

Finalmente, para el composite Posidonia Oceánica/resinas epoxy bio, se tratan las fibras de Posidonia Oceánica con agentes de acoplamiento-silano. Seguidamente, se utiliza la técnica de termocompresión con una relación 70:30 de Posidonia Oceánica / resina epoxy bio, con respecto al peso total. En cuanto a la cantidad de endurecedor a utilizar, según especificaciones técnicas, se estipula una proporción de 100:40 con respecto a la cantidad de resina.

Después de varios ensayos preliminares variando las condiciones de temperatura y presión, en este caso las condiciones de trabajo y presión óptimas son de 85°C y 10 T durante 20 minutos, para que la resina cure completamente.

Pasado ese tiempo, se deja de aplicar calor, pero se aplica la misma presión durante 60 minutos para que la resina se distribuya homogéneamente por toda la fibra de Posidonia Oceánica y obtener un material compacto, al mismo tiempo de que se enfría el molde y así, al traspasar el tiempo, se puede extraer éste de los platos calientes.

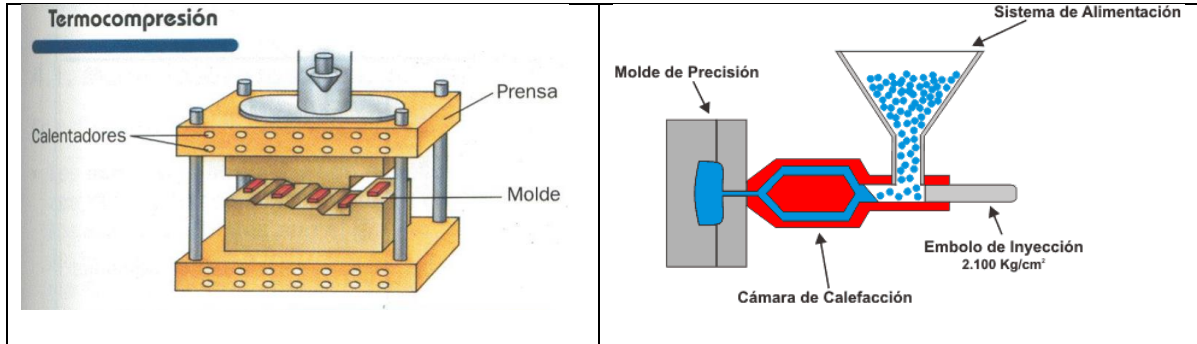


Imagen 37. Izqda: Técnica de termocompresión. Drcha: Moldeo por inyección [91][92]

El último trabajo que se va a mencionar en este apartado es el de la aplicación de la nanocelulosa por el método Pad-dry-cure [21]. Se acolchan muestras de tejido de poliéster con diferentes concentraciones de suspensión de nanocelulosa (1,5 y 10 gpl). Para una solución de 1 gpl se añaden nanopartículas de nanocelulosa de 0,1 gramos en 100 ml de alcohol con 5 gramos de sal de sodio.

La mezcla se agita con un agitador mecánico a 250 rpm durante 30 min a una temperatura de 50°C. De la misma forma se prepara toda la solución de las diferentes concentraciones.

Las muestras de tejido de poliéster (40x30 cm) se sumergieron en el acolchado mezclado con el alcohol a temperatura ambiente durante 10 minutos y luego se pasan a través de una manga aplastadora del laboratorio dos veces, la cual se coloca a una velocidad de 15 rpm con una presión de 1,75 kg/cm², utilizando la secuencia de acolchado de dos inmersiones y dos prensados, obteniendo finalmente el 70% del tejido de poliéster sin líquido del baño.

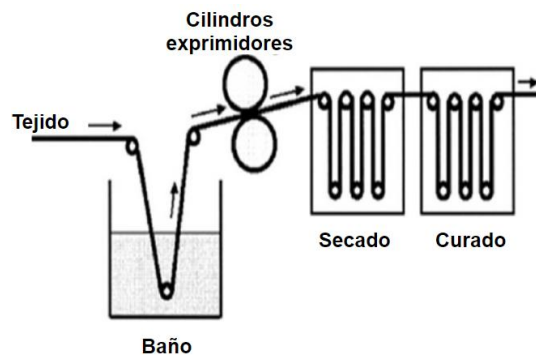


Imagen 38. Método Pad - dry - cure [93]

En este trabajo, el método de aplicación de la nanocelulosa más indicado, ya que no se trata de films sino de tejidos, sería el de Pad-dry-cure.

9. Técnicas de caracterización del tejido tratado

Las técnicas de caracterización del tejido se han realizado en base a los tejidos escogidos en el Apartado 7.

- ALGODÓN [71]

o Conductividad

La conductividad eléctrica de los tejidos de algodón recubiertos con pirrol y nanocelulosa se determina a temperatura ambiente (25°C) utilizando un multímetro digital. La magnitud de la conductividad del tejido en función de sustratos de nanocelulosa, monómero y solución oxidante se muestra en la [Imagen 39](#). Los resultados de la imagen informan de que la conductividad de los tejidos de algodón aumenta exponencialmente al aumentar la dosis de pirrol y oxidante independientemente de la nanocelulosa, por lo tanto, la conductividad del tejido depende de las cantidades del monómero de pirrol y oxidante.

Además, el aumento de la conductividad se debe al aumento del grosor de la capa del polímero conductor. Una capa de polímero conductor más gruesa mejora el contacto eléctrico entre las fibras, lo que aumenta la conductividad general del textil. Dependiendo de la naturaleza de la celulosa utilizada, ya que en este trabajo se estudia tanto nanofilamentos de celulosa, copolímero de nanofilamentos de celulosa y poliacrilamida y carbometilcelulosa, se produce una diferencia significativa de la conductividad, disminuyendo en el caso de la carbometilcelulosa por la naturaleza de los grupos monómeros unidos a la estructura de la nanocelulosa, así como la ausencia de cristalinidad.

El aumento de la conductividad utilizando el copolímero de nanocelulosa con poliacrilamida puede estar asociado en este caso con las siguientes razones:

- Aumento de la retención de polipirrol en las fibras.
- El polipirrol más denso y uniformemente distribuido dentro de la fibra.
- El cambio en la microestructura de la agregación de polipirrol en la fibra.
- El mayor nivel de dopaje en la fibra.
- La pronunciada acción de la nanocelulosa sobre la capacidad de cargar y alinear preferentemente las moléculas de monómero de pirrol sobre las fibras de algodón antes de la polimerización.

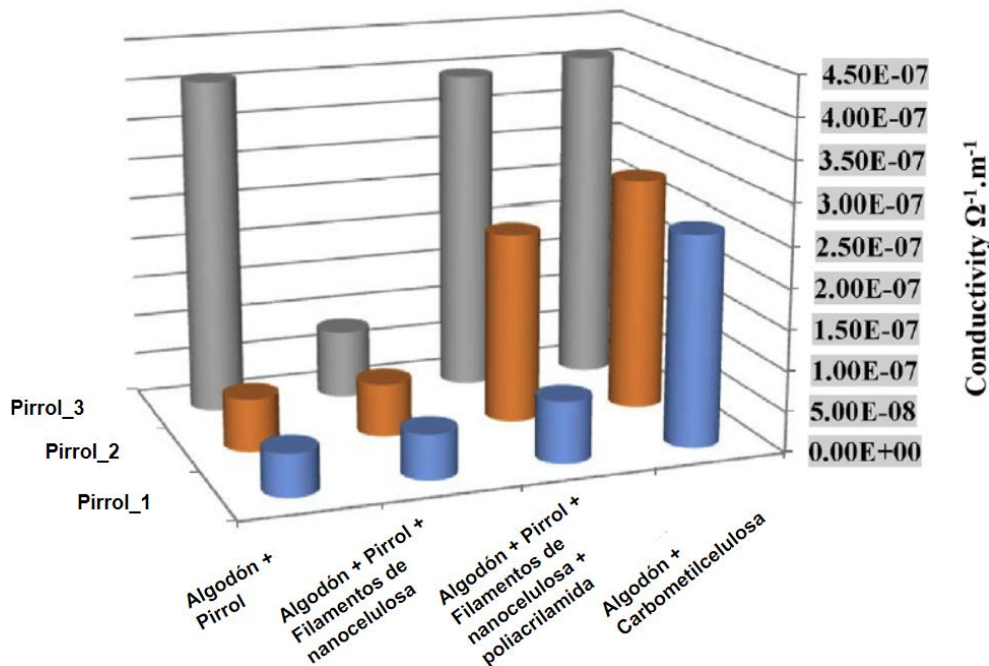


Imagen 39. Efecto de las diferentes proporciones del monómero de pirrol y $FeCl_3$ sobre la conductividad de los tejidos de algodón recubiertos con polipirrol y nanocelulosa [71]

○ Propiedades mecánicas

Las pruebas de adhesión mecánica para el polipirrol al algodón mediante lavado en agua y mediante la prueba de una cinta no muestran polipirrol visible en la solución. Esto significa que las telas conductoras muestran propiedades mecánicas sobresalientes, y que existe una fuerte unión entre el polipirrol y la capacidad de estiramiento del fabricante.

La [Tabla 11](#) muestra las propiedades mecánicas que incluyen el alargamiento y la tensión en la rotura de los tejidos de algodón, recubiertos a diferentes cantidades de pirrol y diferentes tipos de celulosa. En general, la resistencia a la tracción de los tejidos no se ve afectada significativamente por el tratamiento oxidante. En el caso del estrés a la rotura registrada, se observa que es mayor en el tejido de algodón sin tratar que en algunos tratados. Esto puede atribuirse a las fuertes interacciones que implican los enlaces de hidrógeno intramoleculares y las fuerzas electrostáticas que se producen en la estructura enredada de la celulosa de algodón con polipirrol.

Tabla 11. Propiedades mecánicas de los diferentes tratamientos al tejido de algodón y sin tratar [71]

MUESTRA	ELONGACIÓN (%)	ESTRÉS A LA ROTURA (Kg·F/mm ²)
Tejido de algodón sin tratar	16,6	1,5
Tejido de algodón con nanofilamentos de celulosa	Pirrol 1	18,332
	Pirrol 2	18,332
	Pirrol 3	18,332
Tejido de algodón con el copolímero de filamentos de celulosa / poliacrilamida	Pirrol 1	18,33
	Pirrol 2	18,664
	Pirrol 3	18,331
Tejido de algodón con carbometilcelulosa	Pirrol 1	18,331
	Pirrol 2	18,322
	Pirrol 3	18,331
Tejidos de algodón	Pirrol 1	18,331
	Pirrol 2	18,331
	Pirrol 3	18,331

○ SEM – Microestructura superficial

Las propiedades morfológicas de las fibras de algodón recubiertas con polipirrol se muestran en la [Imagen 40](#) con un microscopio electrónico de barrido. Como es evidente, las telas recubiertas muestran una variación en su morfología, la cual está relacionada con la naturaleza de la celulosa utilizada. Examinando la imagen detenidamente, se revela que se produce una capa del polímero conductor bien depositada en la superficie de la fibra. Además, se observa una superficie lisa y una capa de deposición homogénea cuando se insertan las diferentes celulosas ([Imagen 40.\(b\)](#) a [\(d\)](#)). En cambio, en la [Imagen 40.\(a\)](#), el polipirrol se presenta una forma amorfa y una superficie no lisa que es claramente visible. Además, las fibras recubiertas con polipirrol se agrietan y se destruyen parcialmente bajo la influencia del haz de electrones de alta energía de SEM, pero otras muestras se protegen debido al efecto de protección causado por la nanocelulosa incorporada en los compuestos. Las imágenes SEM también representan la interconexión entre las fibras, que se pierde en el caso donde sólo se utiliza el polipirrol. Obviamente entonces, las propiedades electromecánicas de los compuestos conductores de polipirrol/ fibra dependen en gran medida de la dispersión de la capa en la superficie y dentro de los tejidos.

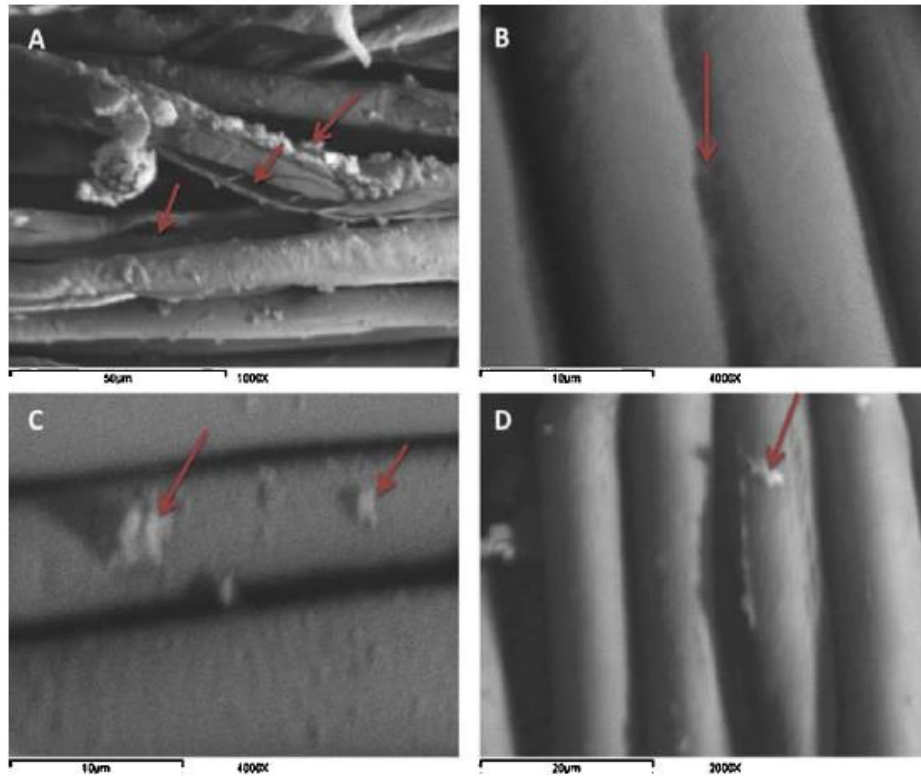


Imagen 40. Imágenes SEM del tejido tratado (A) Sólo con polipirrol (B) Polipirrol con filamentos de celulosa (C) Polipirrol y copolímero de filamentos de celulosa/poliacrilamida (D) Polipirrol con carbometilcelulosa [71]

- YUTE

Para el tejido de yute, se encuentran dos trabajos que explican diferentes caracterizaciones interesantes a conocer.

- *Primer trabajo [75]:*

○ SEM

Las morfologías del tejido de yute a diferentes concentraciones de nanocelulosa se observan en un microscopio electrónico de barrido a 30 kV de voltaje de aceleración, donde las fibras se encuentran recubiertas de oro.

En las imágenes se observa el evidente depósito de nanocelulosa en la superficie del tejido formando una capa. El espesor de la capa aumenta gradualmente con el aumento en la concentración de la nanocelulosa y, en el caso del 10% de peso de suspensión de nanocelulosa está cubierto casi por completo ([Imagen 41.\(d\)](#)).

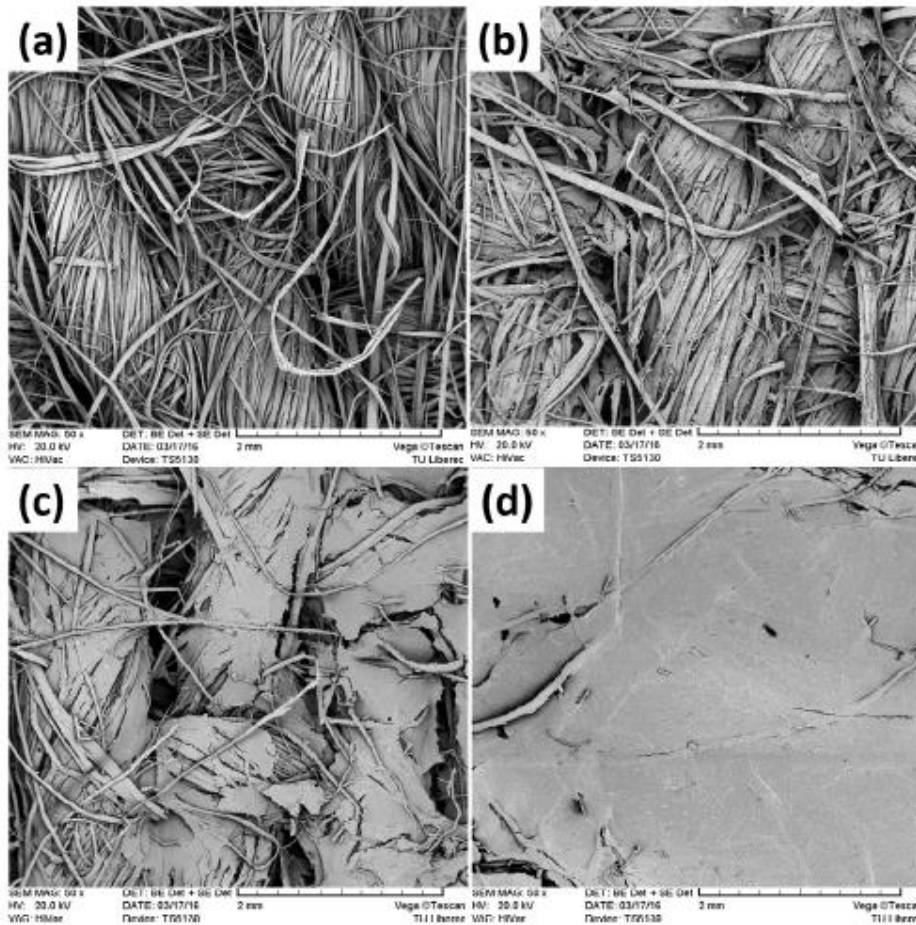


Imagen 41. Tejido de yute recubierto con un (a) 0% de nanocelulosa, (b) 3% en peso de nanocelulosa, (c) 5% de peso de nanocelulosa, (d) 10% en peso de nanocelulosa [75]

○ Propiedades de flexión

Las pruebas se realizan en un bastidor de carga servohidráulico equipado con una empuñadura de cuña hidráulica de 100 kN, con una velocidad de cruceta de 2 mm/min y longitud de calibre de 100 mm (ASTM D3039-00), utilizado los tejidos rectangulares de dimensión 160 x 12.7 x h mm³, siendo “h” el espesor de la muestra en el rango de 4 – 4,5 mm. En los resultados, se observa que la resistencia a la flexión y el módulo aumentan con el aumento de la concentración de la nanocelulosa en los compuestos. La resistencia a la flexión aumenta de 32,94 MPa para el tejido sin tratar, a 32,94 MPa, 43,53 MPa y 48,66 MPa para los tejidos con un 3% en peso de nanocelulosa, 5% en peso de nanocelulosa y 10% en peso de nanocelulosa, respectivamente; con lo cual, se realiza un aumento al 26%, 32% y 47% de las muestras en comparación al tejido sin tratar como se muestra en la [Imagen 42](#).

De manera similar, el módulo de flexión aumenta de 3,83 GPa para el tejido sin tratar a 4,81 GPa, 4,73 GPa y 5,67 GPa para los tejidos con un 3% en peso de nanocelulosa, 5% en peso de nanocelulosa y un 10% en peso de nanocelulosa, lo que indica un aumento respecto al tejido sin tratar de un 25%, 23,5% y un 48%, respectivamente. Estos resultados dan a entender la fuerte interacción entre la matriz y el refuerzo después del recubrimiento de nanocelulosa. La otra posibilidad de mejora de las propiedades de flexión puede ser el aumento de la rigidez después del recubrimiento con nanocelulosa al tejido de yute.

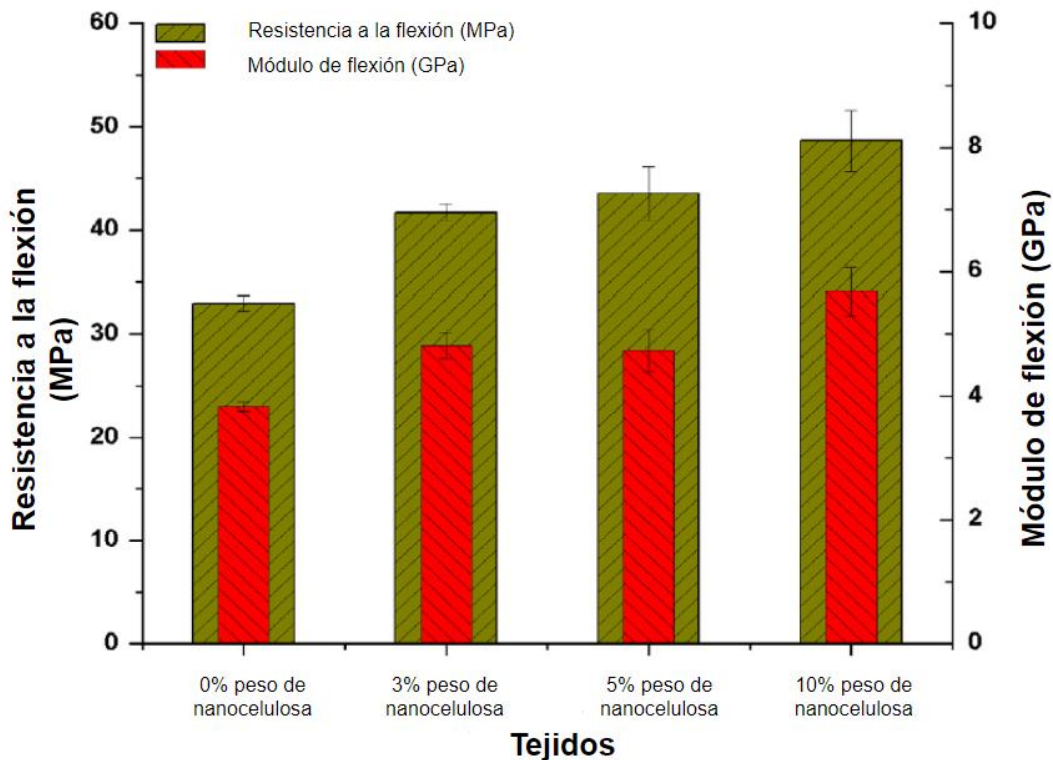


Imagen 42. Resistencia a la flexión y módulo de flexión de los diferentes recubrimientos de nanocelulosas a un tejido de yute [75]

○ Tenacidad a la fractura

La resistencia a la fractura de los compuestos se determina por el método de flexión de tres puntos utilizando la curva de muesca de borde único (SENB) (ASTM D5045-99). Se realiza una grieta aguda de longitud “a” entre 0,45W y 0,55W. Las pruebas se realizaron con una celda de carga de 5 kN a una velocidad de cruce de 10 mm/min.

En la [Imagen 43.\(a\)](#) se muestran las curvas típicas de K_Q (Resistencia a la fractura provisional) respecto al desplazamiento que presentan. El comportamiento del crecimiento de grietas de los compuestos y la [Imagen 43.\(b\)](#) ilustra la tenacidad a la fractura (K_{Ic}) respecto al contenido de nanocelulosa en composición. El modo de fractura es frágil para el compuesto sin tratar, mostrando un comportamiento antideslizante.

A medida que el contenido de nanocelulosa aumenta, el modo de fractura cambia de frágil a dúctil y los valores de K_{Ic} aumentan de 2,64 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para el tejido de yute sin tratar, 3,20 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para el tejido con un 3% en peso de nanocelulosa, 3,21 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para el tejido con un 5% en peso de nanocelulosa y 3,49 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para el tejido con un 10% en peso de nanocelulosa, lo que provoca un aumento del 21%, 21,5% y 32% respecto al tejido sin tratar. Por lo tanto, la resistencia a la fractura aumenta linealmente con el aumento en la concentración de nanocelulosa como recubrimiento.

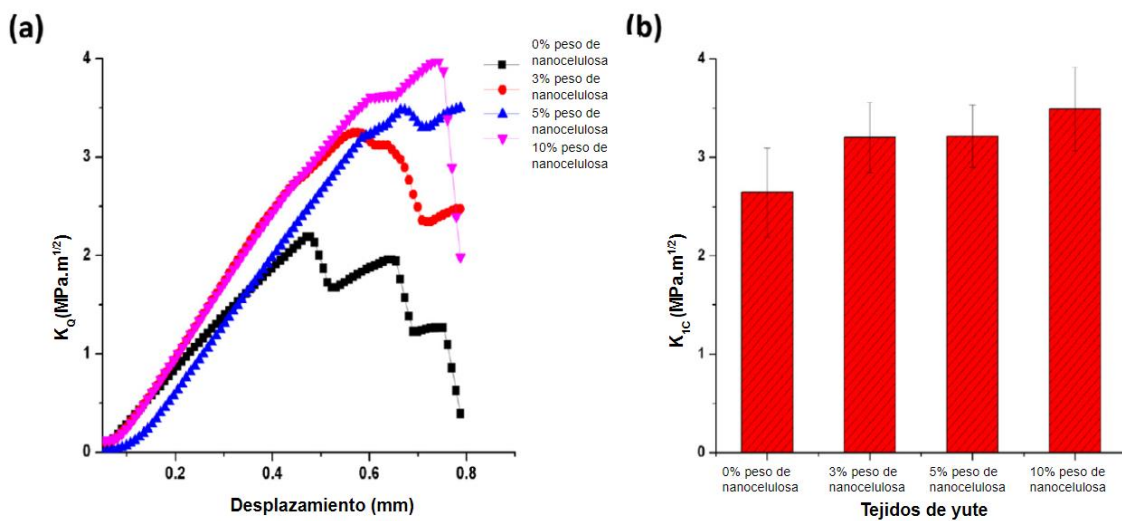


Imagen 43. (a) Curvas típicas de K_Q vs desplazamiento y (b) Tenacidad a la fractura (K_{Ic}) de tejidos de yute / epoxy verde sin tratar o tratados con nanocelulosa [75]

- Segundo trabajo [79]:

o Absorción de peso y contenido de fósforo

La cantidad de fósforo se mide de acuerdo con el espectrofotómetro. En el caso del contenido de la nanocelulosa fosforilada y el quitosano, se evalúa de acuerdo con el método micro Kjeldahl. En la [Imagen 44](#) se muestra la absorción del peso y el contenido de fósforo respecto a las diferentes concentraciones de quitosano, nanocelulosa fosforilada y ambas en el tejido de yute. Es evidente que la absorción de peso y el contenido de fósforo aumentan en ambas concentraciones, aunque el grado de la absorción de peso no es la misma cuando se varían las concentraciones de quitosano y nanocelulosa fosforilada. Una posible razón puede ser la fijación de la nanocelulosa fosforilada sobre el tejido de yute en presencia de quitosano a través de la reticulación, que a su vez aumenta la absorción de peso o el contenido de fósforo. Por otro lado, cuando el contenido de fósforo aumenta, la resistencia de tela de yute al calor aumenta, lo que mejora el objetivo del papel.

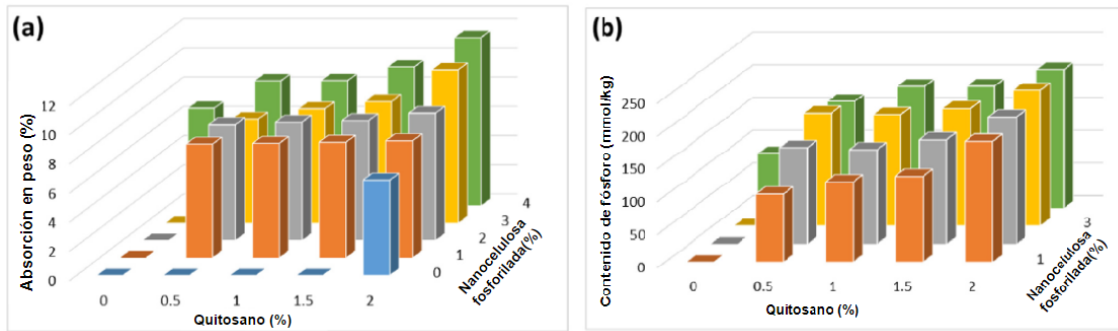


Imagen 44. Absorción de peso (a) y contenido de fósforo (b) de tela de yute tratada con variadas fracciones de quitosano y nanocelulosa fosforilada [79]

○ Propiedades mecánicas

La resistencia a la tracción, el alargamiento a la rotura y el módulo de Young de los diferentes tejidos se determinan de acuerdo con el método ASTM D – 638 en una velocidad de cruceta de 2 mm/min. Las muestras se cortan en bloques de 100 x 3 x 20 mm³, haciendo 5 mediciones por cada tratamiento y exponiendo el valor promedio.

Al igual que otros materiales lignocelulósicos, el tratamiento del tejido de yute bajo condiciones ácidas afecta a la resistencia de la fibra. Como se puede ver en la [Imagen 45](#), los valores de fuerza de tensión y el módulo de Young han disminuido después de los tratamientos de superficie. El tratamiento químico de fibras celulósicas y lignocelulósicas, a pH ácido, reduce notablemente la resistencia a la tracción debido a la hidrólisis parcial de hemicelulosas y rotura de enlaces glucosídicos del polímero de celulosa.

El tratamiento de la tela de yute con 4% de nanocelulosa fosforilada disminuye la fuerza de tensión en solo 22,5% mientras que el tratamiento con un 2% de quitosano disminuye la fuerza de tensión en un 38,36%. El curado de la tela de yute con el compuesto de quitosano / nanocelulosa fosforilada con diferentes fracciones también se ha estudiado a una concentración constante de nanocelulosa fosforilada, donde la fuerza de tensión del yute tratado de la tela se mejora al aumentar el contenido de quitosano. Sin embargo, a una concentración constante de quitosano, la fuerza de tensión de la tela de yute aumenta hasta un valor máximo de 8,18 MPa (2% quitosano – 3% de nanocelulosa fosforilada); después disminuye nuevamente. Además, si se compara con la tela de yute tratado con 2% de quitosano, el módulo de Young aumenta al aumentar la concentración de quitosano y la nanocelulosa fosforilada. Por el contrario, el alargamiento a la rotura no se ve significativamente afectado por el tratamiento.

La mejora de las propiedades mecánicas puede atribuirse al desarrollo de enlaces entre los grupos polares de quitosano, nanocelulosa fosforilada y el tejido de yute con reticulante de ácido cítrico.

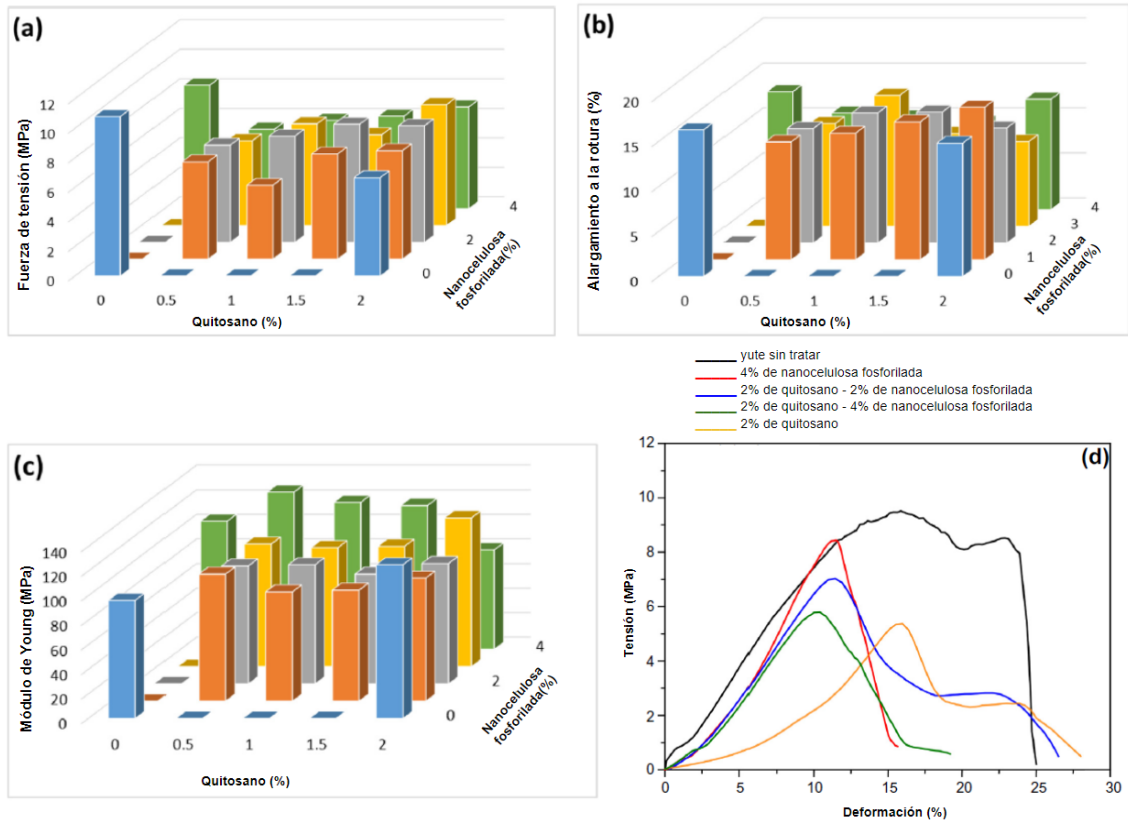


Imagen 45. Resistencia a la tracción (a), alargamiento en la rotura (b) y módulo de Young (c) del tejido de yute tratado con fracciones variadas de quitosano y nanocelulosa fosforilada; (d) Curvas típicas de tensión del tejido de yute tratado y sin tratar [79]

○ SEM – Morfología

La influencia de diferentes tratamientos compuestos en la morfología de la superficie de la tela de yute se ha investigado por el análisis SEM. De la [Imagen 46](#) se puede observar la superficie limpia del tejido de yute sin tratar (debido a la cera y la pectina cobertura) y se ven las fibrillas individuales. Después del tratamiento con 2% de quitosano, la superficie de la tela de yute se vuelve áspera y cubierta con una capa fina y delgada ([Imagen 46. \(a\)](#)). La rugosidad se debe a la reticulación de CS en la superficie de tela de yute con ácido cítrico. En cuanto las telas de yute por nanocelulosa fosforilada, una delgada película lisa que cubre los haces de fibras y enlaces entrelazados entre se forman los haces de fibra ([Imagen 46.\(b\)](#) y [\(d\)](#)). Los enlaces formados entre los haces de fibras refuerzan el tejido y mejoran sus propiedades de quitosano. Una posible razón para ese caso puede atribuirse a la capacidad de la nanocelulosa fosforilada a auto – reticulación. La aspereza y el grosor de los enlaces entrelazados aumentan con la adición adicional de la nanocelulosa fosforilada. Igual que la superficie, el curado puede aumentar la aspereza superficial de las fibras y cambiar la tensión con las propiedades de las fibras y la estructura cristalina de la celulosa.

Por lo tanto, el tratamiento de la tela de yute por los compuestos de quitosano y la nanocelulosa fosforilada mejora sus propiedades superficiales, que a su vez, aumentan la resistencia de estos compuestos.

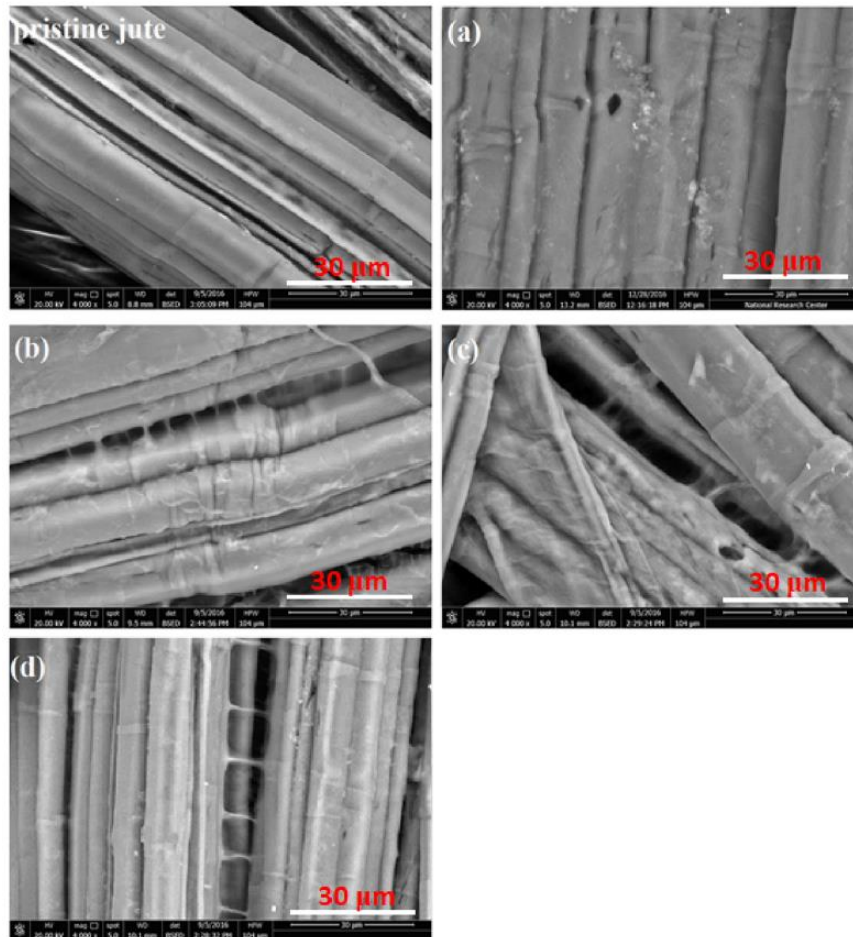


Imagen 46. Morfologías SEM de la tela de yute sin tratar, tela de yute tratada con un 2% de quitosano (a), 2% de quitosano – 2% de nanocelulosa fosforilada (b), 2% de quitosano – 4% de nanocelulosa fosforilada (c) y 4% de nanocelulosa fosforilada (d) [79]

○ Propiedades antibacteriales

La evaluación cualitativa de la actividad antibacteriana se lleva a cabo en los tejidos de yute sin tratar y tratados contra dos grams de Bacterias positivas (G⁺) (*Bacillus subtilis* y *Staphylococcus aureus*) y dos grams de Bacterias negativas (G⁻) (*Escherichia coli* y *Pseudomonas aeruginosa*). Se cortan discos de 1 cm de diámetro de los diferentes tejidos y se colocan en un medio nutriente inoculado. El volumen del agar y la tasa de inoculación microbiana se ajustan para la estandarización del método. Los platos se incuban a 37°C durante 24h.

Las propiedades antibacterianas mejoradas de la tela de yute, con la capacidad para prevenir o retrasar el crecimiento de microorganismos en la superficie del producto, son muy deseables en las industrias de envasado de los alimentos. Los datos cualitativos de la actividad antimicrobiana y la fotografía del efecto de reducción bacteriana se presentan en la [Imagen 47](#).

Como se puede observar, todos los tejidos de yute curados tienen el potencial de reducir el crecimiento de colonias contra las Bacterias G⁺ y G⁻. La reducción en el crecimiento bacteriano no cambia significativamente al variar la concentración de la mezcla compuestas de quitosano y nanocelulosa fosforilada para todo el tejido de yute tratado. Por lo tanto, el tejido puede considerarse un material antibacteriano adecuado. También se observa que tanto el 2% de quitosano como el 4% de nanocelulosa fosforilada se evalúan contra las Bacterias G⁺ y G⁻. Finalmente, la tela de yute tratada con 2% de quitosano es la más afectiva contra las Bacterias G⁻ (*Pseudomonas aeruginosa*) y que las telas de yute no tratadas no muestran propiedades antimicrobianas contra el *Staphylococcus aureus* o la *Escherichia coli*.

La actividad antibacteriana obtenida de las telas de yute tratadas se puede atribuir a las interacciones electrostáticas de la superficie de yute tratada con grupos polares del quitosano y de la nanocelulosa fosforilada con las bacterias G⁺ y G⁻ que conducen a la ruptura de la integridad de la membrana de bacteria.

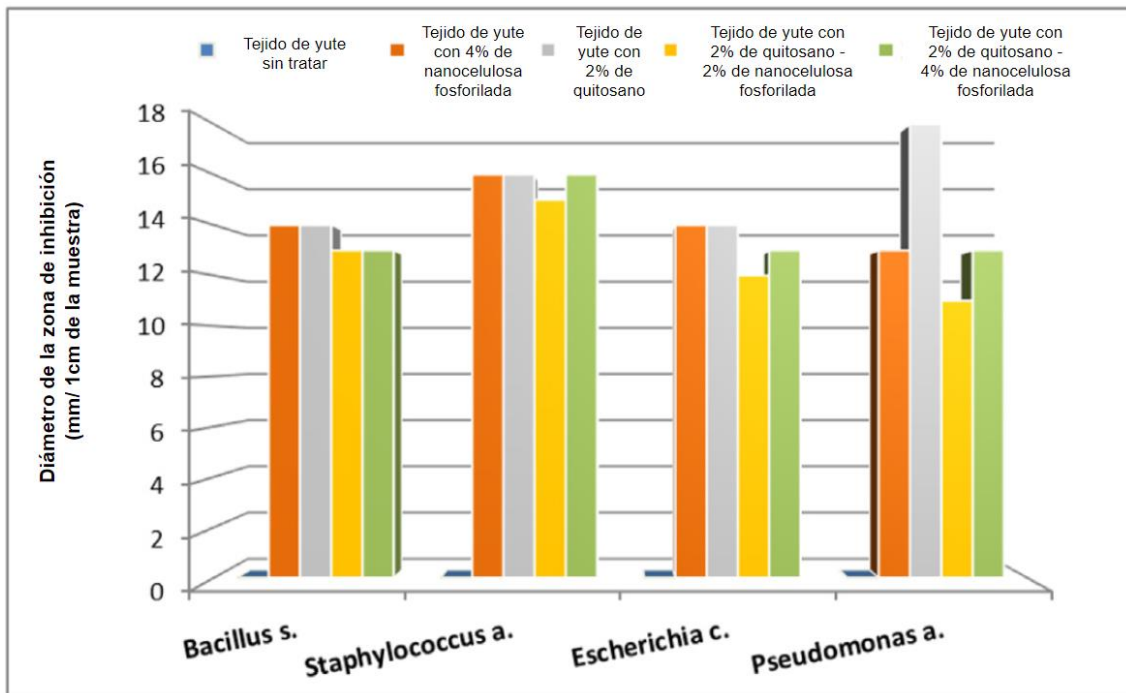


Imagen 47. Datos cualitativos microbianos del tejido de yute sin tratar y el tejido de yute tratado con diferentes porcentajes de quitosano, nanocelulosa fosforilada y ambos [79]

- POLIÉSTER [21]

o Analizador de imágenes (100X) – Nanocelulosa en el tejido

Se han preparado vistas transversales y longitudinales que se tiñeron con colorante directo (Congo Red BDC) para resaltar las partículas de celulosa en el tejido de poliéster y examinarlas con el analizador de imágenes (100X) seguidamente.

La deposición de las partículas de celulosa se ve en la superficie de la fibra de poliéster desde la vista longitudinal (*Imagen 48. (a)*) y la dispersión de las partículas de la celulosa en la matriz polimérica se observa en la sección transversal (*Imagen 48. (b)*).

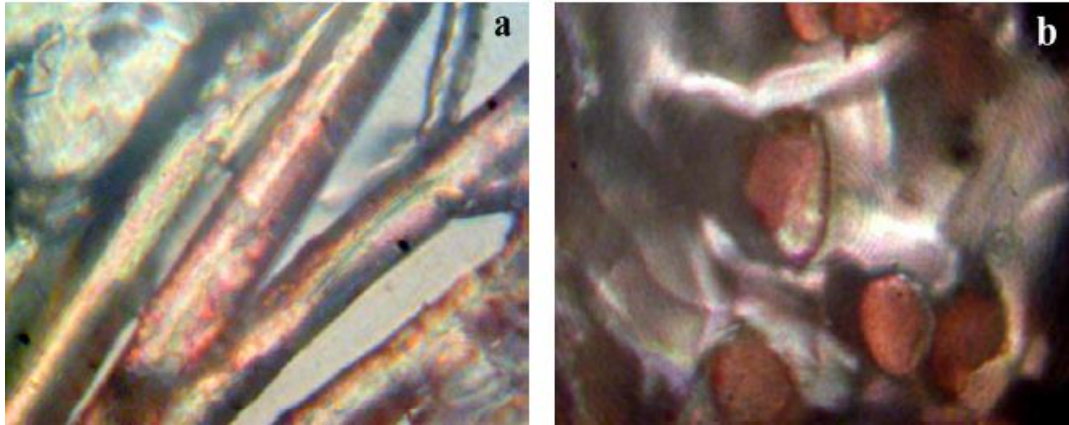


Imagen 48. Imágenes 100X del sustrato de poliéster tratadas con nanocelulosa y teñidas con colorante directo de (a) vista longitudinal y de (b) sección transversal [21]

○ SEM – Superficie de fibra de poliéster

La *Imagen 49* muestra las imágenes SEM de la superficie del tejido de poliéster después del tratamiento con nanocelulosa. Las micrograffías capturadas con diferentes aumentos (500X, 1000X, 1500X y 2000X) muestran que el tratamiento del recubrimiento de las nanopartículas al tejido ha sido satisfactorio.

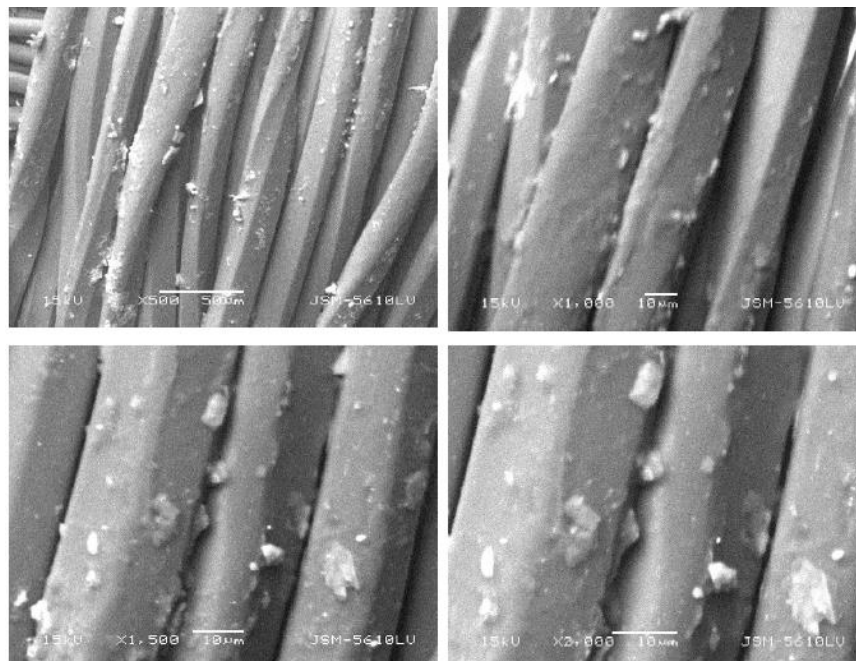


Imagen 49. Morfología de la superficie del tejido de poliéster después del tratamiento de nanocelulosa [21]

○ Propiedades físicas

Una vez acondicionadas correctamente los tejidos tratados y sin tratar, se evalúan para determinar el cambio de las propiedades físicas en cuanto a la carga de rotura y el ángulo de recuperación de pliegues.

- *Efecto en la resistencia a la tracción:* Las muestras de poliéster tratadas y no tratadas son sometidas a prueba para la evaluación del cambio de resistencia a la tracción. Las muestras son de 2cm x 8 cm y la velocidad de desplazamiento es de 10 mm/min tanto para la carga de rotura, el alargamiento de rotura y la deformación según norma. Los resultados ([Tabla 12](#)) muestran que la aplicación de las partículas de nanocelulosa a la fibra de poliéster causa una mejora en la capacidad de la fibra. Esto puede ser debido a la mayor cantidad de nanocelulosa difundida en la matriz del polímero.

Tabla 12. Efecto del tejido de poliéster sin tratar y tratado con nanocelulosa aplicando tensión a diferentes tejidos tratados [21]

MUESTRA	TENSIÓN (kgf)	
	Carga de rotura (kgf)	Extensión (mm)
Tejido de poliéster sin tratar	105,6	63,07
Tejido de poliéster tratado con 1 g/L de nanocelulosa	106,7	63,03
Tejido de poliéster tratado con 5 g/L de nanocelulosa	108,3	64,77
Tejido de poliéster tratado con 10 g/L de nanocelulosa	110,5	66,05

- *Efecto en la recuperación de los pliegues:* Los tejidos se doblan y se comprimen bajo una condición controlada de fuerza definida para crear un ángulo de plegado, los cuales se suspenden en un instrumento para una recuperación controlada para medir el ángulo de recuperación. El resultado presentado en la [Tabla 13](#) muestra una pequeña mejora en el ángulo de recuperación de pliegues de las muestras tratadas. Las partículas de nanocelulosa, debido a su pequeño tamaño, pueden entrar entre las moléculas del polímero y actuar como relleno o agente de enlace cruzado. El ángulo de recuperación de pliegues del tejido se mejoró con el aumento de la concentración de nanopartículas. La mejora de las propiedades físicas se debe al entrelazamiento mecánico causado por el anclaje mecánico de la nanocelulosa en los poros intermoleculares.

Tabla 13. Ángulo de recuperación del pliegue del tejido de poliéster sin tratamiento y tratado con nanocelulosa [21]

MUESTRAS	Tiempo (s)
Tejido de poliéster sin tratar	20,1
Tejido de poliéster con 1 g/L de nanocelulosa	12,0
Tejido de poliéster con 5 g/L de nanocelulosa	76,0
Tejido de poliéster con 10 g/L de nanocelulosa	110

- Absorción de agua - Método estándar T - PACC

La absorbencia del tejido de poliéster tratado con nanocelulosa se mide mediante la prueba de caída y la prueba de comportamiento de absorción. La [Tabla 14](#) y la [Tabla 15](#) muestran los resultados de la absorción de la tela usando la prueba de caída y altura de absorción.

Los resultados de la [Tabla 14](#) indican que la absorbencia del agua en 1 g/L de nanocelulosa tarda menos tiempo que en el tejido sin tratar, lo cual es una mejora de esta propiedad. Pero a medida que la concentración de nanocelulosa se incrementa a 5 g/L y 10 g/L, la gota de agua tarda más en absorber que en el primer caso del tratamiento. La mejora de la hidrofiliidad del tratamiento con poliéster debido a la baja dosis del tratamiento con nanocelulosa se debe a la gran hidrofiliidad de la celulosa. Pero, a medida que se incrementa la concentración, comienza a obstaculizar la penetración de las moléculas de agua, ya que empiezan las nanopartículas a actuar como nanofilamentos y no permiten que la gota de agua se acomode en los espacios interpoliméricos.

Tabla 14. Efecto sobre la absorción de agua del tejido de poliéster sin tratar y tratado con nanocelulosa [21]

MUESTRAS	Tiempo (s)
Tejido de poliéster sin tratar	20,1
Tejido de poliéster con 1 g/L de nanocelulosa	12,0
Tejido de poliéster con 5 g/L de nanocelulosa	76,0
Tejido de poliéster con 10 g/L de nanocelulosa	110

Tabla 15. Efecto de la altura de absorción (mm) de agua del tejido de poliéster sin tratar y tratado con nanocelulosa [21]

MUESTRAS	Altura de absorción (mm)		
	1 min	5 min	10 min
Tejido de poliéster sin tratar	20	40	55
Tejido de poliéster con 1 g/L de nanocelulosa	22,0	44	57
Tejido de poliéster con 5 g/L de nanocelulosa	15,0	29	41
Tejido de poliéster con 10 g/L de nanocelulosa	11	22	31

○ Permeabilidad al agua

Este método de prueba proporciona un procedimiento para determinar la conductividad hidráulica (permeabilidad al agua) de los materiales textiles en términos de permitividad en condiciones de prueba estándar en estado no comprimido (ASTM D4491). La [Tabla 16](#) muestra la reducción de la permeabilidad al agua a través de la muestra de tejido de poliéster tratada con nanocelulosa en comparación con la muestra no tratada, lo cual puede deberse a la resistencia que ofrece la nanopartícula presente en la matriz del polímero al flujo de agua a través del tejido. También puede observarse que, al aumentar la concentración de la nanopartícula en el tejido, se reduce la permeabilidad del agua.

Tabla 16. Efecto de la permeabilidad al agua del tejido de poliéster sin tratar y tratado con nanocelulosa [21]

MUESTRAS	Permeabilidad al agua (S ⁻¹)
Tejido de poliéster sin tratar	0,3253
Tejido de poliéster con 1 g/L de nanocelulosa	0,3223
Tejido de poliéster con 5 g/L de nanocelulosa	0,3087
Tejido de poliéster con 10 g/L de nanocelulosa	0,2965

○ Permeabilidad al aire

La permeabilidad al aire de los tejidos se mide en el medidor de permeabilidad al aire de Metefem (ASTM D 737), donde el resultado de la prueba se da con tres unidades significativas. El tejido de poliéster tratado se somete a pruebas de permeabilidad al aire y se compara con la permeabilidad de una muestra de poliéster no tratada. Los resultados presentados en la [Tabla 17](#) muestran que la permeabilidad al aire del tejido de poliéster tratado con nanocelulosa se reduce en comparación con la muestra no tratada. Ello se debe al mismo caso que en la permeabilidad del agua, pero con el aire. Como se puede observar, sucede la misma disminución al incrementar la concentración.

Tabla 17. Efecto de la permeabilidad al aire del tejido de poliéster sin tratar y tratado con nanocelulosa [21]

MUESTRAS	Permeabilidad al aire (m ³ /m ² /h)
Tejido de poliéster sin tratar	223,14
Tejido de poliéster con 1 g/L de nanocelulosa	215,33
Tejido de poliéster con 5 g/L de nanocelulosa	211,47
Tejido de poliéster con 10 g/L de nanocelulosa	195,21

10. Planteamiento de trabajo de laboratorio

TÍTULO: MEJORA DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS EN DIFERENTES SUSTRATOS TEXTILES A PARTIR DEL RECUBRIMIENTO DE NANOCELULOSA EXTRAÍDA DE LA POSIDONIA OCEÁNICA.

FUNDAMENTO Y OBJETIVO: Actualmente, los supermateriales más utilizados dentro de la nanotecnología contienen nanocelulosa. A partir de los residuos de la Posidonia Oceánica que se encuentran en las costas marinas, se ha estudiado el contenido de celulosa que se puede extraer del material lignocelulósico, el cual puede conferir unas propiedades mejores al textil a estudiar o proporcionarle una doble funcionalidad. Para ello, se debe tratar la celulosa extraída de la Posidonia Oceánica para obtener la calidad deseada de nanocelulosa; con ella, se aplicará en diferentes sustratos textiles (algodón, poliéster y yute) y se procederá a describir los pasos a seguir para el análisis y caracterización de la nanocelulosa y, a su vez, la caracterización del tejido.

MATERIALES Y REACTIVOS PARA LA OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA:

Tabla 18. Materiales y reactivos para la obtención de nanocelulosa - Informe de laboratorio

**Elaboración propia*

Residuos de hojas y bolas de Posidonia Oceánica recolectadas de la costa mediterránea.	Ácido acético. (CH ₃ COOH)
Tolueno. (C ₆ H ₅ CH ₃)	Bisulfato de sodio. (NaHSO ₄)
Etanol. (C ₂ H ₅ OH)	Ácido sulfúrico. (H ₂ SO ₄)
Clorito de sodio. (NaClO ₂)	Resina de intercambio iónico.

EXPERIMENTAL

1. Tratamiento de blanqueo de las bolas y hojas de la Posidonia Oceánica

**Elaboración propia*

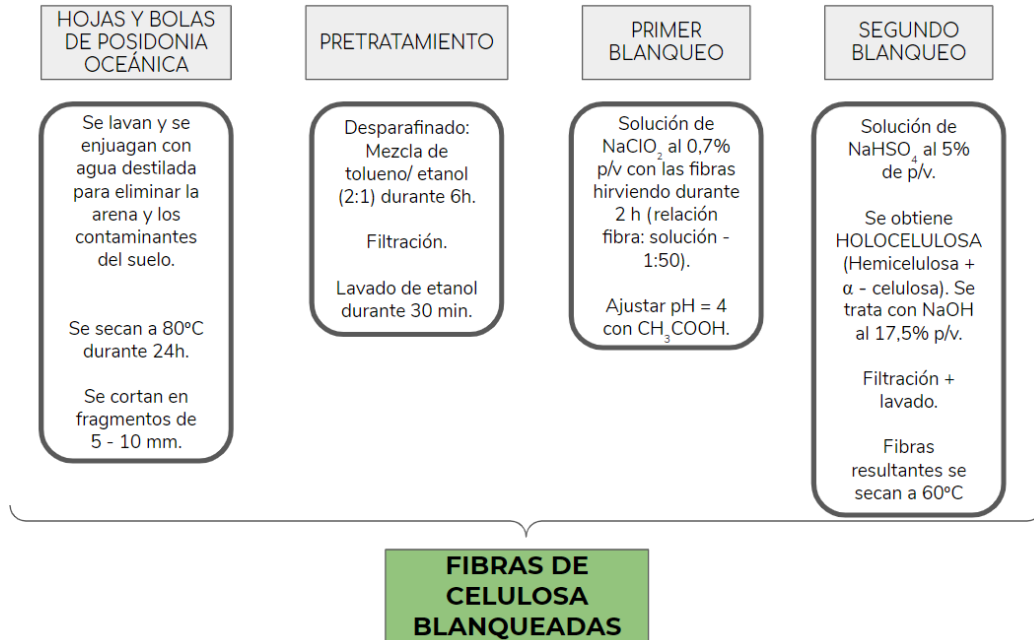


Imagen 50. Proceso a seguir para el tratamiento de blanqueo de las hojas y bolas de la Posidonia Oceánica - Informe de laboratorio

2. Obtención de la nanocelulosa

**Elaboración propia*

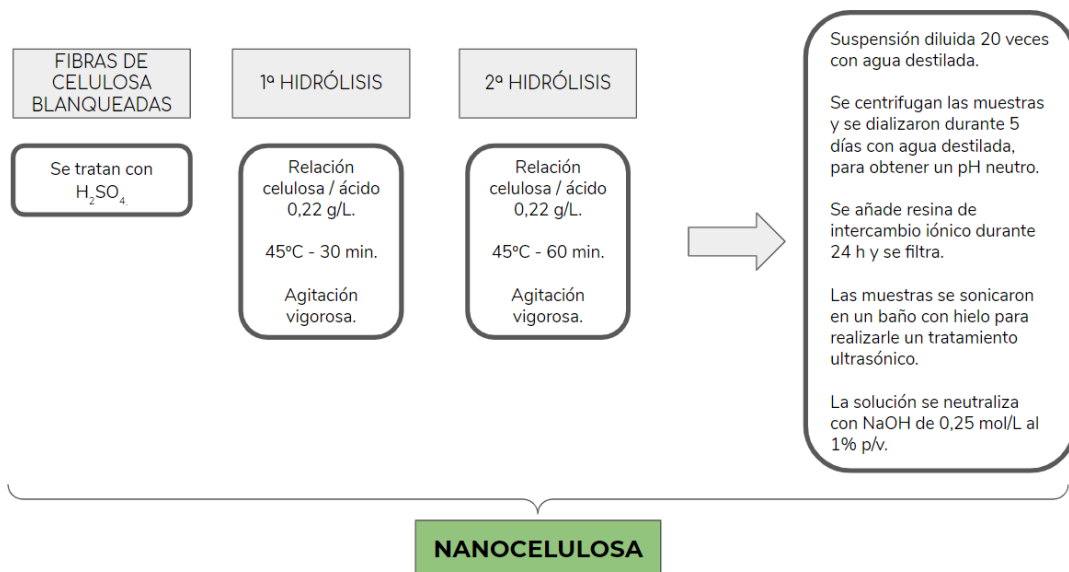


Imagen 51. Proceso a seguir para la obtención de la nanocelulosa - Informe de laboratorio

3. Caracterización de la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica

*Elaboración propia

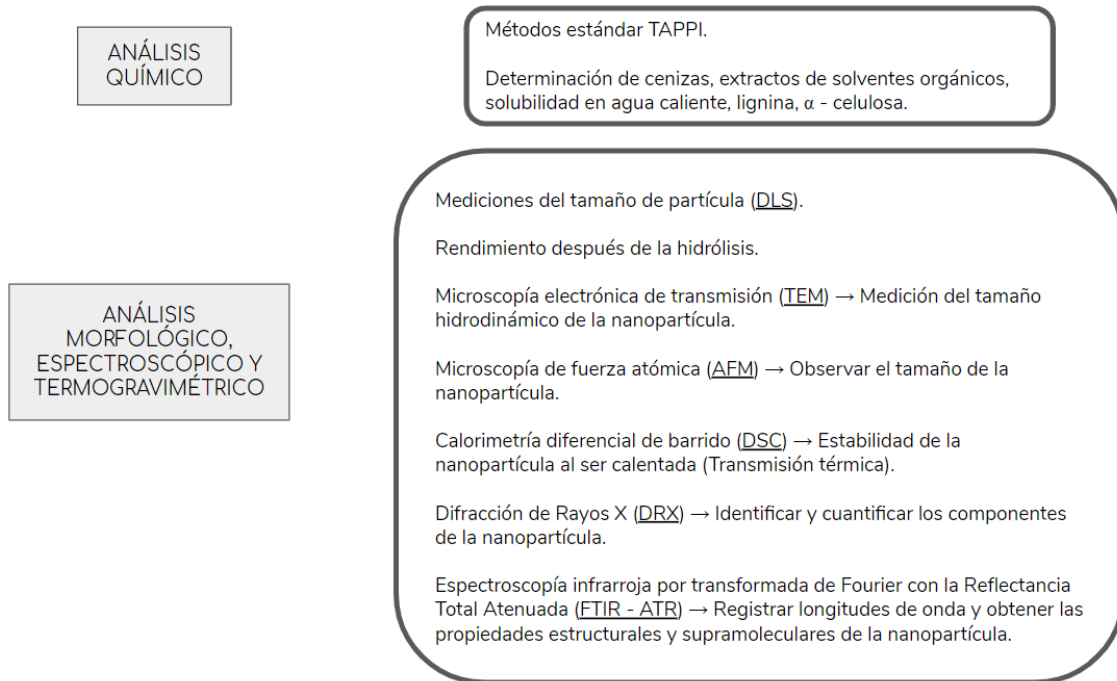


Imagen 52. Caracterización de la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica - Informe de laboratorio

4. Materia textil a tratar con la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica

*Elaboración propia

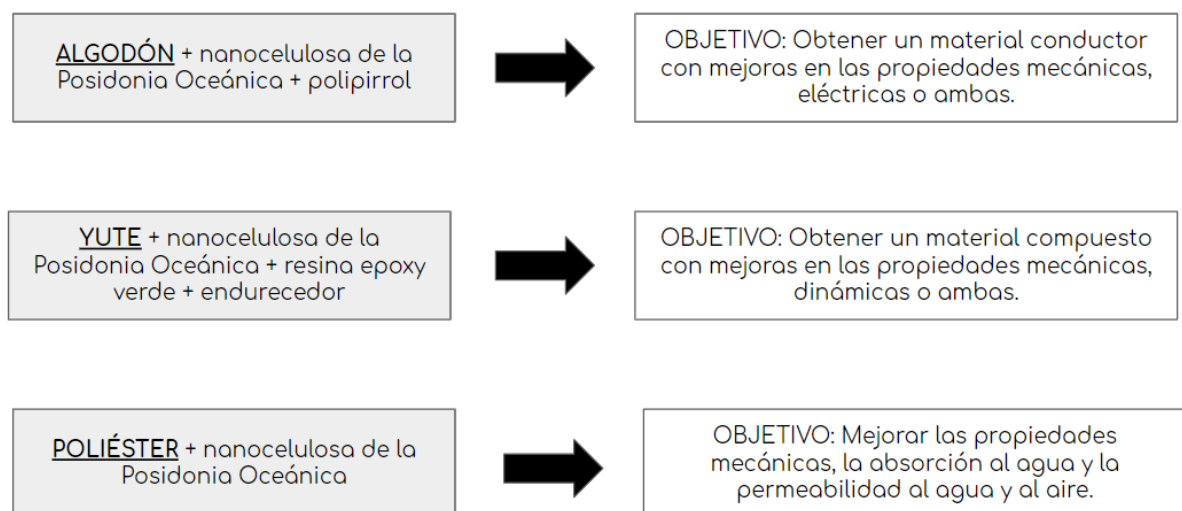


Imagen 53. Materia textil a tratar con la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica

5. Sistema de aplicación de la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica

**Elaboración propia*

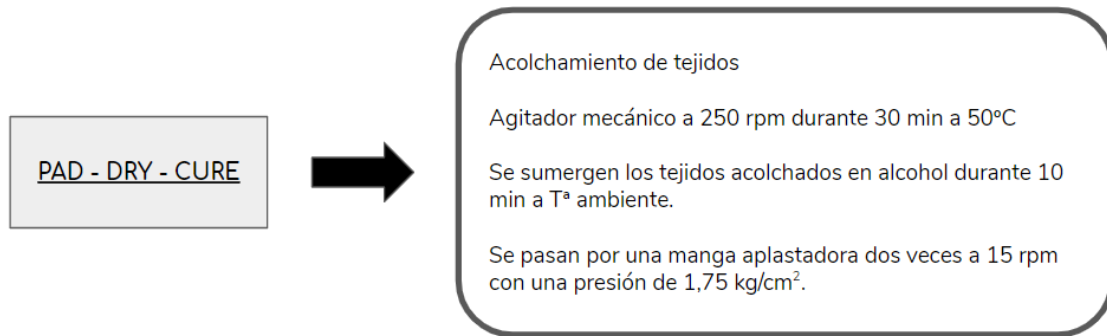


Imagen 54. Sistema de aplicación de la nanocelulosa de la Posidonia Oceánica

6. Técnicas de caracterización del tejido

**Elaboración propia*

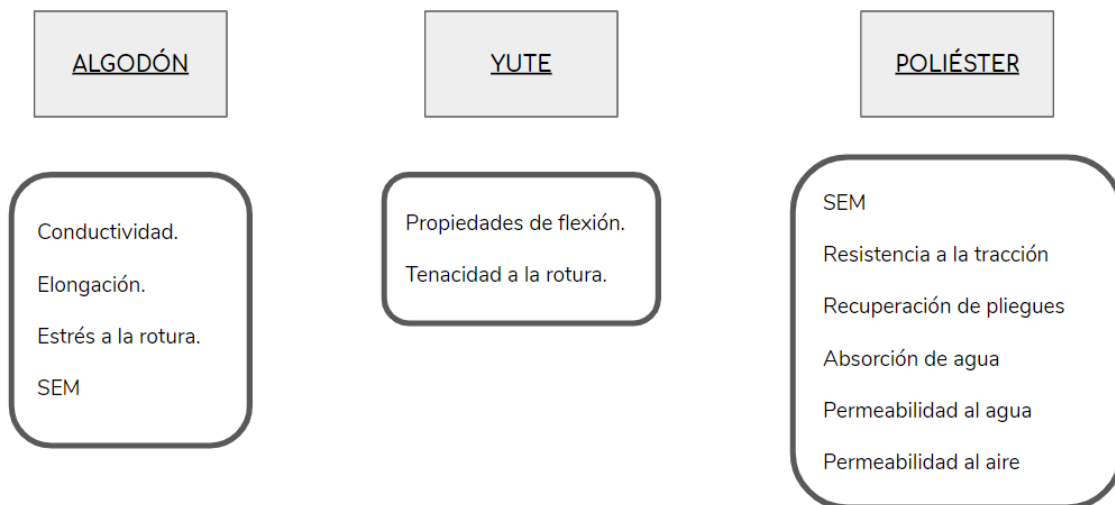


Imagen 55. Técnicas de caracterización del tejido

CONCLUSIONES

Se quiere conocer si los objetivos planteados en cada tejido, al realizar la obtención de nanocelulosa y su aplicación, se cumplen cuando se realiza el análisis y caracterización de la nanocelulosa y la caracterización del tejido.

11. Conclusiones

Con el conocimiento que se tiene sobre la nanotecnología y, siendo la nanocelulosa la más importante en este campo, se están potenciando las investigaciones sobre ello. La nanocelulosa se encuentra presente en muchos campos, pero en este caso, se le ha dado importancia a la industria textil y a lo que existe ahora en el mercado o está en desarrollo.

La Posidonia Oceánica es un material lignocelulósico que se encuentra presente en el mar Mediterráneo y que, a causa de las mareas, se depositan residuos en la costa y se tienen que remover. En este trabajo se les ha dado valorización a estos restos, tanto hojas y bolas, para obtener la celulosa que se encuentra en éstos y así dejar de utilizar las fuentes comunes de celulosa. Para su extracción, se debe realizar primero un pretratamiento para eliminar la suciedad presente, un tratamiento de blanqueamiento y, finalmente, un tratamiento para la obtención de la nanocelulosa.

Una vez estudiada la obtención de la nanocelulosa presente en la Posidonia Oceánica, se han estudiado las diferentes caracterizaciones que se le realiza a la nanocelulosa extraída de otras fuentes, diferentes sistemas de aplicación de ésta en diferentes sustratos y las técnicas de caracterización que se les realiza a los tejidos que contienen nanocelulosa, para observar la correcta deposición de la nanocelulosa y si cumple los objetivos de mejora en los tejidos.

Finalmente, se ha planteado un trabajo de laboratorio para que, en líneas de futuro, sirva como guía para comprobar si la nanocelulosa de los residuos de la Posidonia Oceánica puede utilizarse como sustitutivo de otras fuentes comunes, ya que se cumplen los objetivos esperados.

Bibliografía

- [1] F. C. Adams and C. Barbante, "Nanoscience, nanotechnology and spectrometry," *Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy*, vol. 86. pp. 3–13, Aug. 01, 2013, doi: 10.1016/j.sab.2013.04.008.
- [2] "What It Is and How It Works | Nano." <https://www.nano.gov/nanotech-101/what>.
- [3] M. Á. B. Aracil, "Nanomateriales: clasificación | | UPV - YouTube." <https://www.youtube.com/watch?v=07Kwt36cDic>.
- [4] K. P. Y. Shak, Y. L. Pang, and S. K. Mah, "Nanocellulose: Recent advances and its prospects in environmental remediation," *Beilstein J. Nanotechnol.*, vol. 9, no. 1, pp. 2479–2498, 2018, doi: 10.3762/bjnano.9.232.
- [5] M. B. Bartolomé, "Grado en Ingeniería Química Síntesis y caracterización de nanocelulosas de orígenes diversos Autor: Borja Muñoz Bartolomé Director: Jordi Bou Serra Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona d'Enginyeria Industrial de Barcelona Res."
- [6] "Capítulo 12 Determinación de la Cristalinidad y de la Accesibilidad de las Fibras de Celulosa Mediante Diferentes Técnicas."
- [7] C. Rainer and R. Muzos, "Nanocelulosa – Primeros Pininos En El Salvador," *Nanotecnia Boletín Mens. Divulg.*, no. June, pp. 3–6, 2015, doi: 10.13140/RG.2.1.2389.2328.
- [8] W. Wang, M. D. Mozuch, R. C. Sabo, P. Kersten, J. Y. Zhu, and Y. Jin, "Production of cellulose nanofibrils from bleached eucalyptus fibers by hyperthermostable endoglucanase treatment and subsequent microfluidization," *Cellulose*, vol. 22, no. 1, pp. 351–361, Oct. 2015, doi: 10.1007/s10570-014-0465-2.
- [9] M. Iguchi, S. Yamanaka, and A. Budhiono, "Bacterial cellulose - a masterpiece of nature's arts," *J. Mater. Sci.*, vol. 35, no. 2, pp. 261–270, 2000, doi: 10.1023/A:1004775229149.
- [10] A. T. Kalashnik, S. P. Papkov, G. V. Rudinskaya, and L. P. Milkova, "Liquid crystal state of cellulose," *Polym. Sci. U.S.S.R.*, vol. 33, no. 1, pp. 107–112, Jan. 1991, doi: 10.1016/0032-3950(91)90277-W.
- [11] L. D. Carreño Pineda, L. A. C. M. Caicedo Mesa, and C. A. Martínez Riascos, "Técnicas de fermentación y aplicaciones de la celulosa bacteriana: una revisión," *Ing. y Cienc.*, vol. 8, no. 16, pp. 307–335, 2012, doi: 10.17230/ingciencia.8.16.12.

- [12] M. Nogi, S. Iwamoto, A. N. Nakagaito, and H. Yano, "Optically Transparent Nanofiber Paper," *Adv. Mater.*, vol. 21, no. 16, pp. 1595–1598, 2009, doi: 10.1002/adma.200803174.
- [13] M. Pääkko *et al.*, "Enzymatic hydrolysis combined with mechanical shearing and high-pressure homogenization for nanoscale cellulose fibrils and strong gels," *Biomacromolecules*, vol. 8, no. 6, pp. 1934–1941, 2007, doi: 10.1021/bm061215p.
- [14] A. C. Corrêa, E. M. de Teixeira, L. A. Pessan, and L. H. C. Mattoso, "Cellulose nanofibers from curaua fibers," *Cellulose*, vol. 17, no. 6, pp. 1183–1192, 2010, doi: 10.1007/s10570-010-9453-3.
- [15] S. Mohainin Mohammad, N. Abd Rahman, M. Sahaid Khalil, and S. Rozaimah Sheikh Abdullah, "An Overview of Biocellulose Production Using *Acetobacter xylinum* Culture," *Adv. Biol. Res. (Rennes)*, vol. 8, no. 6, pp. 307–313, 2014, doi: 10.5829/idosi.abr.2014.8.6.1215.
- [16] H. P. S. Abdul Khalil *et al.*, "Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: A review," *Carbohydr. Polym.*, vol. 99, pp. 649–665, 2014, doi: 10.1016/j.carbpol.2013.08.069.
- [17] W. Chen, H. Yu, Y. Liu, Y. Hai, M. Zhang, and P. Chen, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from four plant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process," *Cellulose*, vol. 18, no. 2, pp. 433–442, 2011, doi: 10.1007/s10570-011-9497-z.
- [18] E. de M. Teixeira, D. Pasquini, A. A. S. Curvelo, E. Corradini, M. N. Belgacem, and A. Dufresne, "Cassava bagasse cellulose nanofibrils reinforced thermoplastic cassava starch," *Carbohydr. Polym.*, vol. 78, no. 3, pp. 422–431, 2009, doi: 10.1016/j.carbpol.2009.04.034.
- [19] A. Awal, M. Sain, and M. Chowdhury, "Preparation of cellulose-based nanocomposite fibers by electrospinning and understanding the effect of processing parameters," *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 5, pp. 1220–1225, 2011, doi: 10.1016/j.compositesb.2011.02.011.
- [20] A. Lucía Quicchi Docente, A. Alborch Escuela Normal Superior, D. Nicolás Avellaneda, and S. Francisco, "Innovaciones nanotecnológicas en la industria textil."
- [21] D. Chattopadhyay and B. H. Patel, "Synthesis, Characterization and Application of Nano Cellulose for Enhanced Performance of Textiles Functional finishing of textiles with natural resources. View project," 2016, doi: 10.4172/2165-8064.1000248.

- [22] P. Panchal, E. Ogunsona, and T. Mekonnen, "Trends in advanced functional material applications of nanocellulose," *Processes*, vol. 7, no. 1. MDPI AG, p. 10, Jan. 01, 2019, doi: 10.3390/pr7010010.
- [23] Y. Jiang *et al.*, "Transparent nanocellulose hybrid films functionalized with ZnO nanostructures for UV-blocking," *J. Mater. Chem. C*, vol. 3, no. 26, pp. 6717–6724, Jul. 2015, doi: 10.1039/c5tc00812c.
- [24] D. Wang *et al.*, "Bioinspired Lamellar Barriers for Significantly Improving the Flame-Retardant Properties of Nanocellulose Composites," *ACS Sustain. Chem. Eng.*, vol. 8, no. 11, pp. 4331–4336, Mar. 2020, doi: 10.1021/acssuschemeng.9b07745.
- [25] R. Jafary, M. Khajeh Mehrizi, S. hossein Hekmatimoghaddam, and A. Jebali, "Antibacterial property of cellulose fabric finished by allicin-conjugated nanocellulose," *J. Text. Inst.*, vol. 106, no. 7, pp. 683–689, Jul. 2015, doi: 10.1080/00405000.2014.954780.
- [26] F. Bettaieb, R. Khiari, A. Dufresne, M. F. Mhenni, and M. N. Belgacem, "Mechanical and thermal properties of Posidonia oceanica cellulose nanocrystal reinforced polymer," *Carbohydr. Polym.*, vol. 123, pp. 99–104, Jun. 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.01.026.
- [27] C. Aguir and M. F. M'Henni, "Experimental study on carboxymethylation of cellulose extracted from Posidonia oceanica," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 99, no. 4, pp. 1808–1816, Feb. 2006, doi: 10.1002/app.22713.
- [28] A. Moral, R. Aguado, M. Ballesteros, R. Roldán, A. Tijero, and A. Moral, "POSIDONIA OCEANICA COMO MATERIA PRIMA ALTERNATIVA PARA LA EXTRACCIÓN DE CELULOSA Y APLICACIONES INDUSTRIALES."
- [29] F. Bettaieb *et al.*, "Preparation and characterization of new cellulose nanocrystals from marine biomass Posidonia oceanica," *Ind. Crops Prod.*, vol. 72, pp. 175–182, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.12.038.
- [30] S. O. Rodrigues and A. C. de Carvalho, "'Bone Wax' implantation into dental sockets. Clinical and histological evaluation in patients.," *J. Nihon Univ. Sch. Dent.*, vol. 25, no. 4, pp. 284–292, 1983, doi: 10.2334/josnusd1959.25.284.
- [31] "Contenido en lignina klason, holocelulosa, celulosa y hemicelulosa en un compost – Compostando Ciencia Lab." <http://www.compostandociencia.com/2014/02/lignina-celulosa-y-hemicelulosa-de-un-compost-html/>.
- [32] "Celulosa." <https://www.quimica.es/enciclopedia/Celulosa.html> (accessed Jul. 21, 2020).

- [33] "II. FUNDAMENTOS 1. MATERIALES LIGNOCELULOSICOS 1.1 Situación actual."
- [34] D. Elizabeth Pabón Gelves, "OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE NANOFIBRAS DE CELULOSA A PARTIR DE DESECHOS AGROINDUSTRIALES ELKIN HERNÁN CATAÑO RUEDA Trabajo de grado presentado para optar al título de Ingeniero de Químico," 2009.
- [35] "(No Title)." [http://www.itto.int/files/itto_project_db_input/2929/Technical/Technical report - Estudio de composición química.pdf](http://www.itto.int/files/itto_project_db_input/2929/Technical/Technical_report_-_Estudio_de_composici3n_qu3mica.pdf).
- [36] MIGUEL_BARROSO_CASILLAS, "Pretratamiento De Biomasa Celulosica Para La Obtención De Etanol En El Marco De Una Biorrefineria," p. 117, 2010, [Online]. Available: http://oa.upm.es/10559/1/MIGUEL_BARROSO_CASILLAS.pdf.
- [37] R. Khiari and M. N. Belgacem, "Potential for using multiscale Posidonia oceanica waste: Current status and prospects in material science.," in *Lignocellulosic Fibre and Biomass-Based Composite Materials: Processing, Properties and Applications*, Elsevier Inc., 2017, pp. 447–471.
- [38] A. F. Tarchoun, D. Trache, and T. M. Klapötke, "Microcrystalline cellulose from Posidonia oceanica brown algae: Extraction and characterization," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 138, pp. 837–845, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.07.176.
- [39] B. Ferrero Penadés and R. Antonio Balart Gimeno Vicent Fombuena Borrás, "UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA," 2017.
- [40] "(Revalorización de residuos de alga en la industria textil para biocomposites de aislamiento acústico)." http://www.sea-acustica.es/fileadmin/publicaciones/01_04.pdf (accessed Jul. 21, 2020).
- [41] N. Ben Douissa, S. Dridi-Dhaouadi, and M. F. Mhenni, "Study of antagonistic effect in the simultaneous removal of two textile dyes onto cellulose extracted from Posidonia oceanica using derivative spectrophotometric method," *J. Water Process Eng.*, vol. 2, pp. 1–9, Jun. 2014, doi: 10.1016/j.jwpe.2014.03.004.
- [42] M. C. Ncibi, B. Mahjoub, and M. Seffen, "Investigation of the sorption mechanisms of metal-complexed dye onto Posidonia oceanica (L.) fibres through kinetic modelling analysis," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, no. 13, pp. 5582–5589, Sep. 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2007.10.040.

- [43] L. Cavas, Z. Karabay, H. Alyuruk, H. Doğan, and G. K. Demir, "Thomas and artificial neural network models for the fixed-bed adsorption of methylene blue by a beach waste *Posidonia oceanica* (L.) dead leaves," *Chem. Eng. J.*, vol. 171, no. 2, pp. 557–562, Jul. 2011, doi: 10.1016/j.cej.2011.04.030.
- [44] M. C. Ncibi, B. Mahjoub, and M. Seffen, "Adsorptive removal of textile reactive dye using *Posidonia oceanica* (L.) fibrous biomass," *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, vol. 4, no. 4, pp. 433–440, 2007, doi: 10.1007/BF03325978.
- [45] S. Cengiz and L. Cavas, "A Promising Evaluation Method for Dead Leaves of *Posidonia oceanica* (L.) in the Adsorption of Methyl Violet," doi: 10.1007/s10126-010-9260-8.
- [46] F. N. Allouche, N. Mameri, and E. Guibal, "Pb(II) biosorption on *Posidonia oceanica* biomass," *Chem. Eng. J.*, vol. 168, no. 3, pp. 1174–1184, Apr. 2011, doi: 10.1016/j.cej.2011.02.005.
- [47] C. Pennesi, C. Totti, and F. Beolchini, "Removal of Vanadium(III) and Molybdenum(V) from Wastewater Using *Posidonia oceanica* (Tracheophyta) Biomass," *PLoS One*, vol. 8, no. 10, p. e76870, Oct. 2013, doi: 10.1371/journal.pone.0076870.
- [48] M. L. Pinzón Bedoya, "Eliminación de cadmio, cinc y cromo de efluentes líquidos por biosorción mediante *posidonia oceanica*," 2005, Accessed: Jul. 21, 2020. [Online]. Available: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=258561&info=resumen&idoma=SPA>.
- [49] M. El Khames Saad, R. Khiari, E. Elaloui, and Y. Moussaoui, "Adsorption of anthracene using activated carbon and *Posidonia oceanica*," *Arab. J. Chem.*, vol. 7, no. 1, pp. 109–113, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.arabjc.2013.11.002.
- [50] T. R. Herráiz, J. I. R. Herráiz, L. M. Domingo, and F. C. Domingo, "*Posidonia oceanica* used as a new natural fibre to enhance the performance of asphalt mixtures," *Constr. Build. Mater.*, vol. 102, pp. 601–612, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.10.193.
- [51] H. S. Salapare, M. G. J. P. Tiquio, and H. J. Ramos, "Superhydrophilic properties of plasma-treated *Posidonia oceanica*," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 273, pp. 444–447, May 2013, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.02.060.
- [52] F. Luzi, E. Fortunati, D. Puglia, R. Petrucci, J. M. Kenny, and L. Torre, "Modulation of Acid Hydrolysis Reaction Time for the Extraction of Cellulose Nanocrystals from *Posidonia oceanica* Leaves," *J. Renew. Mater.*, vol. 4, no. 3, 2016, doi: 10.7569/JRM.2015.634134.

- [53] A. Cuadros-Moreno, R. Casañas Pimentel, E. San Martín-Martínez, and J. Yañes Fernandez, “Dispersión de luz dinámica en la determinación de tamaño de nanopartículas poliméricas I. INTRODUCCIÓN,” *Am. J. Phys. Educ.*, vol. 8, no. 4, 2014, Accessed: Jul. 21, 2020. [Online]. Available: <http://www.lajpe.org>.
- [54] “Muestreador NanoSampler de Malvern Instruments Ltd.” <http://www.reporteroindustrial.com/temas/Muestreador-NanoSampler-para-medicion-automatizada-de-tamano-de-particula+50002370>.
- [55] “Microscopia electrónica de transmisión: Servicio de Microscopía Electrónica : UPV.” <http://www.upv.es/entidades/SME/info/753329normalc.html>.
- [56] “Transmission Electron Microscopy (TEM).” <https://warwick.ac.uk/fac/sci/physics/current/postgraduate/regs/mpags-warwick/ex5/techniques/structural/tem/>.
- [57] “Microscopía de Fuerza Atómica y micro-Ramam.” <http://www.scai.uma.es/areas/micr/afm/afm.html>.
- [58] “Imágenes topográficas obtenidas por microscopia de fuerza atómica: a)... | Download Scientific Diagram.” https://www.researchgate.net/figure/Imagenes-topograficas-obtenidas-por-microscopia-de-fuerza-atmica-a-comercial-en-verde_fig2_302553814.
- [59] “Microscopio de Fuerza Atómica, Modelo XE-7 - Biometra.” <https://www.biometra.es/products/8-microscopio-de-fuerza-atmica-modelo-xe-7>.
- [60] “Calorimetría de barrido diferencial (DSC) para el estudio de la estabilidad de proteínas | Malvern Panalytical.” <https://www.malvernpanalytical.com/es/products/technology/microcalorimetry/differential-scanning-calorimetry>.
- [61] “Calorímetro diferencial de barrido de alta presión - Descripción general - METTLER TOLEDO.” https://www.mt.com/mx/es/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/TA_Family_Browse/HP_DSC.html (accessed Jul. 28, 2020).
- [62] “Linseis Chip-DSC 10: DSC miniatura con la nueva tecnología de sensores.” <https://www.linseis.com/es/productos/calorimetria-diferencial-de-barrido/chip-dsc-10/> (accessed Jul. 28, 2020).
- [63] “Difracción de rayos X - XDATA.” <https://www.xdataser.com/index.php/difraccion-de-rayos-x/> (accessed Jul. 21, 2020).

- [64] “DIFRACCIÓN DE RAYOS X. Servicios Técnicos de Investigación.”
<https://ssti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/difraccion-de-rayos-x.html>.
- [65] “FT-IR Principios | ALPHA II | Bruker.”
<https://www.bruker.com/es/products/infrared-near-infrared-and-raman-spectroscopy/ftir-basics.html>.
- [66] “ATR-FTIR Spectroscopy, THERMO NICLOT | scienup.”
<https://www.scienup.com/product-page/atr-ftir-spectroscopy-thermo-niclot>.
- [67] “ATR-FTIR spectrum of PCL/HA (5HAP, 10HAP and 20HAP) and source... | Download Scientific Diagram.” https://www.researchgate.net/figure/ATR-FTIR-spectrum-of-PCL-HA-5HAP-10HAP-and-20HAP-and-source-materials-PCL-and-HA_fig7_316733823.
- [68] “Análisis Termogravimétrico (TGA).”
<https://todoenpolimeros.com/2018/11/05/analisis-termogravimetrico-tga/>.
- [69] “TGA-DSC - STA 449 F3 Jupiter | CENIMAT.”
<https://www.cenimat.fct.unl.pt/lab-facilities/characterization-lab/tga-dsc-sta-449-f3-jupiter>.
- [70] “Figure 4 | Comparison of Two Novel Solution-Based Routes for the Synthesis of Equiaxed ZnO Nanoparticles.”
<https://www.hindawi.com/journals/jnm/2011/390621/fig4/>.
- [71] A. Hebeish, S. Farag, S. Sharaf, and T. I. Shaheen, “Advancement in conductive cotton fabrics through in situ polymerization of polypyrrole-nanocellulose composites,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 151, pp. 96–102, 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.05.054.
- [72] “MULETÓN ALGODÓN 100% | TEJIDOS MARINA.”
<https://tejidosmarina.com/muleton-algodon> (accessed Jul. 28, 2020).
- [73] “La Prolina, Pirrol, Amina imagen png - imagen transparente descarga gratuita.” <https://www.freepng.es/png-i2er4u/>.
- [74] “Impresión 3D de comida basada en nanocelulosa | Impresoras 3D - Impresion 3D | Imprimalia 3D.”
<http://imprimalia3d.com/noticias/2017/11/01/009422/impresi-n-3d-comida-basada-nanocelulosa>.
- [75] A. Jabbar, J. Militký, J. Wiener, B. M. Kale, U. Ali, and S. Rwawiire, “Nanocellulose coated woven jute/green epoxy composites: Characterization of mechanical and dynamic mechanical behavior,” *Compos. Struct.*, vol. 161, pp. 340–349, 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2016.11.062.

- [76] “Tela Tejido Yute Tejido Patrón De La Textura De Fondo Fotos, Retratos, Imágenes Y Fotografía De Archivo Libres De Derecho. Image 59460560.” https://es.123rf.com/photo_59460560_tela-tejido-yute-tejido-patrón-de-la-textura-de-fondo.html .
- [77] “6,0kg Epoxidharz + 80g Effekt-Pigment-Blau 01 Gießharz Epoxy Tisch Bo, 85,67 €.” <https://dipoxy.de/60kg-Epoxidharz-80g-Effekt-Pigment-Blau-01-Giessharz-Epoxy-Tisch-Boden-Blue> .
- [78] “Yute, la conocida fibra dorada | La Verdad Noticias.” <https://laverdadnoticias.com/ecologia/Yute-la-conocida-fibra-dorada-20190805-0192.html> .
- [79] H. P. S. Abdul Khalil *et al.*, “A review on chitosan-cellulose blends and nanocellulose reinforced chitosan biocomposites: Properties and their applications,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 150, pp. 216–226, 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.05.028.
- [80] “El cultivo de la Palmera datilera.” https://www.infoagro.com/documentos/el_cultivo_palmera_datilera.asp (accessed Jul. 28, 2020).
- [81] “Cómo Hacer Quitosano 【 Forma 100% Casera 】 .” <https://estoesagricultura.com/como-hacer-quitosano/> .
- [82] “China Poliéster 4 Manera Strech 200d Spandex Gabardina Y Textiles Alibaba Tela Para Ropa De Trabajo/uniforme Militar - Buy Tela De Gabardina,Tela De Gabardina De Licra,Tela De Licra Y Textil Product on Alibaba.com.” <https://spanish.alibaba.com/product-detail/china-polyester-4-way-strech-200d-spandex-gabardine-fabric-and-textile-alibaba-cloth-for-workwear-military-uniform-60307791793.html> .
- [83] “Fibra blanca del rayón viscoso de la Virgen, × viscoso 38m m de la fibra de grapa de la alta tenacidad 1.67d.” <http://spanish.psfpolyesterstaplefiber.com/sale-11133999-white-virgin-viscose-rayon-fiber-high-tenacity-viscose-staple-fiber-1-67d-38mm.html> .

- [84] “Brabender Plasti-corder PLE330+ - Máquina de ensayo de viscosidad. - usados en venta - Foeth.”
- [86] “Pressing Ceramic Sample Discs from Carver.” [http://kar-rang.blogspot.com/2013/05/nanofibras.html](https://www.carverpress.com/news/148-pressing-ceramic-sample-discs .</p>
<p>[87] CAROLINA YAZMIN RODRIGUEZ LIÑAN, “OBTENCIÓN DE NANOCELULOSA A PARTIR DEL AGAVE SALMIANA Y SU USO EN LA PREPARACIÓN DE PELÍCULAS CONDUCTORAS,” 2016.</p>
<p>[88] L. M. Duque Sánchez, L. Rodriguez, and M. López, “Electrospinning: The Nanofibers Age,” <i>Rev. Iberoam. Polímeros Vol. Iber. Polímeros</i>, vol. 14, no. 141, pp. 10–27, 2014.</p>
<p>[89] “FIBRAS ESPECIALES: NANOFIBRAS.” <a href=) (accessed Jul. 28, 2020).
- [90] B. Ferrero Penadés, V. (dir. tes. . Fombuena Borràs, and R. A. (dir. tes. . Balart Gimeno, “Desarrollo de nuevos materiales ecológicos basados en matrices poliméricas de origen renovable y refuerzos de alga de Posidonia Oceánica,” 2017, [Online]. Available: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=156483&orden=0&info=link%0Ahttps://dialnet.unirioja.es/servlet/exttes?codigo=156483 .>
- [91] “PROCEDIMIENTOS DE CONFORMACIÓN DE PLÁSTICOS.”
- [92] “Moldeo por inyección | MDK.” <https://gruponueve9.wordpress.com/2014/06/13/moldeo-por-inyeccion/ .>

- [93] “APLICACIONES DE LA NANOTECNOLOGÍA EN LA INDUSTRIA TEXTIL - PDF Free Download.” <http://docplayer.es/119973014-Aplicaciones-de-la-nanotecnologia-en-la-industria-textil.html>.