

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES



**“EVALUACIÓN DE NANOCELULOSA FIBRILAR (NCF) OBTENIDA
A PARTIR DE BOLAINA BLANCA (*Guazuma crinita*) PROVENIENTE
DE UNA PLANTACIÓN DE UCAYALI, PERÚ”**

**TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO DE
INGENIERO FORESTAL**

SERGIO ANDRE ARANGO PEREZ

LIMA-PERÚ

2022

La UNALM es titular de los derechos patrimoniales de la presente investigación

(Art. 24 – Reglamento de Propiedad Intelectual)

Document Information

Analyzed document	TESIS_Sergio Andre Arango Perez_20141082.pdf (D142024539)
Submitted	7/14/2022 1:46:00 AM
Submitted by	HECTOR ENRIQUE GONZALES MORA
Submitter email	egonzales@lamolina.edu.pe
Similarity	3%
Analysis address	egonzales.unalm@analysis.arkund.com

Sources included in the report

SA	TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA.docx Document TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA.docx (D110619438)	1
W	URL: https://rid.unam.edu.ar/bitstream/handle/20.500.12219/2382/EHMAN%20Nanci%20Vanesa_2019_%20Nanocelulosa%20a%20partir%20de%20residuos%20agro...pdf?sequence=1&isAllowed=y Fetched: 7/14/2022 1:47:00 AM	5
W	URL: http://www.revistatyc.org.mx/ojs/index.php/tyca/article/download/2079/1816/10324 Fetched: 7/14/2022 1:47:29 AM	1
W	URL: https://pdfcoffee.com/kajian-reaksi-fenton-untuk-degradasi-senyawa-remazol-red-b-pada-limbah-industri-tekstil-pdf-free.html Fetched: 7/14/2022 1:47:23 AM	1
SA	Universidad Nacional Agraria La Molina / TESIS_Winnifer Atuncar Vilela_20111094.pdf Document TESIS_Winnifer Atuncar Vilela_20111094.pdf (D141886419) Submitted by: egonzales@lamolina.edu.pe Receiver: egonzales.unalm@analysis.arkund.com	3
SA	WendyElizabethPeraltaHolguin.pdf Document WendyElizabethPeraltaHolguin.pdf (D92842545)	8
SA	TESIS ALEX LOZADA.docx Document TESIS ALEX LOZADA.docx (D77900192)	2
W	URL: https://reviderpol.files.wordpress.com/2019/02/2019-20-1-21-43-solis-y-col.pdf Fetched: 10/23/2019 5:42:23 AM	1
SA	UNU_FORESTAL_2020_T_ANTONY CARPIO_V1.docx Document UNU_FORESTAL_2020_T_ANTONY CARPIO_V1.docx (D78454888)	1
SA	oonislla_bj.pdf Document ooonislla_bj.pdf (D32031559)	3
SA	Tesis documento maestro.docx Document Tesis documento maestro.docx (D75872954)	1

Entire Document

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES "Evaluación de Nanocelulosa Fibrilar (NCF) de madera de Bolaina blanca (Guazuma crinita) proveniente de una plantación de Ucayali, Perú"	
TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO DE INGENIERO FORESTAL SERGIO ANDRE ARANGO PEREZ LIMA-PERÚ 2022	La
UNALM es titular de los derechos patrimoniales de la presente investigación (Art. 24 – Reglamento de Propiedad Intelectual)	
UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES *	
Evaluación de Nanocelulosa Fibrilar (NCF) de madera de Bolaina blanca (Guazuma crinita) proveniente de una plantación de Ucayali, Perú"	
TESIS PARA OPTAR TÍTULO DE INGENIERO FORESTAL SERGIO ANDRE ARANGO PEREZ Sustentada y aprobada ante el siguiente jurado: Ing. Florencio Teodoro Trujillo Cuellar, Dr. Presidente Ing. Martín Araujo Flores Miembro Rolando Antonio Montenegro Muro Mg. Sc. Miembro Ing. Aldo Joao Cárdenas Oscanoa, Mg.Sc. Asesor	
ÍNDICE GENERAL Página I. INTRODUCCIÓN	13 II. REVISIÓN DE LITERATURA
Composición de la materia lignocelulósica	14 Celulosa
	14 Hemicelulosa
	18 Lignina
	19 2.2. Nanocelulosa
20 Definición	20 Tipos de Nanocelulosa
	21 2.2.2.1. Nanocelulosa fibrilar
(NCF).	21 2.2.2.2. Nanocelulosa cristalina (NCC)
	21 Metodologías de obtención de Nanocelulosa
2.2.3.1. Obtención de Celulosa	21 2.2.3.2. Nanocelulosa por tratamientos mecánicos
	22 2.2.3.3. Nanocelulosa por tratamientos químicos
	23 Técnicas de caracterización de la nanocelulosa
	23 2.2.4.1. Microscopia electrónica de barrido (SEM)
Espectroscopia infrarroja de transformación de Fourier (FTIR)	23 2.2.4.2.
	24 2.2.4.3. Difracción de Rayos X (XRD)
	25 2.2.4.4. Análisis termogravimétrico (TGA)
	26 2.2.4.5. Espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis)
	27 Propiedades y aplicaciones de la nanocelulosa
de la Guazuma crinita	29 2.3. Descripción
	30 Clasificación Taxonómica
	30

**UNIVERSIDAD NACIONAL
AGRARIA LA MOLINA**

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES

**“EVALUACIÓN DE NANOCELULOSA FIBRILAR (NCF)
OBTENIDA A PARTIR DE BOLAINA BLANCA (*Guazuma
crinita*) PROVENIENTE DE UNA PLANTACIÓN DE UCAYALI,
PERÚ”**

**TESIS PARA OPTAR TÍTULO DE INGENIERO FORESTAL
SERGIO ANDRE ARANGO PEREZ**

Sustentada y aprobada ante el siguiente jurado:

*Ing. Florencio Teodoro Trujillo Cuellar, Dr.
Presidente*

*Ing. Martín Araujo Flores
Miembro*

*Ing. Rolando Antonio Montenegro Muro Mg.Sc.
Miembro*

*Ing. Aldo Joao Cárdenas Oscanoa, Mg.Sc.
Asesor*

*Ing. Héctor Enrique Gonzales Mora Ph.D.
Co Asesor*

DEDICATORIA

Dedicado a todas las personas que me apoyaron de manera directa e indirectamente en este camino de hacer la tesis de pregrado. Especialmente a mi familia.

Para mi padre Sabino que se debe sentir orgulloso de mí desde el cielo. Para mi Madre Esther que siempre confió en mí; quien me apoyo en todo momento y me hizo afrontar mis adversidades para no desfallecer en el intento. Ustedes fueron mi gran motivación en este camino.

Para Lucia, por su comprensión y motivación cuando en momentos dudaba de mi capacidad; por su amor sincero y desinteresado.

AGRADECIMIENTOS

La realización de la tesis de pregrado no pudo haber sido realizada sin la participación de personas e instituciones que han contribuido para que se cumpla el objetivo. Por ello, me complace utilizar este espacio para expresar mis agradecimientos.

A la institución CONCYTEC por el financiamiento para la realización de la tesis mediante la subvención de proyectos según contrato N°009-2020 de Proyectos Integrales.

A mi asesor Mg. Sc. Aldo Cárdenas Oscanoa, por la confianza en mi persona para incluirme en el proyecto, por su paciencia y disposición en orientarme en cada etapa de la investigación. Por sus charlas y consejos para guiarme de la mejor manera.

A mi coasesor PhD. Héctor González Mora, por brindarme todas las facilidades para trabajar de manera cómoda en el laboratorio, por su apoyo tanto en la parte académica como en la moral.

A la Dra. Silvia Ponce, por su loable gestión en el proyecto y poder trabajar de la mejor manera. Por facilitarme el uso de los laboratorios en la Universidad de Lima. A Daniel, Rose, Karen, Cathy: por la comodidad y confianza durante mi estadía en las instalaciones de la Universidad de Lima.

Al Sr. Marco Panduro por su apoyo desinteresado en el laboratorio para la realización de diferentes ensayos, además, por ser un buen amigo.

A mis compañeros de laboratorio: Diana, Natalie, Angella, Llinder, Franklin, Carlos, Gladys y Stephanie. Por la gran compañía y ambiente que se generó durante el tiempo que cada uno de nosotros desarrolló su investigación.

A mis grandes amigos y amigas: Erick A.; Yordi, Raquel, Milagros, José G.; Jaisson, Pati C.; Yunny, Christian, Sebastián, Mayssa, Alexandra; por los momentos de vida que siempre atesoraré.

A mis compañeros del clan CPF, por las amenas noches de conversaciones y videojuegos.

ÍNDICE GENERAL

	Página
I. INTRODUCCIÓN	1
II. REVISIÓN DE LITERATURA	2
2.1. Composición de la materia lignocelulósica	2
2.1.1. Celulosa	3
2.1.2. Hemicelulosa	6
2.1.3. Lignina.....	7
2.2. Nanocelulosa.....	8
2.2.1. Definición	8
2.2.2. Tipos de Nanocelulosa.....	9
2.2.3. Metodologías de obtención de Nanocelulosa	9
2.2.4. Técnicas de caracterización de la nanocelulosa	11
2.2.5. Propiedades y aplicaciones de la nanocelulosa	18
2.3. Descripción de la <i>Guazuma crinita</i>	19
2.3.1. Clasificación Taxonómica	19
2.3.2. Características de la madera	19
2.4. Antecedentes de la investigación con fuentes de materia lignocelulósica.....	20
III. MATERIALES Y MÉTODOS	22
3.1. Procedencia de la Materia Prima	22
3.2. Lugar de ejecución.....	23
3.3. Materiales, Equipos y Programas a usar	24
3.3.1. Materia prima	24
3.3.2. Materiales	24
3.3.3. Reactivos	25
3.3.4. Equipos	26

3.3.5.	Programas o Softwares	28
3.4.	Procedimiento	29
3.4.1.	Colección y preparación de la materia prima	30
3.4.2.	Caracterización química de la madera de bolaina blanca.....	31
3.4.3.	Obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica	34
3.4.4.	Medición de elementos anatómicos de interes en fibras de <i>Guazuma crinita</i> Mart.	38
3.4.5.	Obtención y liofilización de la NCF.....	39
3.4.6.	Determinación del grado de polimerización (GP) de la NCF	41
3.4.7.	Caracterización de la NCF.....	43
3.4.8.	Diseño experimental	47
IV.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	50
4.1.	Rendimientos de los procesos hasta la obtención de NCF	50
4.2.	Caracterización de la composición química total de la madera de bolaina blanca	51
4.2.1.	Caracterización química de los componentes estructurales de la madera de bolaina	51
4.2.2.	Caracterización química de los componentes de bajo peso molecular de la madera de bolaina.....	54
4.3.	Proceso de Digestión y blanqueamiento de la pasta celulósica	55
4.3.1.	Pasta celulósica.....	55
4.3.2.	Blanqueamiento de la pasta celulósica	57
4.3.3.	Datos biométricos	59
4.4.	Caracterización de CNF.....	61
4.4.1.	Grado de polimerización de CNF mediante viscosidad Intrínseca.....	61
4.4.2.	Ensayo SEM	63
4.4.3.	Ensayo FTIR.....	69
4.4.4.	Ensayo de Difracción de Rayos X.....	74
4.4.5.	Ensayo TGA	77

4.4.6. Ensayo UV-Vis.....	79
4.4.7. Caracterización total de NCF obtenida de tres diferentes secciones del eje longitudinal del fuste del árbol de bolaina	85
V. CONCLUSIONES	88
VI. RECOMENDACIONES	88
VII. BIBLIOGRAFÍA	89
VIII. ANEXOS	99

Índice de tablas

Tabla 1:	Principales procesos químicos para la obtención de celulosa.....	10
Tabla 2:	Aplicaciones de la nanocelulosa	18
Tabla 3:	Características estándar de NCF de diferentes fuentes	18
Tabla 4:	Taxonomía de <i>Guazuma crinita</i>	19
Tabla 5:	Composición química de la madera de <i>Guazuma Crinita</i>	20
Tabla 6:	Obtención de NC a partir de fuentes lignocelulósicas	21
Tabla 7:	Condiciones de Cocción de la pasta celulósica de bolaina	34
Tabla 8:	Secuencia de blanqueo	37
Tabla 9:	Especificaciones de molienda	39
Tabla 10:	Ecuación para determinar GP.....	42
Tabla 11:	Características evaluadas para cada variable	48
Tabla 12:	Análisis de resultados de los diferentes experimentos realizados en la investigación.....	49
Tabla 13:	Componentes macromoleculares de la madera de Bolaina.....	52
Tabla 14:	Componentes de bajo peso molecular de la madera de bolaina.....	54
Tabla 15:	Rendimientos de pulpa química obtenida a partir de chips de madera de <i>Guazuma crinita</i>	55
Tabla 16:	Rendimientos del proceso de blanqueamiento de la pulpa química de madera de bolaina	57
Tabla 17:	Ensayo índice de kappa para pulpa sin blanquear y blanqueada.....	58
Tabla 18:	Mediciones de las fibras de la pulpa química blanqueada	59
Tabla 19:	Determinación del grado de polimerización de NCF obtenida a diferentes secciones del fuste	61
Tabla 20:	Medias estandarizadas según prueba estadística Mann – Whitney para el diámetro de las nanofibrillas	67
Tabla 21:	Vibraciones visibles en los Espectros IR de NCF.....	69
Tabla 22:	Índice de cristalinidad y diámetro de cristal.....	75
Tabla 23:	Cantidad Volátil en la NCF de bolaina	78
Tabla 24:	Valores de remoción de azul de metileno en diferentes concentraciones con uso de NCF	80
Tabla 25:	Resultados de Adsorción de azul de metileno por NCF de diferentes secciones	81
Tabla 26:	Parámetros de adsorción de Langmuir y Freundlich.....	83

Tabla 27: Resultados de caracterización de NCF obtenida de la madera de bolaina 86

Índice de figuras

Figura 1. Composición química de los materiales lignocelulósicos.....	2
Figura 2. Estructura química de la celulosa.....	3
Figura 3. Representación gráfica de la fibra celulósica.....	4
Figura 4. Representación gráfica de los niveles que compone la fibra celulósica	4
Figura 5. Polimorfismo de la celulosa	5
Figura 6. Representación gráfica de la Celulosa I α – I β	6
Figura 7. Constituyentes de las hemicelulosas	7
Figura 8. Estructura de la lignina.....	8
Figura 9. Principio de la técnica SEM.....	12
Figura 10. Diagrama simplificado de un espectrómetro por transformacion fourier	13
Figura 11. Diagrama del principio de difraccion de rayos X y la formacion de difractogramas	14
Figura 12. Representacion basica del equipo TGA	15
Figura 13. Interacción de la radiación y la materia	16
Figura 14. Imágenes y Espectros de caracterización de nanocelulosa	17
Figura 15. Mapa de Ubicación de la plantación de Bolaina (punto verde) de la empresa Dypterix SAC	22
Figura 16. Trozas correspondientes a las secciones de interés (Sección: basal, media y alta) del árbol 1	23
Figura 17. Diagrama de operaciones y procesos general de la investigación	29
Figura 18. Acondicionamiento y preparación de la materia prima para su uso en la investigación... ..	30
Figura 19. Flujograma de la caracterización química de la madera de bolaina blanca .	31
Figura 20. Ensayo de Contenido de extractivo	32
Figura 21. Ensayo de contenido de Holocelulosa.....	32
Figura 22. Ensayo de Contenido de Lignina del presente estudio.....	33
Figura 23. Ensayo de contenido de Celulosa del presente estudio	33
Figura 24. Ensayo de contenido de cenizas del presente estudio	33

Figura 25. Diagrama de cocción realizada a una de las muestras de madera de bolaina usada.
35

Figura 26. Flujograma de la obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica.....	36
Figura 27. Proceso de blanqueamiento	37
Figura 28. Ensayo Kappa para determinar el contenido de lignina residual	38
Figura 29. Medición de las fibras de Bolaina	39
Figura 30. Molienda de la pasta blanca de bolaina para la obtención de NCF.....	40
Figura 31. Liofilización de la NCF de bolaina	40
Figura 32. Viscosidad Reducida (η RED) vs Conc. Solución	42
Figura 33. Ensayo para determinar GP mediante viscosidad Intrínseca	42
Figura 34. Procesamiento de los Espectros IR de NCF de bolaina	44
Figura 35. Rendimiento acumulativo en la obtención de NCF desde troza de madera de bolaina	50
Figura 36. Variabilidad del contenido de celulosa en la madera de bolaina a diferentes secciones del eje longitudinal del fuste	53
Figura 37. Variación del rendimiento del proceso de pulpeo de la madera de bolaina a diferentes secciones	56
Figura 38. Variación del GP de NCF de bolaina proveniente de diferentes secciones .	62
Figura 39. Micrografías SEM de NCF de bolaina proveniente de diferentes secciones .	64
Figura 40. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección alta.....	65
Figura 41. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección Media	66
Figura 42. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección basal	66
Figura 43. Espectros IR de NCF de bolaina	70
Figura 44. Estructura química de los componentes químicos macromoleculares de la madera	73
Figura 45. Difractogramas de NCF de bolaina obtenida de tres diferentes secciones del eje longitudinal del fuste	74
Figura 46. Termogramas de NCF obtenidas de la sección apical y basal	77
Figura 47. Espectro de Adsorción de azul de metileno con una concentración inicial de 10 ppm.....	79
Figura 48. Espectro de Adsorción de azul de metileno con una concentración inicial de 20 ppm	79
Figura 49. Isotermas de Adsorción	82

Índice de anexos

8.1. Determinación química del contenido de extractivos en etanol.....	100
8.2. Determinación química del contenido de Holocelulosa.....	100
8.3. Determinación química del contenido de Lignina	100
8.4. Determinación química del contenido de alfa- celulosa	101
8.5. Determinación química del contenido de cenizas	101
8.6. Determinación química del contenido de sílice	101
8.7. Resultados obtenidos del proceso de Cocción	102
8.8. Resultados obtenidos del proceso de blanqueamiento	103
8.9. Datos biométricos de las fibras de pulpa blanca	104
8.10. Resultados obtenidos del Ensayo de viscosidad intrínseca y GP.....	105
8.11. Resultados obtenidos del Ensayo DRX.....	107
8.12. Reporte del Servicio de Ensayo TGA	111
8.13. Análisis Estadístico de Contenido de extractivos	112
8.14. Análisis estadístico de contenido de celulosa	113
8.15. Análisis estadístico de contenido de Hemicelulosa.....	113
8.16. Análisis estadístico de contenido de Lignina	115
8.17. Análisis estadístico contenido de Cenizas.....	115
8.18. Análisis estadístico contenido de Sílice	116
8.19. Análisis estadístico del proceso de Digestión entre árboles y secciones ...	118
8.20. Análisis estadístico del proceso de blanqueo	119
8.21. Análisis estadístico Medición de los elementos anatómicos de las fibras .	120
8.22. Análisis estadístico del Ensayo de GP	122
8.23. Análisis estadístico para la medida de diámetro (nm) de la NCF.....	123
8.24. Análisis estadístico del Ensayo de Adsorción.....	124
8.25. Análisis estadístico del Ensayo TGA (materia volátil).....	125

NOMENCLATURA

NC	Nanocelulosa
NCF	Nanocelulosa Fibrilar
GP	Grado de polimerización
IC	Índice de cristalinidad
SEM	Microscopia electrónica de barrido
TGA	Análisis termogravimétrico
XRD	Difracción de rayos X
FTIR	Espectroscopia infrarroja de transformación de Fourier
UV-Vis	Espectroscopia ultravioleta-visible

RESUMEN

El objetivo del presente estudio fue obtener y caracterizar nanocelulosa fibrilar (NCF) de la madera de bolaina blanca (*Guazuma crinita* Mart) a diferentes alturas del eje longitudinal del fuste de árboles de una plantación de tres años y medio; proveniente de la región Ucayali. La NCF fue obtenida mediante molienda mecánica usando un molino planetario de bolas. Se caracterizó el producto mediante técnicas analíticas: SEM, XRD, TGA, FTIR, UV-Vis, además, se halló el grado de polimerización. Se evaluó el efecto de la posición longitudinal en las características de la NCF mediante la comparación de medias, evaluadas en pruebas estadísticas de ANOVA y Kruskal – Wallis. El rendimiento de la producción de NCF a partir de la sección apical, media y basal fue de 32,1; 33,6 y 31 por ciento, respectivamente. La NCF obtenida obtuvo un diámetro significativamente mayor para la zona apical (84 nm) en comparación a la zona media (75 nm) y basal (69 nm), las cuales no mostraron significancia entre sí; la longitud se mantuvo por encima de la micra; con respecto al grado de polimerización, se encontraron valores entre los 200 y 300 monómeros de glucosa que componen la red celulósica, donde la zona basal presenta valores significativamente mayores a la zona media y apical, respectivamente. El producto mostró un polimorfismo típico de celulosa tipo I y con índices de cristalinidad con valores de 76, 93 y 96 por ciento para la sección apical, media y basal, respectivamente. Con respecto a la termoestabilidad de la NCF, se obtuvo una tasa de degradación máxima entre los 335 °C y 341 °C, siendo la NCF proveniente de la zona basal la más estable. Se evaluó el poder de adsorción de la NCF sobre tinte de azul de metileno, donde se encontró una eficiencia por encima del 60 por ciento.

PALABRAS CLAVE

Guazuma crinita Mart; Nanocelulosa fibrilar (NCF); Técnicas analíticas; Tratamiento mecánico

ABSTRACT

The objective of this study was to obtain and characterize nanofibrillated cellulose (NCF) from the wood of bolaina blanca (*Guazuma crinita* Mart) at different heights of the longitudinal axis of the trunk of trees from a three-and-a-half-year-old plantation from the Ucayali region. The NCF was obtained by mechanical milling using a planetary ball mill. The product was characterized by analytical techniques: SEM, XRD, TGA, FTIR, UV-Vis, in addition, the degree of polymerization was found. The effect of the longitudinal position on the NCF characteristics was evaluated by means of the comparison of means, evaluated in ANOVA and Kruskal - Wallis statistical tests. The efficiency of NCF production from the apical, middle and basal sections was 32.1, 33.6 and 31 percent, respectively. The NCF obtained acquire a significantly larger diameter for the apical zone (84 nm) compared to the middle (75 nm) and basal zone (69 nm), which did not show significance among themselves; the length remained above the micron; with respect to the degree of polymerization, values were found between the 200 and 300 glucose monomers that compose the cellulosic network, where the basal zone presents significantly higher values than the middle and apical zone, respectively. The product showed a typical type I cellulose polymorphism and crystallinity indexes with values of 76, 93 and 96 percent for the apical, middle and basal sections, respectively. Regarding NCF thermostability, a maximum degradation rate was obtained between 335 °C and 341 °C, with the NCF coming from the basal zone being the most stable. The adsorption power of NCF on methylene blue dye was evaluated, where an efficiency above 60 percent was found.

KEY WORDS

Guazuma crinita Mart; Nanofibrillated cellulose (NFC); Analytical techniques; Mechanical treatment

I. INTRODUCCIÓN

La celulosa es el polímero renovable más abundante en el planeta, usada en diversas aplicaciones (Spender, 2012). Luego de ser extraída de la materia lignocelulósica, la celulosa es utilizada como fibras, en forma química natural o modificada. Además, se ha demostrado que la celulosa en una dimensión nanométrica posee características intrínsecas muy importantes como su ligereza y fuerza, además de propiedades mecánicas superiores a otros materiales. El tema de la nanocelulosa es por tanto un campo de investigación con muchos avances y aportes hasta la fecha; sin embargo, es necesario generar aportes sobre el conocimiento de nuevas fuentes potenciales para obtenerla, necesitando información sobre su disponibilidad y tecnología necesaria para la elaboración de este material. En ese sentido, las maderas son una opción en tener en cuenta como materia prima debido a su constitución lignocelulósica favorable y gran disponibilidad, sobre todo las proveniente de plantaciones con rápido crecimiento.

En el Perú se promueven las plantaciones de especies forestales tropicales que destacan por su rápido crecimiento y son una forma actual de reposición de bosques y generación de biomasa para la industria forestal, entre las especies usadas, destaca la bolaina blanca (*Guazuma crinita*). Esta especie forestal es muy cultivada en el país, debido a su ventaja de ser una especie de rápido crecimiento y ser cosechable a temprana edad. Su madera tiene demanda actual para construcciones ligeras, muebles y molduras (IIAP, 2009). Según Revilla (2015) solo en la cuenca del río Aguaytía existe una producción de Bolaina cerca a los 220 m³ de madera rolliza, dando una idea de la promisión de la especie en todo el Perú. La producción de madera de bolaina por tanto deberá diversificar sus usos en más productos, además de promover el uso de los residuos generados que pueden ser reutilizados o dispuestos en otras formas por su origen orgánico y de carácter biodegradable.

Por otro lado, para complementar la investigación en temas relacionados a la caracterización de productos forestales, es necesario la incursión en metodologías modernas de uso automatizado que otorguen resultados rápidos con gran confiabilidad, como lo son las

técnicas analíticas. En la presente investigación se obtuvo y caracterizó nanocelulosa fibrilar (NCF) mediante el tratamiento mecánico de trituración a partir de la madera de bolaina blanca (*Guazuma crinita*) a diferentes alturas del eje longitudinal del fuste de árboles de una plantación de tres años y medio; proveniente de la región Ucayali; de esta manera se está aportando información sobre las condiciones de su síntesis, así como de su caracterización mediante técnicas analíticas (SEM, XRD, TGA, FTIR, UV-Vis).

II. REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. Composición de la materia lignocelulósica

Los materiales lignocelulósicos presentan una composición química formada por compuestos primarios (celulosa, hemicelulosa y lignina) y compuestos secundarios (extractivos y no extractivos: compuestos inorgánicos) (Gutiérrez *et al*, 1998); en la figura 1 se observa la clasificación de la composición química de las fibras lignocelulósicas.

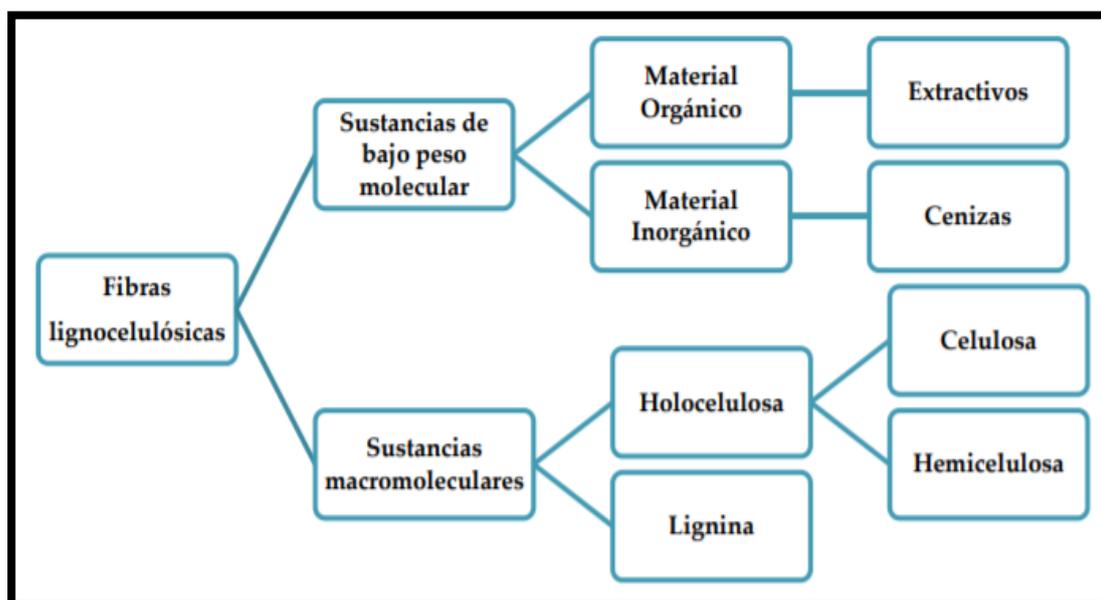


Figura 1. Composición química de los materiales lignocelulósicos
Fuente: Gellerstedt G. (2009)

2.1.1. Celulosa

La celulosa es el compuesto orgánico con mayor abundancia en la naturaleza. Químicamente se define como un homopolímero lineal no ramificado de D-anhidroglucopiranosas (AGU) unidos por enlaces β -1,4-glucosídicos (Herrera, 2018).

Presenta un elevado grado de polimerización y este varía según la fuente de celulosa (Carchi, 2014). En la figura 2 se observa que cada molécula de glucosa rota 180° respecto a su predecesor, originando una cadena con simetría. El segmento que se repite a lo largo de la cadena es un dímero de glucosa denominado celobiosa. (Visakh y Sabu,2010).

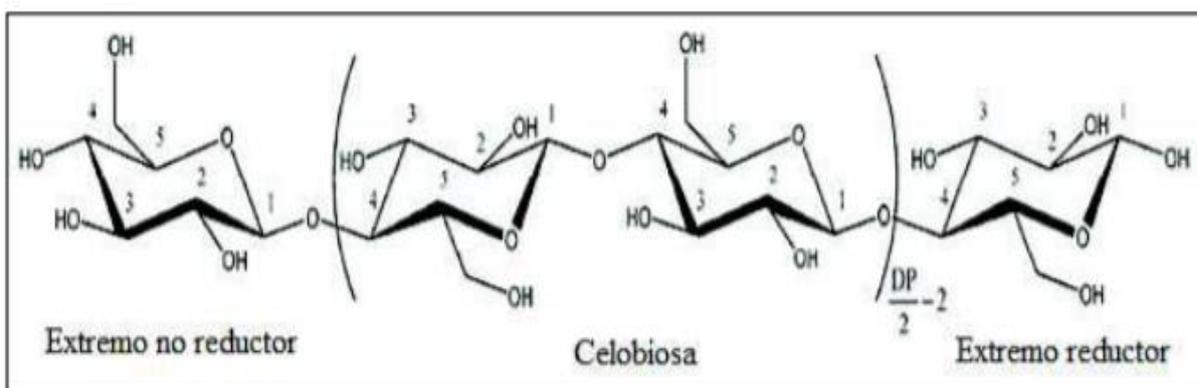


Figura 2. Estructura química de la celulosa
Fuente: Habibi et al. (2010)

La cadena de celulosa presenta dos extremos, el extremo reductor que contiene un aldehído libre en la posición del carbono 1 y el extremo no reductor donde se encuentra un hidroxilo libre en la posición del carbono 4. La celobiosa que es el segmento repetidor, contiene monómeros de glucosa que presentan tres grupos hidroxilo ubicados en la posición Carbono 2, Carbono 3 y Carbono 6 (Westman y Börjesson ,2015).

La celulosa presenta una estructura estable, gracias a los enlaces de hidrógeno en la misma cadena como entre cadenas diferentes de celulosa (Herrera, P.; 2018). En la figura 3 se observa los enlaces intramoleculares que otorgan rigidez a la cadena, los enlaces intermoleculares permiten que las cadenas lineales se junten entre sí para formar las fibrillas que se caracterizan por tener zonas ordenadas altamente estables llamadas zonas cristalinas y zonas desordenadas denominadas amorfas o no cristalinas (Börjesson, M. y Westman, G. ;2015).

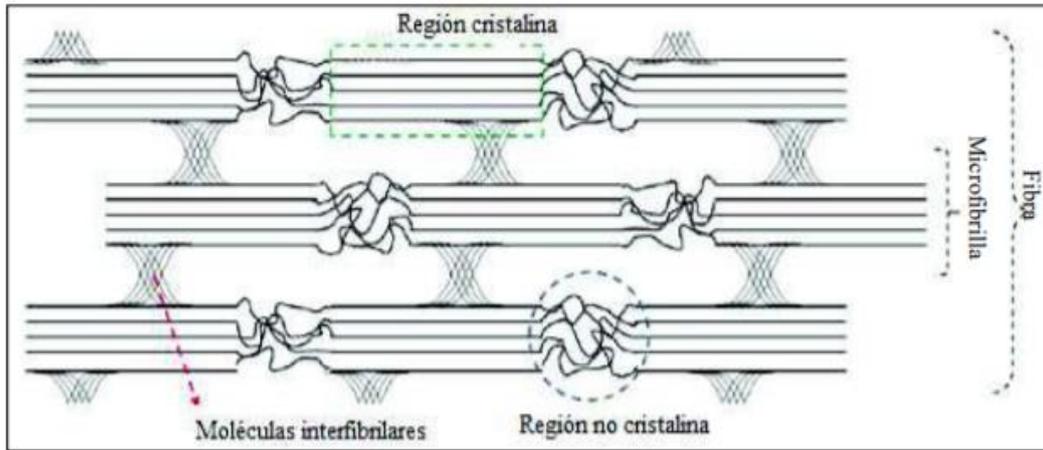


Figura 3. Representación gráfica de la fibra celulósica
Fuente: Westman y Börjesson (2015)

La fibra de celulosa está representada en tres niveles diferentes, como se muestra en la figura 4, el nivel molecular comprende las cadenas lineales formadas por β-D-glucosas. El nivel supramolecular comprende la unión de estas ramificaciones lineales entre sí, el nivel morfológico consiste en la fibra de celulosa y sus paredes celulares. (Westman y Börjesson ;2015)

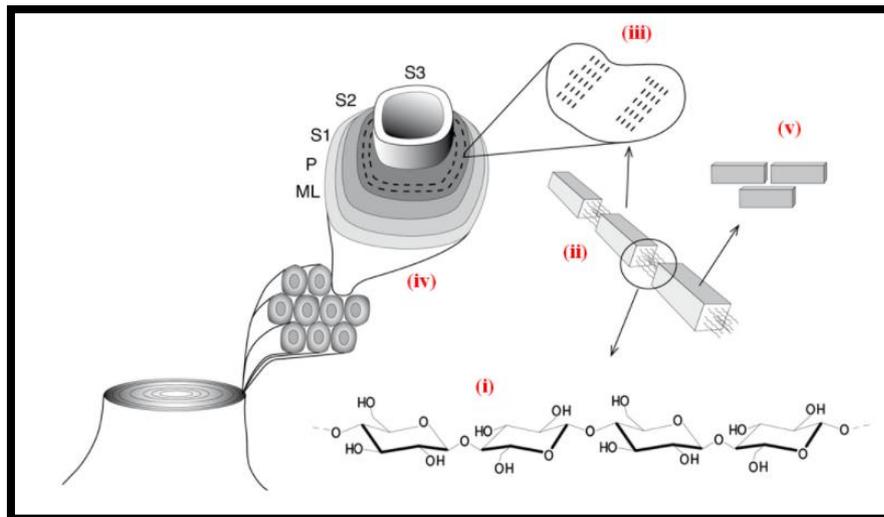


Figura 4. Representación gráfica de los niveles que compone la fibra celulósica
Fuente: Westman y Börjesson (2015)

- i) Cadenas lineales de celulosa formadas por β-D-glucosas
- ii) Unión de cadenas diferentes de celulosa llamadas “microfibrillas”, se caracterizan por presentar zonas amorfas y cristalinas.
- iii) Las microfibrillas se unen entre sí para formar una estructura más grande llamada “macrofibrillas”.
- iv) Las macrofibrillas conforman las capas de la pared celular vegetal.
- v) Representación gráfica de monocristales de celulosa (regiones ordenadas)

a. Polimorfismo de la Celulosa

El polimorfismo de la celulosa es un término que se hace referencia a la capacidad de un material en presentar más de una región ordenada, y este varía según la fuente, método de extracción o tratamiento posterior referido a la celulosa (Borja, 2018).

La celulosa se expresa en cuatro tipos (I, II, III y IV) de polimorfismo, que se distinguen por difracción de rayos X. La celulosa I o también llamada celulosa nativa es la celulosa cristalina encontrada en las plantas, árboles, algas y bacterias en su estado natural. La celulosa II proviene de la celulosa nativa a través de tratamientos de regeneración o mercerización (Tratamientos en hidróxidos de sodio acuoso), la principal diferencia con respecto a su predecesora, es su disposición de cadenas en antiparalelo, lo que origina un mayor número de enlaces intermoleculares (enlaces puente de hidrogeno). La celulosa III es obtenida mediante tratamientos con amonio, teniendo en consideración que si la materia prima es celulosa I, se obtiene celulosa III (I) y si la fuente de materia prima es celulosa II, se obtiene celulosa III (II). El polimorfismo de celulosa tipo IV, se obtiene a partir de tratar la celulosa III en altas temperaturas con glicerol. (Pech, S., 2018; Muñoz, B., 2018; Herrera, M., 2018; Carchi, D., 2014; Westman y Börjesson, 2015); ver figura 5.

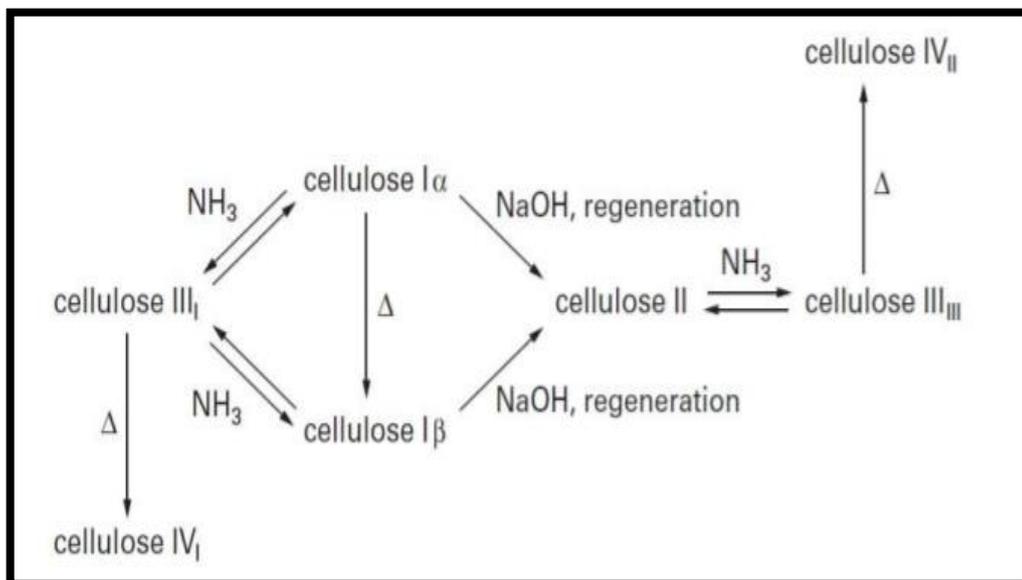


Figura 5. Polimorfismo de la celulosa
Fuente: Klemm, D. *et al.* (2005)

Muñoz (2018) explica que las regiones cristalinas de la celulosa I se puede expresar en dos diferentes patrones, por ello se menciona que la celulosa I está representada en dos subalomorfos, denominados I α y I β ; ver figura 6.

Lo antes mencionado origina las disposiciones que tienen las cadenas de celulosa una sobre otra, cuando la tercera lamina es desplazada en la misma dirección que la segunda se tiene celulosa I α y en dirección opuesta celulosa I β . (Carchi, D.; 2014). La fase cristalina I α presenta picos a $2\theta = 15,4^\circ$; $16,2^\circ$ y $34,6^\circ$ asociados a los planos 010, 100 y 114 respectivamente, mientras tanto la fase I β pose picos a $2\theta = 14,7^\circ$; $16,4^\circ$; $22,6^\circ$ y $34,5^\circ$ asociados a los planos 110, 110, 200 y 004 respectivamente (Herrera M.; 2018).

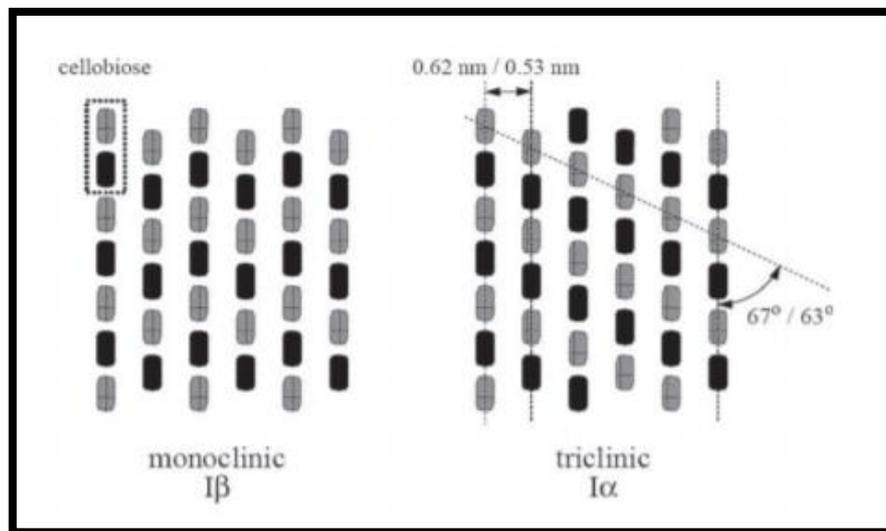


Figura 6. Representación gráfica de la Celulosa I α – I β
Fuente: Carchi (2014)

2.1.2. Hemicelulosa

Las hemicelulosas son cadenas cortas y ramificadas, compuestas por azúcares, sus principales constituyentes son las pentosas como las xilosas y arabinosas; hexosas como las galactosas, glucosas y manosas; los ácidos urónicos como los ácidos glucurónicos, metilgalacturónicos y galacturónicos. Asimismo, se menciona a las desoxihexosas como la ramnosa y fucosa (ver figura 7). Las hemicelulosas presentan un menor peso molecular y baja estabilidad química con respecto a la celulosa, debido a su naturaleza amorfa dentro de su estructura química, es fácilmente hidrolizada por diferentes medios. (Rivas, 2014 y Carchi, 2014).

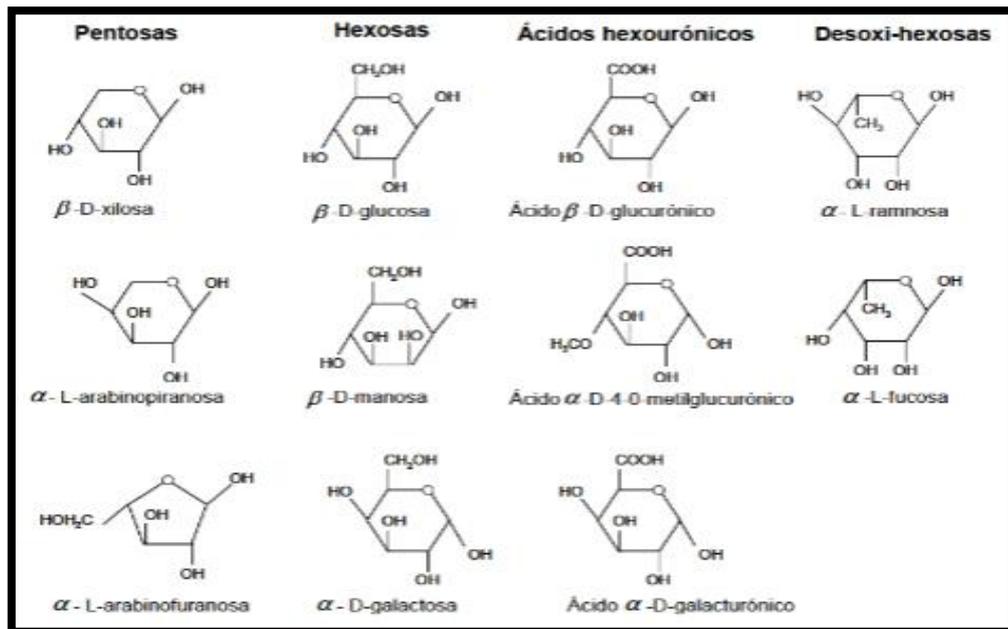


Figura 7. Constituyentes de las hemicelulosas
Fuente: Rivas (2014)

Rivas (2014) menciona que, en maderas latifoliadas como la bolaina blanca, los xilanos predominan como constituyentes en presentación de cadenas cortas ramificadas, otro constituyente presente, pero en menor cantidad, son los glucomananos en forma de cadenas lineales no ramificadas de glucosa y manosa unidos por enlaces β -1,4 con predominio de manosas.

2.1.3. Lignina

La lignina es un polímero tridimensional amorfo compuesta por unidades de fenilpropano, su principal función en los materiales lignocelulósicos es mantener la unión entre las fibrillas de celulosa y hemicelulosas en la pared celular, sirviendo como soporte mecánico (Rivas, 2014). En la figura 6 se muestra la estructura de la lignina, y sus monómeros de fenilpropano, los cuales están conectados entre sí por enlaces del tipo éter (C-O-C) y carbono-carbono (C-C) aleatoriamente distribuidos (Carchi, 2014).

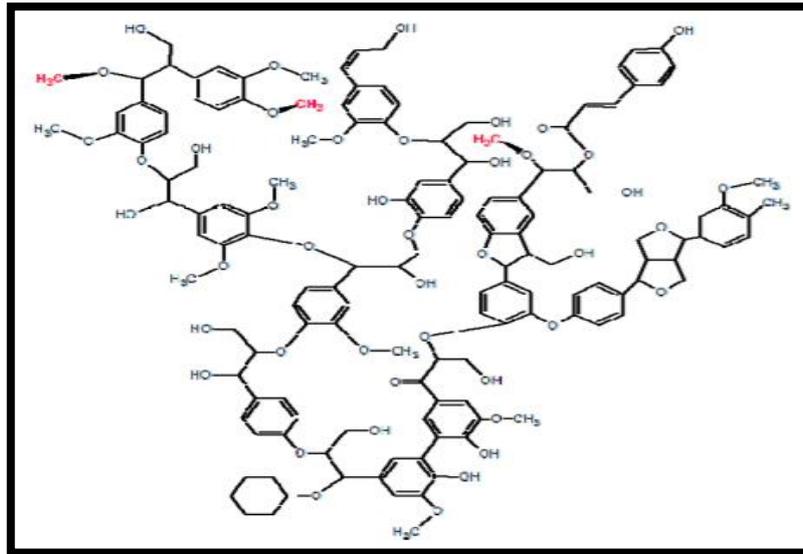


Figura 8. Estructura de la lignina
Fuente: Carchi (2014)

2.2. Nanocelulosa

Durante los últimos años, con el avance de la nanotecnología, se pueden extraer componentes de diferentes materias a una escala nanométrica, con la finalidad de ser usados con diferentes propósitos, como por ejemplo material de refuerzo para otros productos como es el caso de la nanocelulosa. Börjesson y Westman (2015) mencionan que la nanotecnología comprende el control de la materia en dimensiones desde 0,1 a 100 nm.

2.2.1. Definición

La nanocelulosa se define como las fibras (con presencia de zonas cristalinas y amorfas) o cristales de celulosa en escala nanométrica. Así mismo, esta se clasifica en diferentes tipos en función a criterios como su forma, dimensión, método de obtención y las condiciones de procesamiento (Ehman; 2019). Herrera (2018) menciona que la nanocelulosa es un material popular en la actualidad por presentar propiedades mecánicas superiores a diferentes metales y aleaciones como el acero. Börjesson y Westman (2015) reportan valores de las propiedades mecánicas de la NCF, módulo de Young y resistencia a la tracción de aproximadamente 130 GPa y 7,5 GPa respectivamente. Además, presenta estas propiedades a una densidad promedio de 1,6 g/cm³ (Castro y Delgado; 2016), en una presentación nanométrica.

2.2.2. Tipos de Nanocelulosa

a. Nanocelulosa fibrilar (NCF)

Carchi (2014) menciona que la NCF tiene un diámetro que va en un rango de 10 a 40 nm y una longitud en el orden de los micrómetros (> 1000 nm), por otro lado, Ruiz *et al.* (2016) menciona que la NCF presenta longitudes entre 0,5 y 10 μm y diámetros en el rango de 10 a 100 nm, de forma cilíndrica alargada y flexible, similar a los fideos. La NCF se puede obtener por diferentes métodos, pero los más usados son los tratamientos mecánicos sobre las pastas celulósicas. Durante el tratamiento mecánico, las fricciones generadas hacen que se rompan los enlaces interfibrilares entre las cadenas de celulosa, dando como resultado nanofibrillas con un diámetro en el rango de 10 a 100 nm y longitud similar a la fibra original (Muñoz; 2018).

b. Nanocelulosa cristalina (NCC)

La nanocelulosa cristalina es definida por Herrera (2018) como nanopartículas cristalinas obtenidas de la zona ordenada de las fibras de celulosa tras liberarlas de su porción amorfa mediante hidrólisis en un medio ácido. Con respecto a sus dimensiones, el diámetro de la NCC está comprendido en un rango de 3 a 20 nm y una longitud, de 100 a 600 nm. Es importante mencionar que las dimensiones y cristalinidad dependerán de la fuente de celulosa, así como de los parámetros que se usan en su obtención; con respecto a su morfología, la NCC es descrita como barras alargadas similares los granos de arroz (Pech ;2018 y Herrera; 2018).

2.2.3. Metodologías de obtención de Nanocelulosa

La nanocelulosa se obtiene por diferentes métodos, los más usados son los tratamientos mecánicos, químicos y/o sus combinaciones, previas a los pretratamientos relacionados a la obtención y purificación de celulosa, que es usada como base para la obtención de nanocelulosa

a. Obtención de Celulosa

La celulosa se obtiene a partir de la fabricación de la pulpa celulósica, conjunto de fibras que se obtienen por procesos químicos, semiquímico y mecánicos de diferentes fuentes vegetales (Pech; 2018). Entre los procesos mencionados anteriormente, el más recomendado para la obtención de nanocelulosa es el proceso químico.

Los procesos químicos para obtención de celulosa se basan en el uso de reactivos químicos bajo parámetros controlados en la madera (Pech; 2018); el objetivo principal es disolver la lignina de la madera, obteniendo una pasta de mayor calidad conformada por un gran porcentaje de celulosa y hemicelulosa y bajo o nulo porcentaje de lignina residual, razón por la cual el rendimiento del proceso es menor en comparación al proceso mecánico y semiquímico (Jiménez; 2017).

En la tabla 1, se observan los diferentes procesos utilizados para la obtención de celulosa por medios químicos.

Tabla 1: Principales procesos químicos para la obtención de celulosa

Nombre	Reactivos	Características
Proceso Kraft	NaOH Na ₂ SO ₄	Cocción a 160 a 180 °C de temperatura por 4 a 6 horas. La pulpa obtenida es de color oscuro.
Proceso al sulfito	H ₂ SO ₃ Ca (HSO ₃) ₂	Cocción entre 128 a 180 °C. El rendimiento del proceso es alto, sin embargo, los reactivos son costosos.
Proceso a la sosa	NaOH	Cocción entre 140 a 170 °C. El proceso afecta en menor medida a la celulosa en comparación los otros procesos químicos, por ello se emplean temperaturas de cocción menor

Fuente: Adaptado de Herrera, 2018.

b. Nanocelulosa por tratamientos mecánicos

Los tratamientos mecánicos con pastas celulósicas, consisten en moliendas o refinados sucesivos seguidos de procesos de homogenización para la obtención de nanocelulosa fibrilar (Borja, 2018; Herrera,2018). Durante el refinado de la pasta, las fibras se van desprendiendo de las capas de su pared celular, principalmente de la capa primaria y la capa secundaria S1, llegando hasta la capa secundaria S2, capa con mayor contenido de celulosa, todo esto lleva a la fibrilación interna, contando con nanofibras sin pared celular, ideal para el proceso de homogenización, que tiene como finalidad la individualización de las nanofibrillas.

c. Nanocelulosa por tratamientos químicos

El método consiste en la liberación de los cristales de la fibra celulósica mediante la disolución de las zonas amorfas en un medio ácido (Pech; 2018). La pasta celulósica al tratarse con ácido, empieza su degradación desde la zona más vulnerable, la cual corresponde a la zona amorfa. Factores como la concentración del ácido, tiempo de reacción y temperatura influirán en la calidad de la nanocelulosa cristalina: a mayor medida de los parámetros mencionados habrá una hidrolización más severa, atacando no solo las zonas amorfas, sino, además las zonas cristalinas (Borja; 2018).

2.2.4. Técnicas de caracterización de la nanocelulosa

La pasta celulósica al someterse a tratamientos mecánicos o químicos, la morfología de las fibras se ve modificada en tamaño y aspecto, así como también sus propiedades que se evalúan por diferentes métodos de microscopia y análisis instrumental. La finalidad de caracterizar adecuadamente la NCF es para analizar su posible aplicación además de la seguridad del producto.

a. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Se basa en la obtención de imágenes a una alta resolución de materias diminutas incluso en escalas nanométricas; el método sirve para analizar características morfológicas, estructurales y químicas del material en estudio mediante su exploración en superficie. Como se muestra en la figura 9, el principio de la técnica es la emisión de haz de electrones de alta energía desde el equipo, que mediante lentes focalizadores inciden sobre la muestra, como respuesta al impacto electrónico, emitirá electrones llamados secundarios, que son detectados por sensores y lo convertirán en una señal digital con intensidades de colores distintas, contrayéndose una imagen del material (Clavijo, 2013).

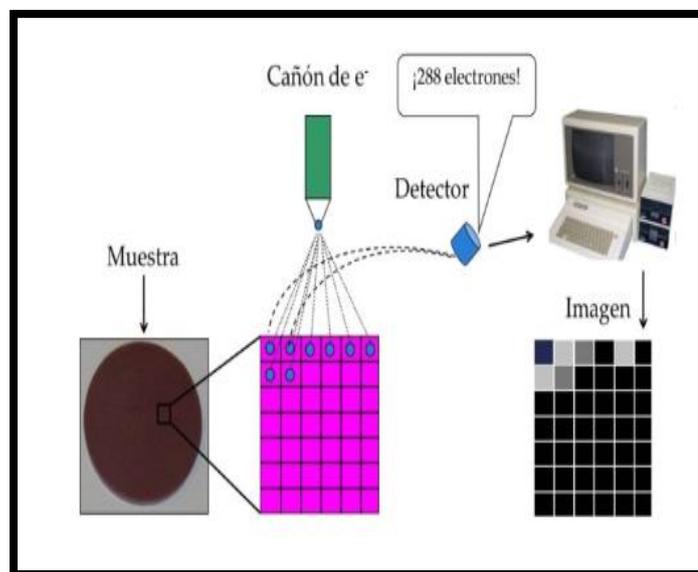


Figura 9. Principio de la técnica SEM
Fuente: Harald Fjeld (Sin fecha)

b. Espectroscopia infrarroja de transformación de Fourier (FTIR)

El principio de la técnica radica en el desprendimiento de un haz de radiación infrarroja que penetra sobre la superficie del material a analizar, y midiendo la absorción por parte de las moléculas (ver figura 10). La medición de la absorción de energía es recibida por un detector, el cual envía la información al ordenador quien se encarga de procesar la data y generar el espectro infrarrojo de la muestra donde se visualiza la absorción correspondiente a cada longitud de onda mediante la técnica de la transformada de Fourier (Foss, 2018). Las

absorciones encontradas son propias a la naturaleza de los enlaces químicos presentes en una muestra.

Borja (2018) y Vázquez (2012) respectivamente mencionan que mediante esta técnica se determinan la estructura de compuestos orgánicos, dando a conocer su entorno químico: grupos funcionales y enlaces presentes. El reconocimiento de grupos funcionales mediante la técnica se debe a que estas absorben radiación en un rango conocido de frecuencia, sin importar que estén unida a una molécula, generando picos en los espectros IR con absorciones específicas que corresponden a un grupo funcional conocido. Lo antes mencionado es fácil de reconocer debido a que existen bibliotecas digitales (software) que contienen data de referencia con grupos funcionales ya estudiados, lo que facilita su búsqueda, reconocimiento y comparación (Stuard, 2004)

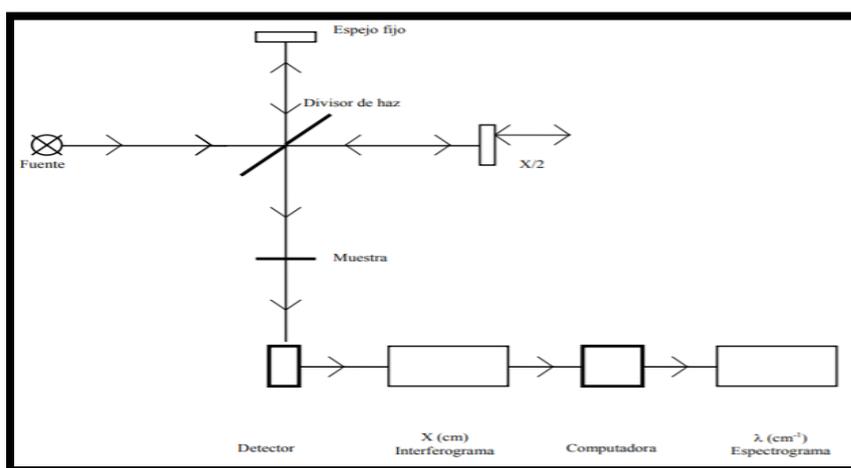


Figura 10. Diagrama simplificado de un espectrómetro por transformación de Fourier
Fuente: Gómez y Murillo (2006)

El ensayo en general consta de tres pasos: a) preparación de la muestra. b) análisis del material en estudio y c) interpretación y análisis de resultados. Antes de la interpretación y análisis de resultados, estos deben ser procesados de tal manera que se estandarice los espectros obtenidos a espectros limpios para un mejor análisis tanto como cualitativo como cuantitativo.

c. Difracción de Rayos X (XRD)

Permite obtener información detallada de la composición cristalina de un material, para el análisis cuantitativo y cualitativo de la fase cristalina, a través de difractogramas, en donde se analiza el espectro XRD, (Navatta y Méndez, 2013; Aparicio y Arizaga, 2010).

En la figura 11, se observa el principio de la técnica, la cual esta explicada en la captación mediante sensores, de los rayos X difractados por el material de estudio al ser expuesto a dicha radiación a una intensidad y longitud conocida, construyéndose de esta manera, los difractogramas, en donde se analiza el espectro XRD, obteniendo información como la determinación de la estructura cristalina e incluso determinar el tamaño promedio de la nanocelulosa cristalina presente en el material y el grado de cristalinidad mediante la ley de Bragg. (Navatta y Méndez, 2013).

La ley de Bragg menciona que cuando una radiación electromagnética (como los rayos X) incide sobre un plano cristalino u ordenado, se difractada con el mismo ángulo con el que incide, además de conservar la longitud de onda e intensidad de energía con la que fue emitida (Rigaku, 2006); de esta manera se generan los vectores, los cuales se replicarán de manera paralela a una distancia correspondiente a la siguiente región ordenada de la misma estructura en estudio, a lo que se le conoce como la distancia entre planos cristalinos. Finalmente, por procesamiento matemático mediante el uso de un software especializado, se construye la estructura cristalina de la muestra en estudio.

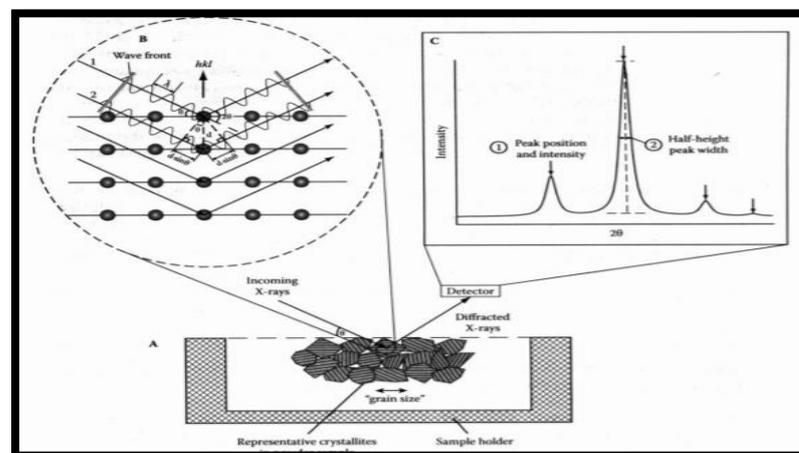


Figura 11. Diagrama del principio de difracción de rayos X y la formación de difractogramas
Fuente: Navatta (2013)

d. Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico es considerado como una técnica empleada para el análisis de las reacciones de los constituyentes bajo parámetros de descomposición. El principio de la técnica, se representa en la figura 12, que consiste en el registro de la variación de peso de la materia en estudio cuando es expuesta a condiciones de temperaturas altas, bajo parámetros controlados de velocidad de calentamiento y en diferentes atmosferas de reacción, construyendo de esta manera las curvas de análisis termogravimétrico (Manals; Penedo & Giralt.; 2011).

Mediante las curvas termogravimétricas se visualiza la pérdida de masa con respecto al aumento de temperatura, observándose la temperatura inicial y final en la que un polímero está empezando y terminando de degradarse, respectivamente. Además, mediante el cálculo de la primera derivada (dm/dT) de los termogramas, es posible determinar la temperatura de máxima velocidad de descomposición del material en estudio (Benavides *et al*, 2010).

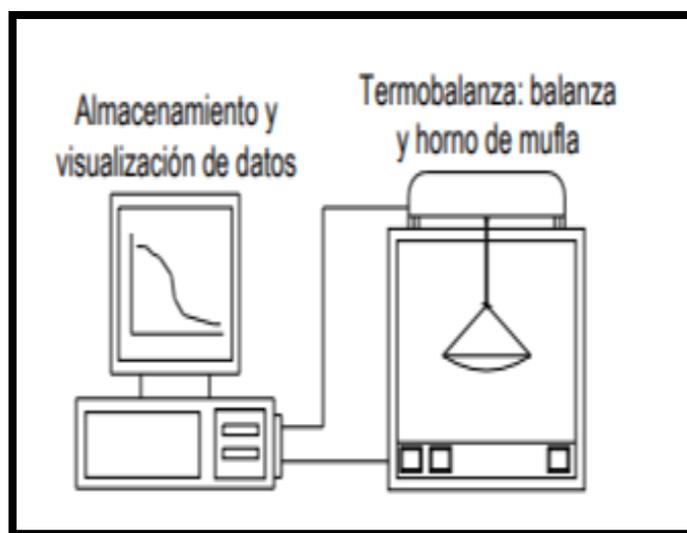


Figura 12. Representación básica del equipo TGA
Fuente: Revista DYNA (2008)

e. Espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis)

Se utiliza para el análisis cuantitativo y cualitativo para la determinación estructural de materiales, permitiéndose saber la capacidad de absorción y transmisión de radiación de un material (Del Mar, 2011). La misma autora (Del Mar) explica el principio de la técnica, que

se basa en la irradiación electromagnética en un material transparente y el material estudiado absorbe energía de la radiación a través de los átomos o moléculas que la conforman. El resto de la energía no absorbida se refleja y es captada por sensores, permitiendo la construcción de espectrogramas. (Ver figura13)

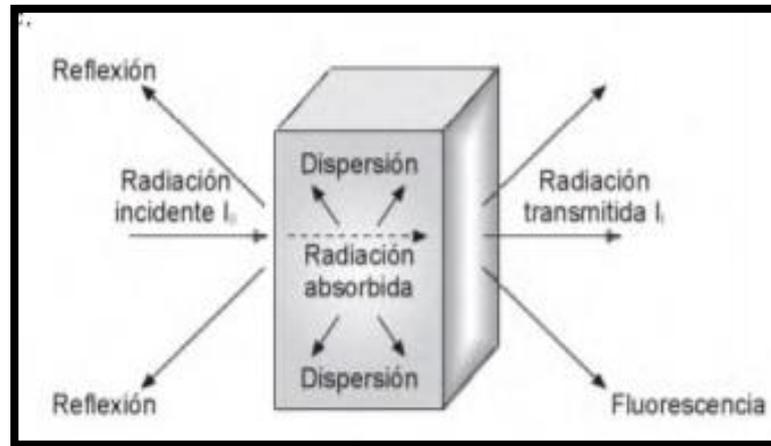


Figura 13. Interacción de la radiación y la materia
Fuente: Faraldos y Goberna (2011)

La figura 14 contiene ejemplos de ensayos de caracterización descritos anteriormente, dichas imágenes son representativas de algunas investigaciones relacionadas al tema de la nanocelulosa.

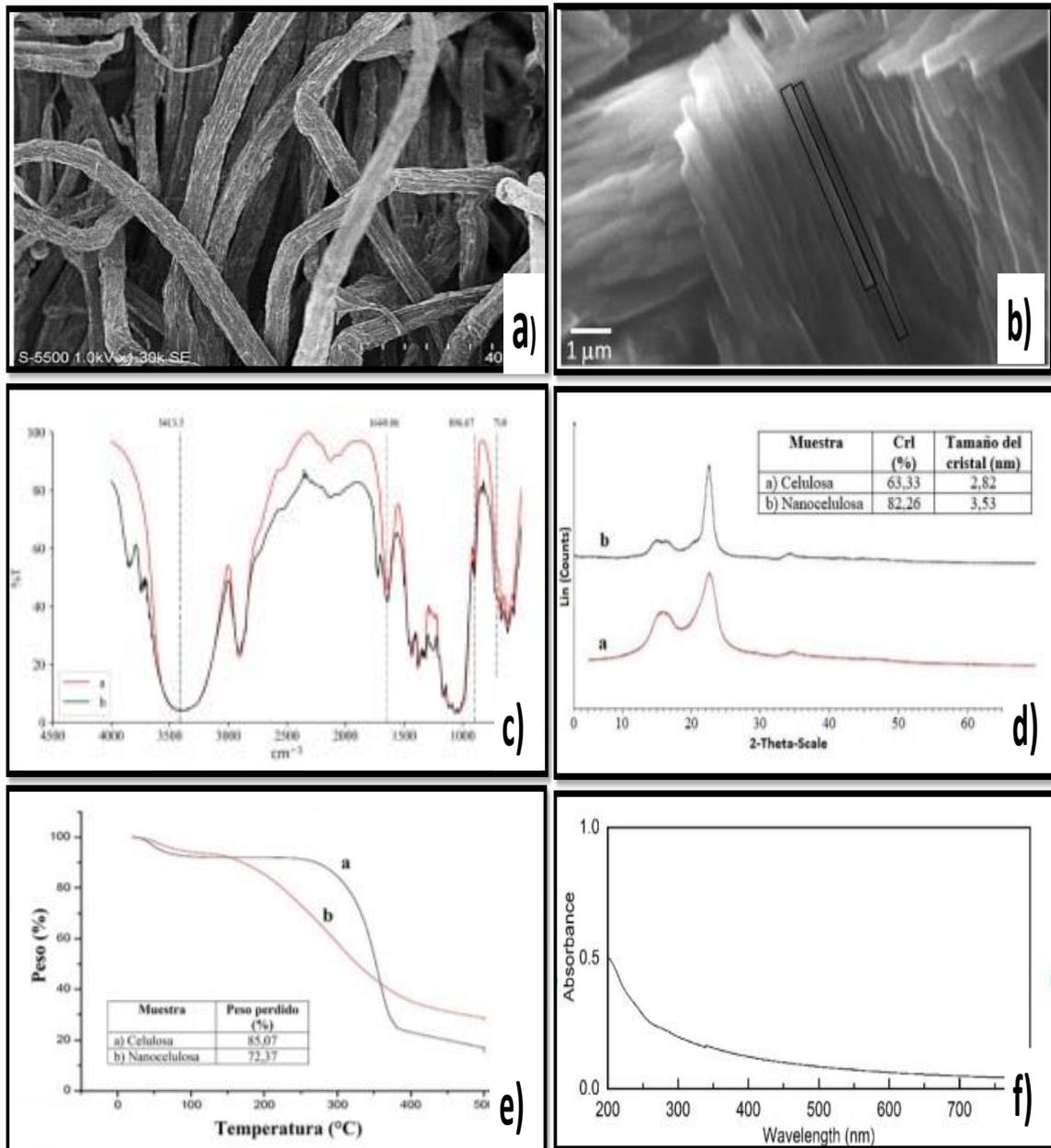


Figura 14. Imágenes y Espectros de caracterización de nanocelulosa

- Micrografía electrónica de barrido de nanofibras de tulle. Fuente: Pulido *et al.*, 2016
- Micrografía electrónica de barrido de microfibras de Tara. Fuente: Ponce *et al.* (2020)
- Espectro FTIR de pulpa celulósica y NCC de puntas de abacá pulpa. Fuente: Herrera, Sinche y Bonilla (2019)
- Espectro XRD de pulpa celulósica y NCC de puntas de abacá. Fuente: Herrera, Sinche y Bonilla (2019)
- Termograma TGA de pulpa celulósica y NCC de puntas de abacá. Herrera, Sinche y Bonilla (2019)
- Espectro UV-visible de nanocelulosa de cáñamo. Fuente: Dalle *et al.* (2021)

2.2.5. Propiedades y aplicaciones de la nanocelulosa

La nanocelulosa es un material biodegradable, sustentable e innovador con propiedades atributivas, como por ejemplo poseer características mecánicas altas, baja densidad, propiedades dieléctricas, posibilidad de modificación química, estabilidad dimensional, estabilidad térmica, entre otras (Tarrés, 2017; Delgado, 2019; Herrera, 2018). Por estas bondades, la nanocelulosa es un material básico usado en diferentes industrias como se muestra en la tabla 2.

Tabla 2: Aplicaciones de la nanocelulosa

Campo	Aplicación	Fuente
Construcción/polímeros	Como material de refuerzo.	Lee <i>et al.</i> (2012)
Industria del papel	Aumentan las propiedades del papel, como la flexibilidad y durabilidad.	Borja (2018)
Cosmética	Estabilizador de emulsiones para la creación de cremas, tónicos, entre otros.	
Biomedicina	Elaboración de fármacos, producción de tejidos, agentes antibacterianos.	Tarrés (2017)
Industria alimentaria	Aditivos alimenticios como emulsificantes, elaboración de envolturas con propiedades antimicrobiana.	Herrera (2019)

A continuación, la tabla 3 se muestran las características estándar que debe tener la nanocelulosa para ser considerada como material de refuerzo.

Tabla 3: Características estándar de NCF de diferentes fuentes

Morfología y estructura		Propiedades Físicas y térmicas		Propiedades mecánicas	
Diámetro (nm)	2 - 60	Índice de cristalinidad (IC)	84 - 89 %	Resistencia a la tracción (MPa)	2-2000
Longitud (µm)	> 2	Grado de polimerización (GP)	300-10000		
L/D	> 200	Porosidad	microporos/nanoporos	Módulo de Young (GPa)	13-180
Estructura	Nanofibras entrelazadas	Rango de temperatura de degradación (°C)	290 - 375		

Fuente: Adaptado de Campano *et al.* (2016)

2.3. Descripción de la *Guazuma crinita*

2.3.1. Clasificación Taxonómica

En la tabla 4 se muestra la clasificación jerárquica y sistemática de la especie en estudio.

Tabla 4: Taxonomía de *Guazuma crinita*

Reino	VEGETAL
División	MAGNOLIOPHYTA
Sub división	ANGIOSPERMA
Clase	MAGNOLIOPSIDA
Sub Clase	DIAPÉTALAS
Orden	Malvales
Familia	Malvaceae
Genero	Guazuma spp.
Especie	<i>Guazuma crinita</i> C. Martius
Nombre común	Bolaina, Bolaina blanca.

Fuente: Reynel *et al.* (2003)

2.3.2. Características de la madera

La madera es blanda, duradera y fácil de trabajar, se utiliza principalmente para armarios, paredes y cajas y también tiene excelentes propiedades para paneles, carpintería interior, molduras y fósforos (Reynel *et al.*, 2003). En el año 2015, la bolaina estuvo en la lista de las diez especies con mayor producción para madera rolliza, ocupando el lugar número nueve (SERFOR; 2016).

a. Caracterización anatómica

La madera es clasificada de color rosa grisáceo en el sistema CIElab (Chavesta *et al.*, 2022), además se caracteriza por presentar grano recto, sabor y olor no distintivos, brillo y textura medio; los anillos de crecimiento son visibles a simple vista (INIA, 1996). A un nivel microscópico, la madera de bolaina presenta parénquima del tipo apotraqueal, paratraqueal

y difusos en agregados; radios heterogéneos tipo III, presenta poros solitarios o múltiples radiales de 2 a 4 y de 2 a 7 poros/mm², fibras libriformes no estratificadas con diámetro tangencial promedio de 18 μm, pared celular de 3 μm de espesor y longitud entre 484 -830 μm (Piccone, 2019).

b. Caracterización química

En la tabla 5 se observan algunos valores obtenidos de otras investigaciones sobre la composición química de la madera de *Guazuma crinita*.

Tabla 5: Composición química de la madera de *Guazuma Crinita*

Concepto	Unidad	Fuente			
		Malpartida (2010)			Milciades <i>et al.</i> (2019)
Edad de la madera	años	3	4	5	4
Celulosa	%	47,232	48,362	49,029	51,9
Hemicelulosa	%	27,565	25,129	23,068	27,4
Lignina	%	19,388	20,385	21,12	28,6
Extractivos	%	4,281	4,847	5,612	1,8
Cenizas	%	1,534	1,277	1,171	-

2.4. Antecedentes de la investigación con fuentes de materia lignocelulósica

La tabla 6 presenta investigaciones relacionadas a la obtención de nanocelulosa a partir de distintas fuentes lignocelulósicas.

La recopilación de información se basa en la obtención de NCF por diferentes autores bajo distintas metodologías. Además de su caracterización mediante técnicas analíticas que se usaron en la presente investigación.

Tabla 6: Obtención de NC a partir de fuentes lignocelulósicas

Fuente	Tratamiento sobre la pasta celulósica	Tipo de Nanocelulosa obtenido	diámetro (nm)	longitud (nm)	índice de cristalinidad (%)	Angulo de defracción ($2\theta^\circ$)	tamaño de los cristales (nm)	Temperatura de degradación ($^\circ\text{C}$)	Lugar de estudio	Fuente
Tallos de quinua	Químico	Nanocelulosa Cristalina (NCC)	90,5	-	89,5	12° , 19° y 22°	-	-	Perú	Carrillo y Llaiqui (2020)
Fibras de Tara	Mecánico	Nanocelulosa fibrilar (NCF)	300	>1000	77	-	2,6	350	Perú	Ponce <i>et al.</i> (2020)
<i>Eucalyptus saligna</i>	Ultra sonicación térmica	Nanocelulosa fibrilar (NCF)	81	-	-	13° , 18° y $22,7^\circ$	-	310	México	García (2009)
	Emulsión inversa	Nanocelulosa Cristalina (NCC)	38,6	-	-		-			
Aserrín de <i>Pinus patula</i>	Químico (Oxidación Tempo) y posteriormente mecánico	Nanocelulosa Cristalina (NCC)	6,4 a 8,6	80 a 200	-	-	-	-	Argentina	Ehman (2019)
<i>Eucalyptus globulus</i>	Químico (Oxidación Tempo)	Nanocelulosa Cristalina (NCC)	6.5	-	-	-	-	-	Chile	Vásquez (2018)
Tallos de piña	Químico	Nanocelulosa Cristalina (NCC)	2-30	200-300	-	-	-	200	Puerto Rico	Moya <i>et al.</i> (2018)

III. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1.Procedencia de la Materia Prima

La madera de bolaina blanca (*Guazuma crinita*) que se usó en la presente investigación corresponde a diferentes secciones del fuste de tres árboles procedentes de una plantación de tres años y medio, ubicada en el sector Tahuantinsuyo, distrito de Irazola, provincia de Padre Abad, departamento de Ucayali, en zona 18 hemisferio sur, coordenadas UTM X: 473312 y UTM Y: 9027345 a una altura de 252 msnm. (Ver figura 15)

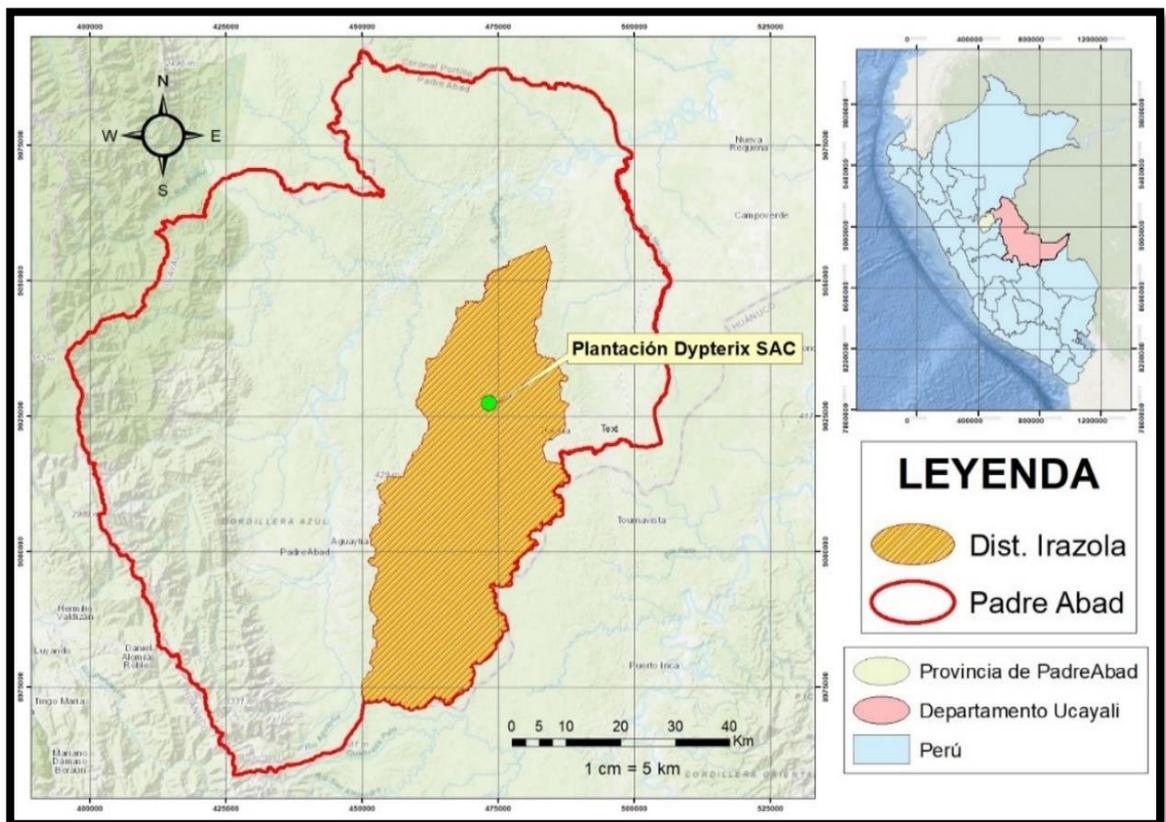


Figura 15. Mapa de Ubicación de la plantación de Bolaina (punto verde) de la empresa Dypterix SAC

En la figura 16, se muestran el estado de las trozas que corresponden a tres diferentes secciones del fuste, descortezas y sin signos de ataque biológico.



Figura 16. Trozas correspondientes a las secciones de interés (Sección: basal, media y alta) del árbol 1

3.2.Lugar de ejecución

La investigación se desarrolló en diferentes lugares. El acondicionamiento de la materia prima, la caracterización química de las fibras de bolaina, elaboración y blanqueamiento de la pulpa química se llevó a cabo en el Laboratorio de Productos Forestales de Transformación Química de la facultad de Ciencias Forestales de la Universidad Nacional Agraria La Molina (UNALM). La elaboración de la Nanocelulosa a partir de la pulpa química fue realizada en el laboratorio de Docimasia de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de Lima. La caracterización de la NCF por técnicas analíticas (SEM, XRD, TGA, FTIR, UV-Vis) fue realizada en instalaciones de la Universidad de Lima (UL) y de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI).

3.3. Materiales, Equipos y Programas a usar

Para la producción y análisis de las nanofibras de celulosa (NCF) se utilizaron los siguientes materiales, equipos y programas:

3.3.1. Materia prima

En la presente investigación se usó un aproximado de 58 kg de madera descortezada de bolaina blanca (*Guazuma crinita*), la madera se oreo cerca de un mes culminando con un contenido de húmeda cerca al 20 por ciento en base húmeda al momento de su uso en la investigación.

3.3.2. Materiales

- Probetas de 500, 100 y 50 mL
- Crisoles de porcelana de 10 mL
- Bolsas de tela
- Baldes de 20 L
- Bolsas de polietileno con autosellado “*ziplock*”
- Papel de filtro rápido
- Vasos de precipitado de 200 mL
- Matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Crisol filtro de vidrio de 10 mL

- Formón
- Martillo estándar

3.3.3. **Reactivos**

Para la obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica:

- Hidróxido de Sodio (NaOH) al 20 por ciento de concentración
- Catalizador (Antraquinona)
- Hipoclorito de Sodio (NaClO)
- Clorito de Sodio (NaClO₂)
- Peróxido de Hidrogeno (H₂O₂)
- Agua desionizada

Para la caracterización química de la especie en estudio y ensayo Kappa:

- Ácido acético concentrado (CH₃COOH)
- Clorito de sodio al 1,5 % (aq)
- Ácido sulfúrico concentrado de 72% (H₂SO₄)
- Agua destilada
- Solución de HCl

- Permanganato de potasio 0.1 N (KMnO_4)
- Tiosulfato de potasio 0.2 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
- Almidón soluble
- Alcohol etílico 96°
- Agua potable (La Molina)

3.3.4. Equipos

Para la obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica:

- Digestor rotatorio de 15 L de capacidad con accesorios
- Centrifugadora de 5L de capacidad
- Balanza electrónica AS 310.R2 - Radwag (0,1 mg de precisión)
- Equipo baño María Memmert de 220 V
- Estufa modelo FD – 260 marca BINDER

Para la obtención, liofilización y caracterización de la NCF:

- Molino planetario de Bolas de la marca Changsha Samy modelo XYQM – 2L, diámetro de base giratoria de 360 mm
- Baño refrigerante de la marca FRYKA modelo KB 18-40 de 230 V

- Fuente de alimentación de 50 Hz
- Liofilizador Christ modelo Alpha 1-2 LDplus de 230 V
- Microscopio electrónico de barrido modelo FESEM Hitachi SU8230
- Espectrofotómetro de infrarrojo de transformación (FTIR) Bruker Alpha II
- Difractómetro de rayos X modelo D8 ADVANCE de la marca Bruker
- Equipo termogravimétrico modelo TGA701-LECO
- Espectrofotómetro UV-Vis modelo Lambda 21, Perkin Elmer

Equipos a usar durante la caracterización química de la especie en estudio y ensayo Kappa

- Equipo extractor Soxhlet
- Mufla
- Balanza analítica OHAUS con legibilidad de 0.0001g
- Estufa modelo FD – 260 marca BINDER
- Bomba de Vacío, Embudo Buchner con malla N° 140 y recipiente “Kitasato”
- Desecador con silicagel
- Equipo baño María Memmert de 220 V

3.3.5. Programas o Softwares

- Software estadístico Minitab 18 para análisis estadístico de los resultados
- Gestor bibliográfico Mendeley para organizar la bibliografía usada en la investigación
- Software OMNIC para la conexión de longitud de onda y el procesamiento de datos del espectrofotómetro
- Software Essential FTIR para el trabajo sobre espectros IR.
- Software ImageJ para la descripción morfológica de las fibras sobre las imágenes SEM

3.4.Procedimiento

La figura 17 representa la secuencia de actividades y procesos que se realizó en la presente investigación.

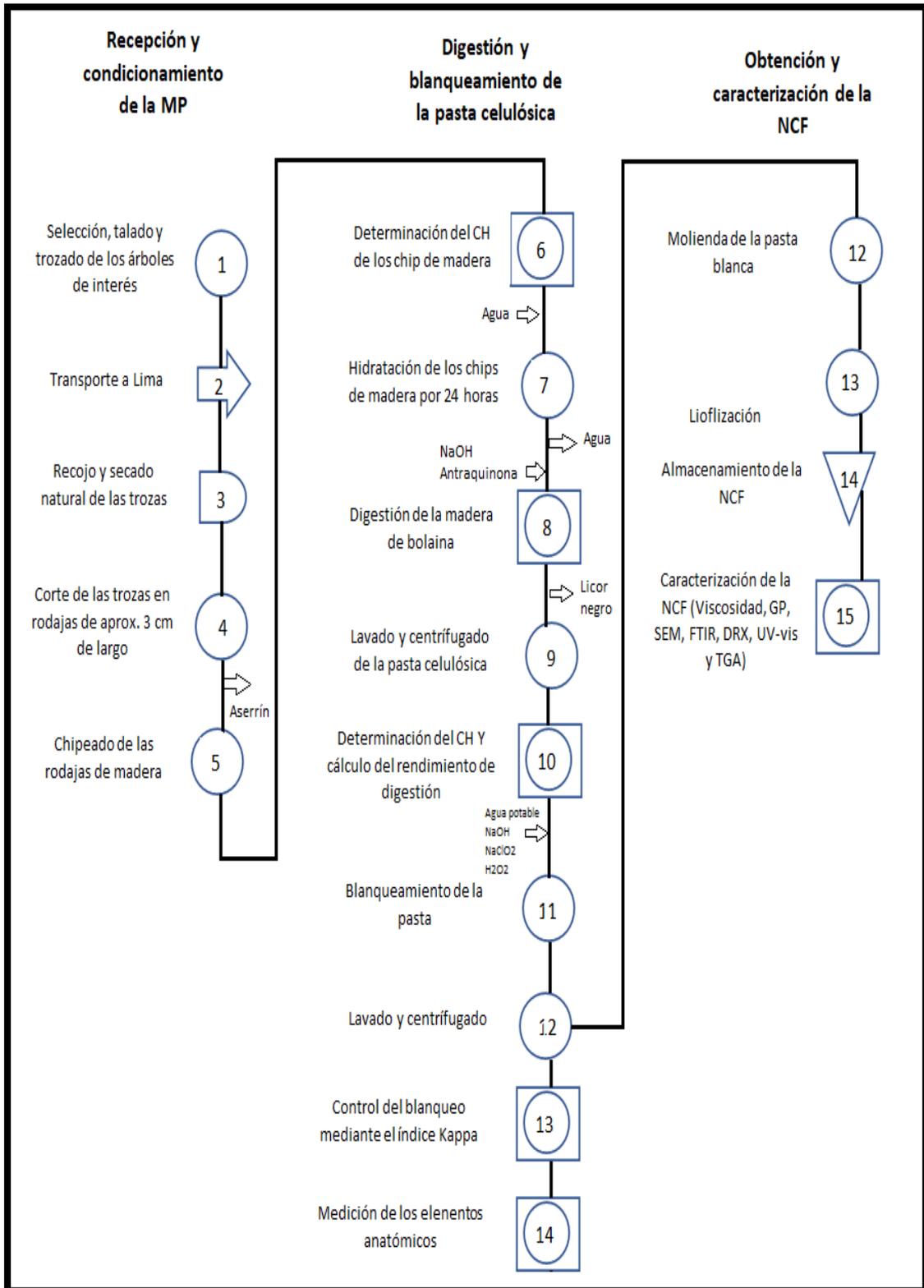


Figura 17. Diagrama de operaciones y procesos general de la investigación

3.4.1. Colección y preparación de la materia prima

Se seleccionaron tres árboles representativos de una plantación de tres años y seis meses de bolaina en Ucayali. Los árboles seleccionados tenían 14,5; 10,5 y 11,5 metros de altura comercial y 18,7; 16,2 y 16,5 centímetros de diámetro a la altura del pecho, respectivamente. Todas sin signos de enfermedades y escogidos al azar. Los árboles seleccionados fueron tumbados, descortezados y seccionados en trozas correspondientes a la zona basal, media y alta de cada individuo; las cuales fueron asignadas dividiendo la altura comercial en tres. Posteriormente las muestras, en secciones fueron codificadas y embaladas para su traslado al laboratorio de la UNALM, Lima.

En el laboratorio, las muestras en secciones, fueron expuestas a un secado natural (Figura 18A); luego con ayuda de una sierra de disco de mesa, se dimensionaron a rodajas de aproximadamente tres centímetros de largo (Figura 18B), en paralelo colectó muestras de aserrín de cada sección, que se desprendía de la operación (Figura 18C) respetando el origen de las muestras. Las rodajas obtenidas fueron codificadas, luego mediante el uso de un formón, se obtuvieron chips de aproximadamente 15 mm de largo y 5 mm de ancho (Figura 18D).



(A) Secado al ambiente, (B) Obtención de rodajas de 3 cm de espesor (C) Recolección de Aserrín y (D) Chips de bolaina blanca

Figura 18. Acondicionamiento y preparación de la materia prima para su uso en la investigación

3.4.2. Caracterización química de la madera de bolaina blanca

La caracterización química fue realizada con el aserrín de la madera de bolaina obtenida previamente. Para esta evaluación, con el aserrín correspondiente a cada zona del fuste, se determinó la constitución química de la madera de las secciones a lo largo del eje longitudinal del árbol. Se empleó la siguiente metodología (Ver figura 19) (Cipra,2020; Césare *et al.*, 2019; Rivera y Uceda, 2014).

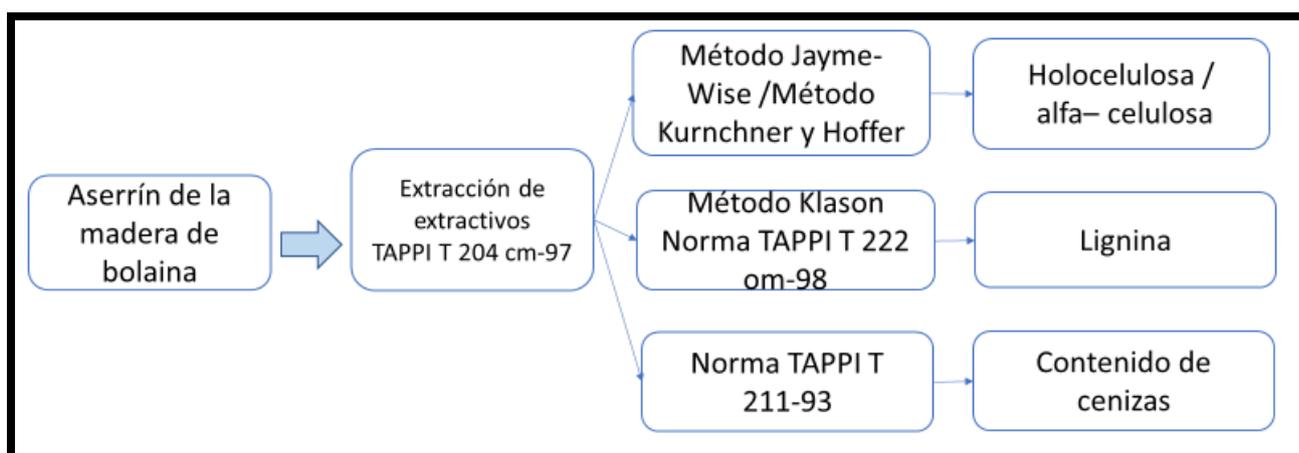


Figura 19. Flujograma de la caracterización química de la madera de bolaina blanca

a. Contenido de extractivos

Se realizó mediante gravimetría, previa extracción con alcohol etílico 96° en un sistema Soxhlet como se establece en la norma TAPPI T 204 cm-97 (1997).

b. Contenido de Holocelulosa y alfa- celulosa

Los contenidos de holocelulosa y celulosa se obtuvieron mediante el método de Jayme-Wise y Kurnchner y Hoffer, respectivamente

c. Contenido de Hemicelulosa

El contenido de Hemicelulosa fue hallado mediante la sustracción de holocelulosa y celulosa.

d. Contenido de Lignina

El contenido de lignina se determinó mediante el método Klason de acuerdo con la norma TAPPI T 222 om-98 (1998).

e. Contenido de Cenizas

El contenido de cenizas se determinó de acuerdo a la norma TAPPI T 211 om-93 (1993)

A continuación en las figuras 20,21,22,23 y 24 se muestran los ensayos realizados para la caracterización química de la madera de bolaina.

La figura 20 muestra el ensayo para extraer los extractivos contenidos en la madera de bolaina, el equipo usado fue un sistema Soxhlet a reflujo constante acompañado de unas estufas para evaporar el solvente.

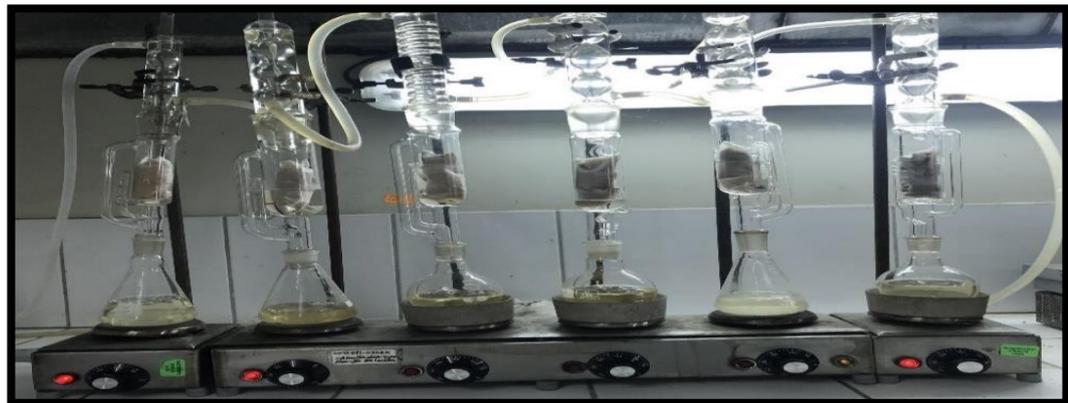


Figura 20. Ensayo de Contenido de extractivo
(A)Ensayo de Holocelulosa (B) Muestras al culminar el ensayo (Holocelulosa)

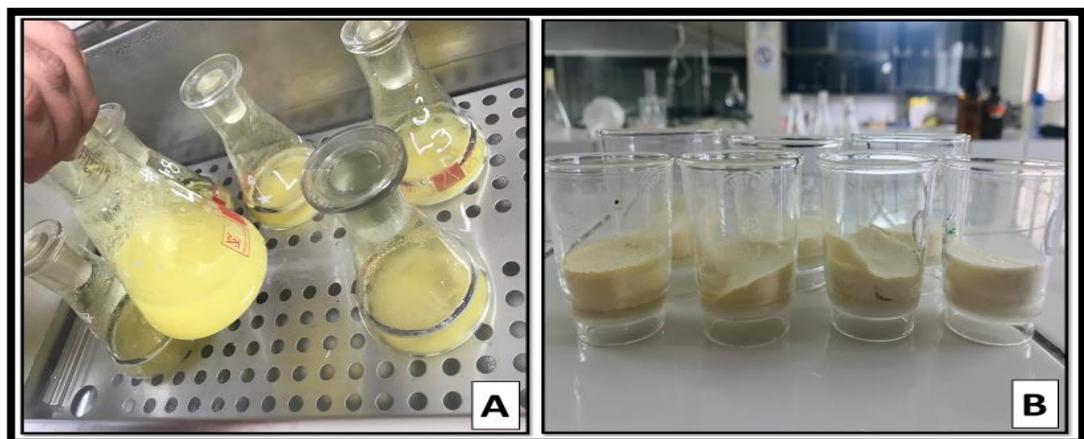
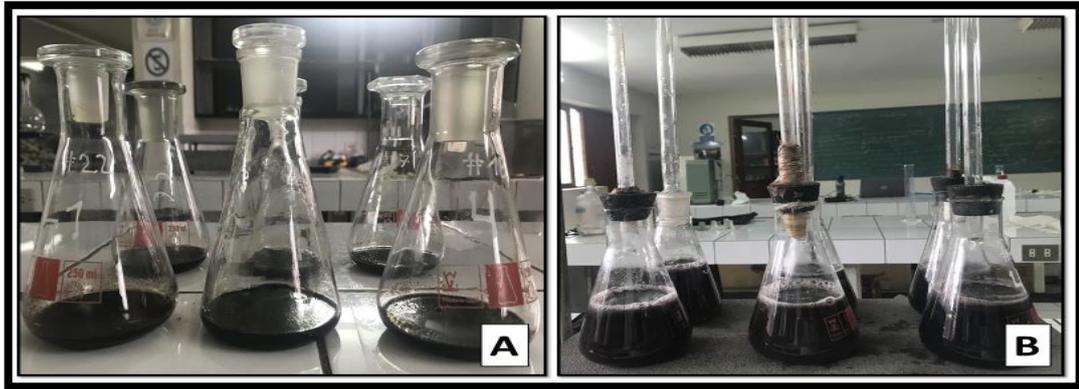
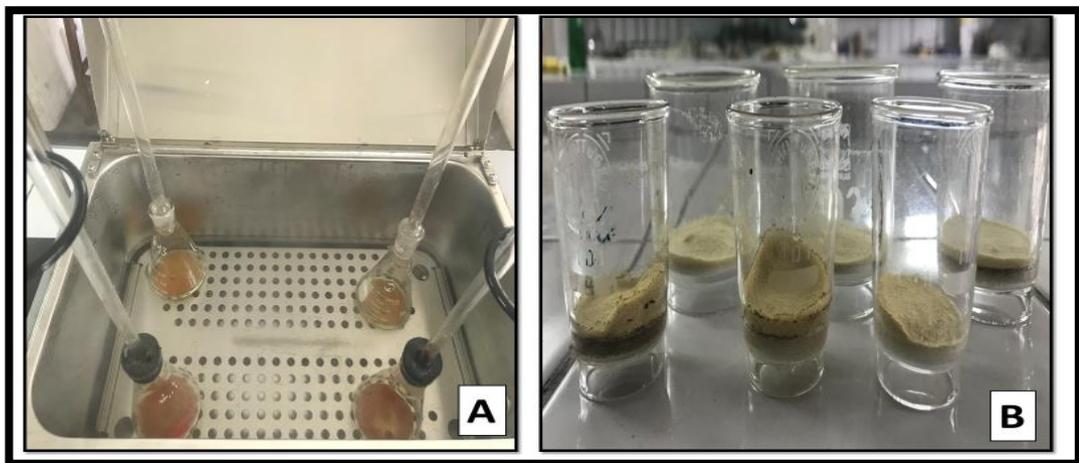


Figura 21. Ensayo de contenido de Holocelulosa



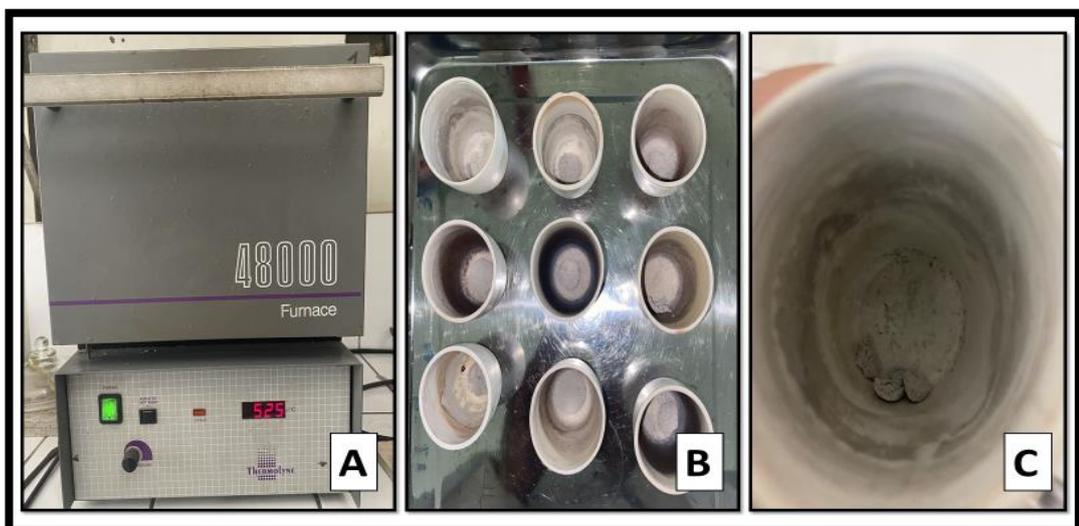
(A) Aserrín expuesto a ácido sulfúrico concentrado y B) Disolución de los carbohidratos bajo temperatura

Figura 22. Ensayo de Contenido de Lignina del presente estudio



(A) Ensayo de contenido de celulosa y B) Celulosa obtenida de las muestras correspondiente a cada sección en estudio

Figura 23. Ensayo de contenido de Celulosa del presente estudio



(A) Equipo Mufla, (B) y (C) Cenizas obtenidas después del ensayo

Figura 24. Ensayo de contenido de cenizas del presente estudio

3.4.3. Obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica

a. Obtención de la pasta celulósica

Antes de la cocción, se humedeció una cantidad equivalente a 150 g masa seca de astillas, tratamiento para cada sección del árbol, durante 24 horas a temperatura ambiente.

El pulpeo se realizó en el digestor rotatorio; a una presión establecida entre 6 a 10 kg/cm², temperatura máxima de 180 ° C, a un tiempo total promedio de 3 horas y un factor H de 1200. En la tabla 7 se mencionan los parámetros usados para la cocción de las muestras de madera de bolaina.

Tabla 7: Condiciones de Cocción de la pasta celulósica de bolaina

Parámetros	Condiciones
Álcali activo (NaOH) (% correspondiente a la masa de madera)	18
Masa seca de madera (g)	150
Relación en peso licor/madera	4:1
Antraquinona (% correspondiente a la masa de madera)	0.1
Factor H	1200

Durante el proceso se controló el tiempo, cada cinco minutos, determinando la velocidad de reacción conforme a la Ecuación de Arrhenius, hasta alcanzar el valor predeterminado del factor H 1200. En la figura 25 se muestra el diagrama de variación de tiempo versus temperatura y velocidad de reacción desarrollado durante los procesos de pulpeo.

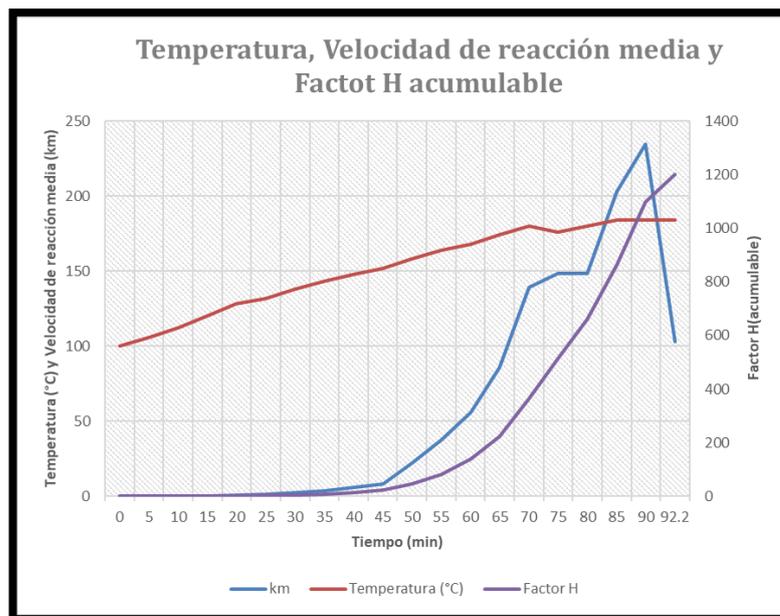


Figura 25. Diagrama de cocción realizada a una de las muestras de madera de bolaina usada.

Al finalizar la cocción, se retiró la pulpa, separando el licor negro colocando el producto en una bolsa de tela con lavadas sucesivas hasta eliminar el licor negro residual. La pulpa, luego fue llevada a una centrifugadora para eliminar el exceso de agua y posteriormente se determinó su contenido de humedad. Luego del centrifugado, se separaron y cuantificaron los incocidos. Al final del proceso se determinó el rendimiento de pulpeo químico, y se evaluó la lignina residual a través del índice de kappa (TAPPI T 236cm-85).

La figura 26 representa gráficamente las actividades relacionadas a la obtención de pasta celulósica a partir de astillas de bolaina.

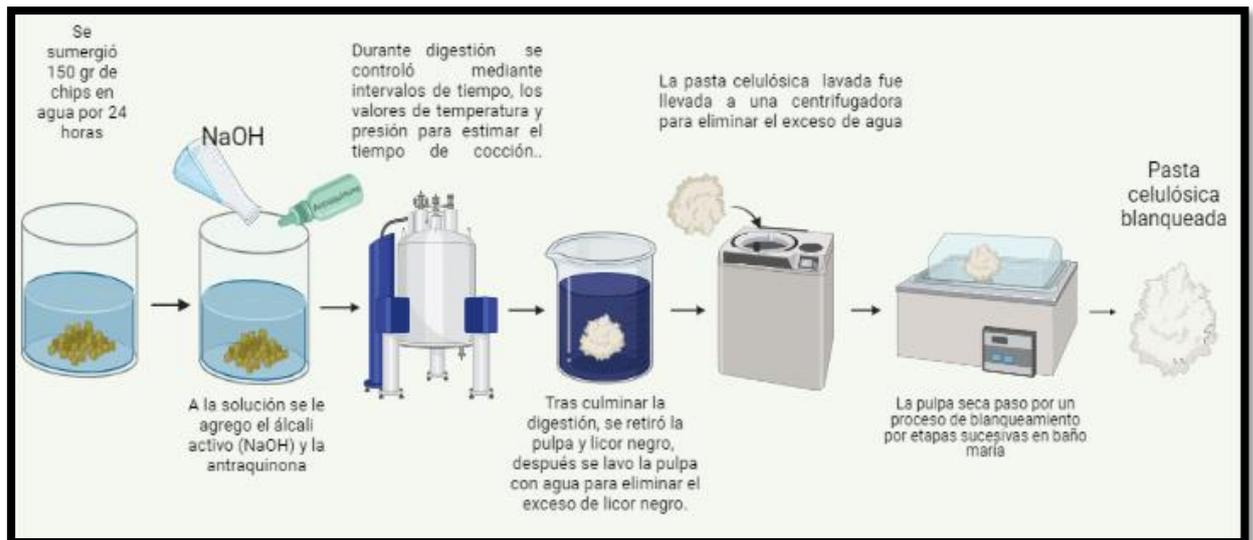


Figura 26. Flujograma de la obtención y blanqueamiento de la pasta celulósica

b. Blanqueamiento de la pasta celulósica

La pasta celulósica fue blanqueada, mediante una secuencia de cuatro etapas:

1. Clorito de Sodio (D): La primera etapa consistió en reaccionar la pulpa con clorito de sodio a un porcentaje del 6 por ciento de su masa seca. Adicionando 10 gotas de ácido acético. La etapa se hizo por duplicado.
2. Hidróxido de sodio (E): Consiste en una extracción alcalina, usando NaOH al 5 por ciento de la masa seca.
3. Hipoclorito de Sodio (H): Principal agente blanqueador usado en un 5 por ciento dado de la masa seca de la pulpa. Durante esta etapa se agrega 1 mL de NaOH al 40 por ciento.
4. Peróxido de hidrogeno (P): Durante la última etapa, se usó H_2O_2 como reactivo, Adicional al reactivo principal, se añade 5 mL de NaOH al 40 por ciento.

El blanqueo de las pulpas se realizó dentro de bolsas de polietileno dentro un baño maría, bajo condiciones establecidas. Al término de cada secuencia se realizó un lavado sobre la pulpa para neutralizar los reactivos usados. En la tabla 8 se detallan los parámetros usados en las diferentes etapas de blanqueamiento.

Tabla 8: Secuencia de blanqueo

SECUENCIA / REACTIVO	D (ClO ₂)	E (NaOH)	H (NaClO)	P (H ₂ O ₂)
N° repeticiones	2	1	1	1
Distribución del blanqueador	6%	5%	20%	2%
Temperatura (°C)	70	70	45	70
Tiempo (minutos)	60	120	150	90
Consistencia (C %)	8	8	8	10
pH	<4	>11	9 a 11	10 a 11

Nota: La distribución del blanqueador corresponde a un porcentaje de la masa seca de la pulpa

La figura 27 muestra las imágenes del proceso de blanqueamiento a la que fue sometida la pulpa química. En la figura 27.A se muestra la pulpa antes del proceso de blanqueamiento, en la imagen 27.B se muestra el proceso de blanqueamiento de la pulpa usando los reactivos en baño maria y finalmente en 27.C se visualiza como queda la pulpa después de culminar el proceso de blanqueamiento,

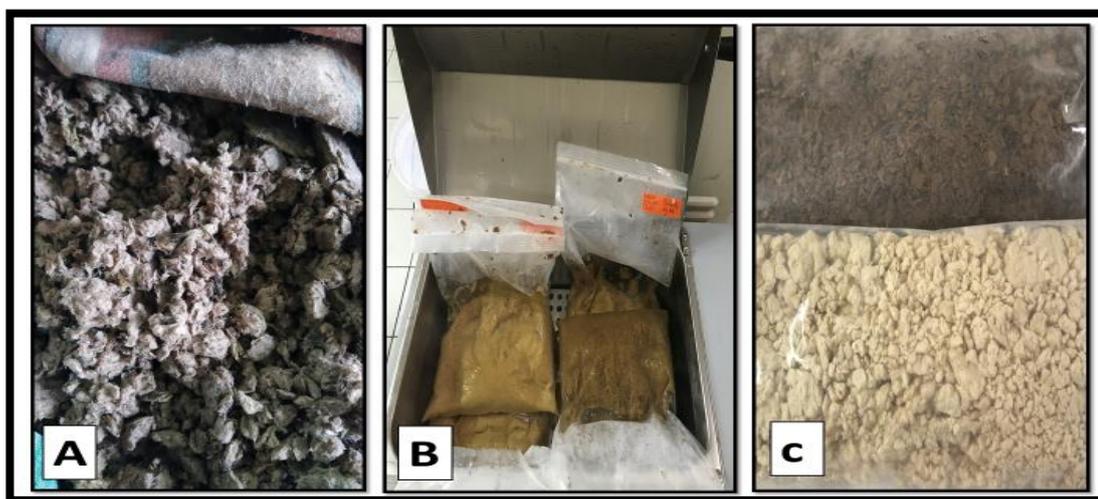


Figura 27. Proceso de blanqueamiento

c. Control del blanqueo

Se realizó la evaluación del blanqueo a través del índice de micro- Kappa siguiendo la Norma TAPPI T 236cm-85.

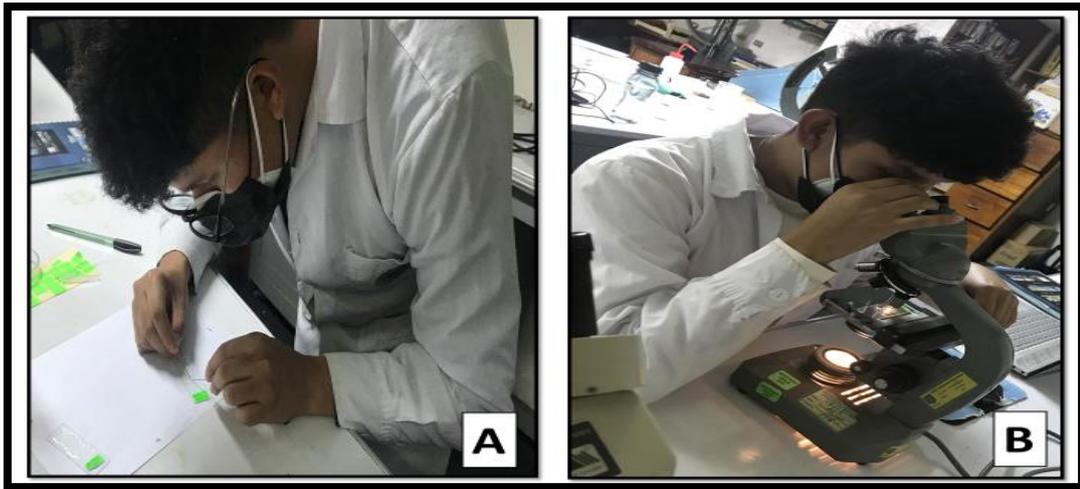
La figura 28 muestra la titulación con la muestra para determinar el índice Kappa después del proceso de blanqueamiento.



Figura 28. Ensayo Kappa para determinar el contenido de lignina residual

3.4.4. Medición de elementos anatómicos de interés en fibras de *Guazuma crinita* Mart.

La caracterización anatómica de las fibras de bolaina blanca se realizó de acuerdo con la norma de procedimientos para estudios de anatomía de la madera (Ibama, 1991). Se realizó la medición de longitud, ancho y espesor de pared de 30 haces fibrosos obtenidos previamente de la pasta celulósica, con un microscopio *LEICA* DM500 con aumentos de 4X, 10X y 40X. La figura 29 muestra la preparación de las placas y la medición de fibras.



(A) Preparación de las placas de vidrio con las fibras a medir y (B) Medición de las fibras de Bolaina blanca

Figura 29. Medición de las fibras de Bolaina

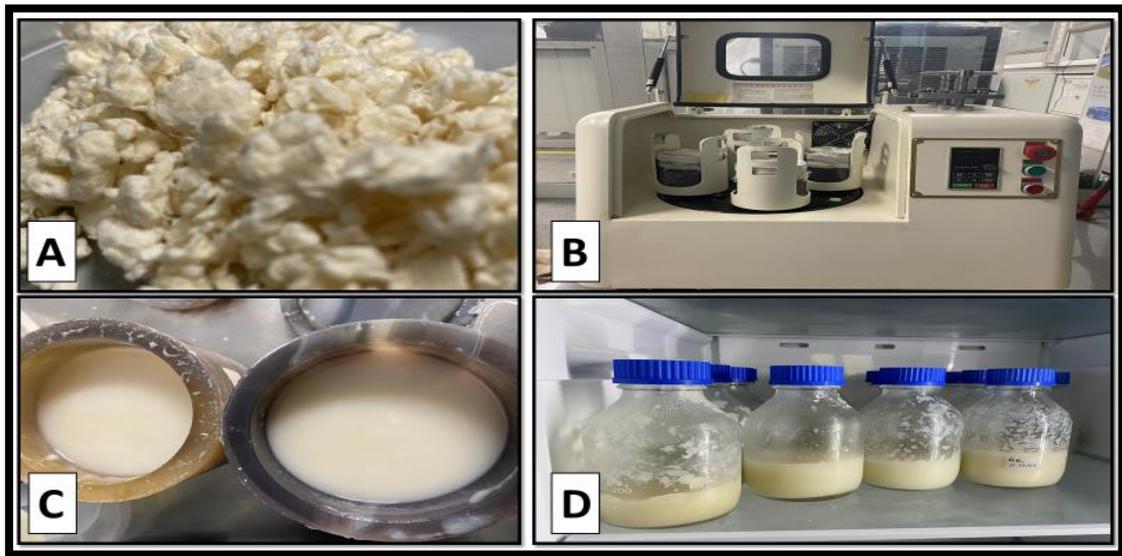
3.4.5. Obtención y liofilización de la NCF

Para la obtención de la NCF, se optó por un proceso mecánico, realizado mediante la desfibrilación usando un molino planetario de bolas.

La molienda se realizó sobre la pulpa blanca obtenida anteriormente, expuesta a una consistencia del uno por ciento en agua, en la figura 30 se observa el procedimiento hasta obtener como producto la NCF y en la tabla 9 se muestran las especificaciones de la operación.

Tabla 9: Especificaciones de molienda

Concentración de la solución pulpa/agua	1%
Velocidad de molienda	300 RPM
Diámetro base giratoria	360 mm
Tiempo total de molienda	3 horas
Fuerza Centrípetra (aprox.)	360 N

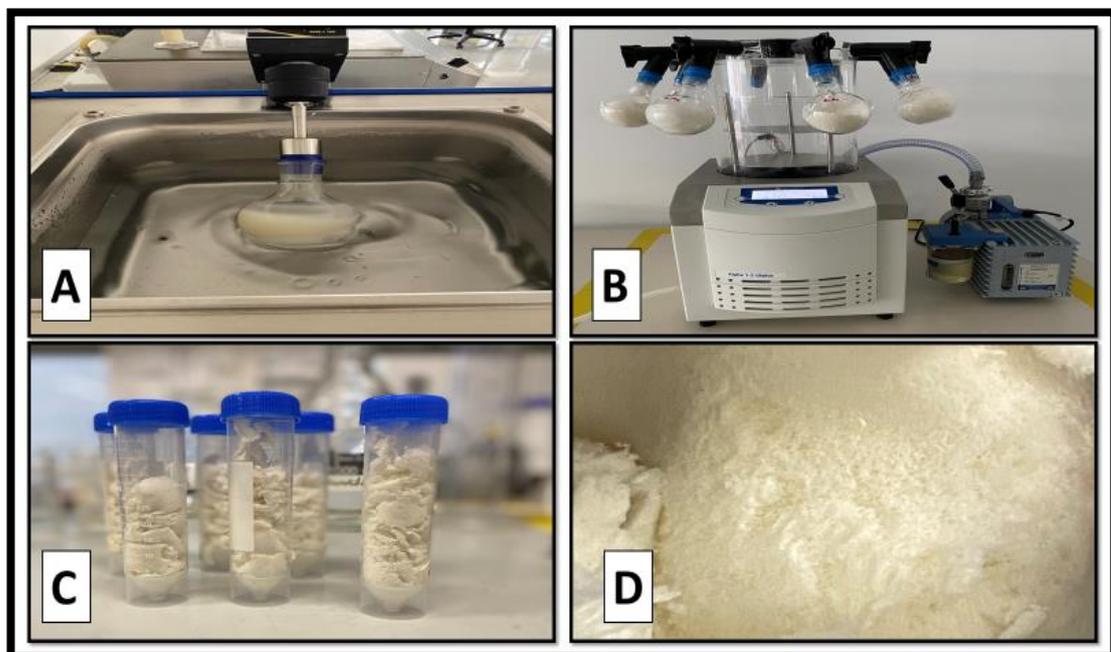


A) pulpa blanca B) Molino de bolas planetario, C) NCF obtenida después de la molienda y D) NCF conservada en refrigerador

Figura 30. Molienda de la pasta blanca de bolaina para la obtención de NCF

La NCF obtenida, después de la molienda fue liofilizada para el cálculo de rendimientos y también realizar su caracterización.

La operación de liofilizado inicia desde el condicionamiento del material por un baño congelante a 233°K , luego se inicia la liofilización con la reducción de la presión absoluta, con una duración de 20 horas a 0.03 mbar. (Ver figura 31)



A) Baño refrigerante B) Equipo liofilizador, C) y D) NCF liofilizada

Figura 31. Liofilización de la NCF de bolaina

3.4.6. Determinación del grado de polimerización (GP) de la NCF

El grado de polimerización fue calculado a partir de la viscosidad intrínseca (η), la cual se determinó por norma TAPPI T230 e ISO 535/1-1981(E). La evaluación se realizó sobre muestras de NCF liofilizada correspondientes a cada sección de interés para la investigación. Se utilizó un viscosímetro capilar (Ubbelohde).

Procedimiento (Ver figura 33):

- Se pesaron 0,05, 0,10, 0,15 y 0,20 g de NCF liofilizada correspondiente a cada sección evaluada, luego, en cada caso se dispersó con 25 mL de agua destilada y 25 mL de cuprietilamina 1M a 25°C por 30 minutos.
- Se extrajo 20 mL de la dispersión (NCF, agua y cuprietilamina) y se depositó en el viscosímetro; con la ayuda de una bombilla de succión se llevó el fluido a la marca superior del capilar del viscosímetro y se registró el tiempo de desplazamiento del fluido hasta alcanzar la marca final del capilar, se tomaron cuatro valores de tiempo de desplazamiento, además del tiempo de la dispersión sin haberse añadido NCF.

Posteriormente se calcularon los valores de viscosidad relativa ($V_{rel.}$), v. específica ($V_{esp.}$) y v. reducida ($V_{red.}$) para cada concentración:

$$\begin{aligned} V_{(rel.)} &= \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0} \\ V_{(esp.)} &= \frac{t - t_0}{t_0} = \frac{t}{t_0} - 1 \\ V_{(red.)} \left(\frac{mL}{g} \right) &= \frac{V_{(esp.)}}{C} \end{aligned}$$

Donde:

η : Viscosidad dinámica de la dispersión con NCF

η_0 : Viscosidad dinámica de la dispersión sin NCF

t: Tiempo en que se demora en fluir por el capilar la solución con NCF

t_0 : Tiempo en que se demora en fluir por el capilar la solución sin NCF

C: Concentración de pasta seca en dispersión

La viscosidad intrínseca (η) determinada es la viscosidad límite, es decir, viscosidad extrapolada a dilución infinita (figura 32) donde la concentración es igual a 0.

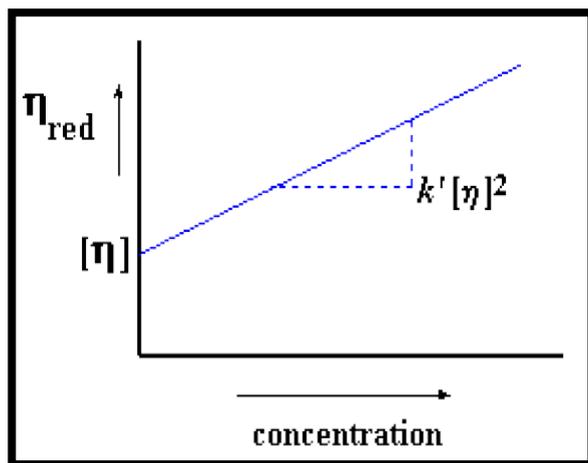


Figura 32. Viscosidad Reducida (η RED) vs Conc. Solución
Fuente: Ehman (2019)

Para calcular el grado de polimerización a partir de la viscosidad intrínseca se utilizó la formula desarrollada por Marx Figini (1962).

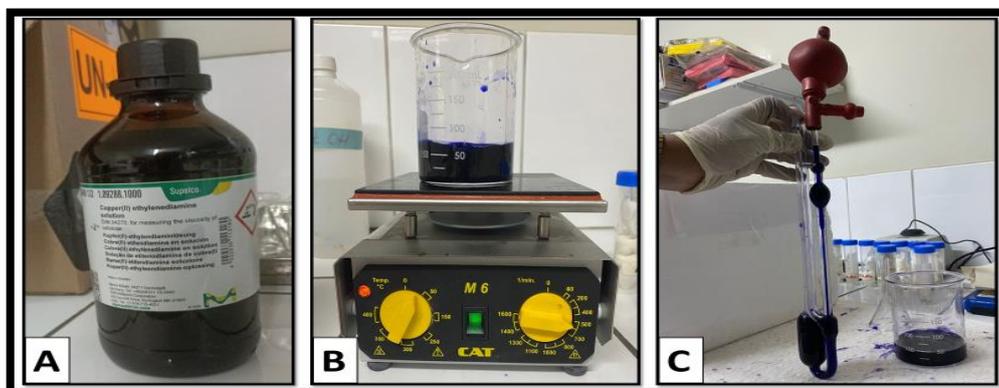
$$[\eta] = K * DP^a$$

Donde η es la viscosidad intrínseca, DP es el gado de polimerización y los valores “K” y “a” son constantes que dependen del polímero y del solvente (Ver tabla 10)

Tabla 10: Ecuación para determinar GP

Ecuación	Rango DP
$[\eta] = 2.29 * DP^{0.76}$	DP > 1000
$[\eta] = 0.42 * DP$	DP < 1000

Fuente: Marx -Figini (1995)



A) Reactivo Cuprietilamina 1M, B) Solución de Cuprietilamina, agua y NCF en agitación a 25 °C y C) Ensayo de viscosidad mediante uso de viscosímetro capilar

Figura 33. Ensayo para determinar GP mediante viscosidad Intrínseca

3.4.7. Caracterización de la NCF

- Microscopía electrónica de barrido

El análisis morfológico de la NCF se realizó por Microscopía electrónica de barrido (SEM), el equipo utilizado fue el ZEISS EVO MA10. Las muestras se secaron a una temperatura de 50 °C durante 24 horas, posteriormente se regularán las tensiones del acelerador del equipo para analizarlas.

Una vez obtenidas las imágenes, éstas fueron procesadas mediante el software *ImageJ* para determinar el tamaño del diámetro sobre las fibras. Las fibras evaluadas corresponden a las visibles y sin defectos de resolución.

- Espectroscopia infrarroja de transformación de Fourier

Para el análisis de las vibraciones moleculares de las muestras de NCF, se usó un espectrómetro de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR). El equipo fue usado mediante el método de reflexión total atenuada (ATR) con escaneos sucesivos sobre la muestra a una resolución de 4 cm⁻¹ con longitudes de onda en el rango de 400 a 4000 cm⁻¹. Una vez obtenidos los espectros de las muestras de nanocelulosa, se procedió al procesamiento de estos usando el software *Essential FTIR* como se observa en la figura 34; se eliminaron los efectos de interferencia (dispersión de luz, ruido y variaciones de la longitud de trayectoria), además se realizó el suavizado, variación normal estándar, corrección de dispersión multiplicativa y corrección de línea recta.

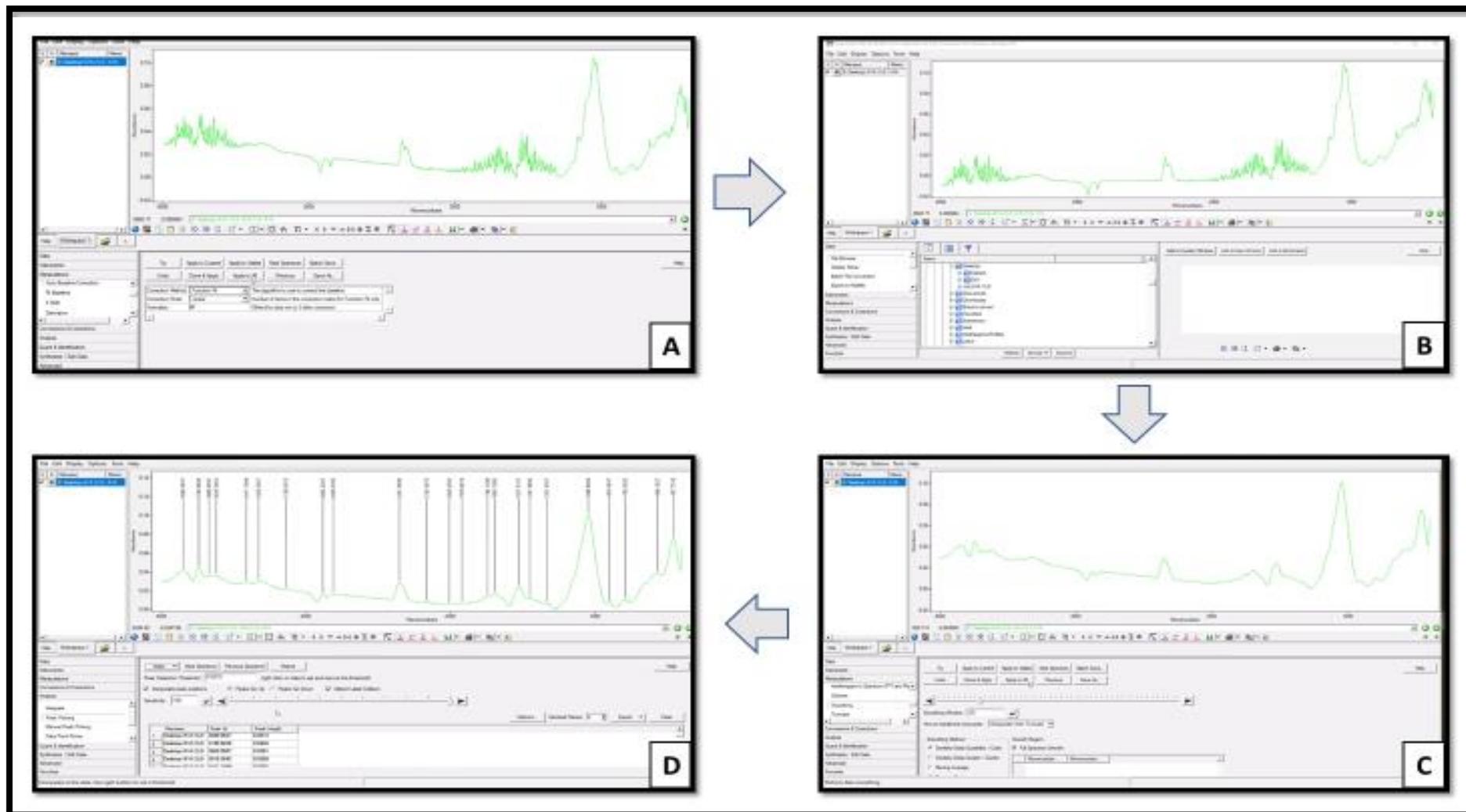


Figura 34. Procesamiento de los Espectros IR de NCF de bolaina
 A) Espectro Crudo; B) Espectro llevado a línea base; C) Espectro suavizado y corregido y D) Espectro con asignatura de picos de absorción

- Difracción de rayos X

Se usó el equipo difractómetro de rayos X Bruker D8 ADVANCE; el equipo fue calibrado con las propias muestras. La emisión de la radiación X fue emitida a una longitud de onda igual a 1,5406 Å. En los parámetros del análisis, el ángulo de Bragg se barrió en el rango $6^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ con un intervalo de 0,01°. La corriente de cátodo y el voltaje fueron de 20 mA y 40 kV respectivamente.

Las reflexiones máximas y mínimas para cada muestra analizada que se muestran en la data del software propio del equipo, se usaron para determinar el porcentaje de cristalinidad a través del método de Segal (Segal *et al.*,1959):

$$IC = \left(1 - \frac{I_{18}}{I_{22.6}}\right) \times 100$$

Dónde:

I18 e I22,6 son las magnitudes correspondientes al diagrama de difracción para los ángulos $2\theta = 18^\circ$ y $2\theta = 22,6^\circ$, correspondientes a los planos de reflexión (110) y (200), respectivamente.

Por otro lado, se determinó el tamaño promedio de los cristales de celulosa mediante la ecuación de *Scherrer* (1918), hallada en el plano de reflexión máximo la cual corresponde a 200 ($2\theta = 22,6$).

$$D = \frac{0,94 \lambda}{b \cos \theta}$$

Donde:

0,94 es el valor de la constante de *Scherrer* correspondiente a la simetría y forma de los cristales de la celulosa

λ es la longitud de onda de los rayos X el cual tiene un valor de 1,5406 Å

b es la anchura a media altura del pico (en radianes) el cuál es hallado mediante el software con el que se trabaja.

- Análisis termogravimétrico

El análisis termogravimétrico de la NCF se realizó con el equipo TGA 70–LECO según la norma ASTM D7582; se usó NCF obtenida de las secciones estudiadas, con tres repeticiones. Las muestras de NCF liofilizada fue de 1 g. La muestra se colocó en crisoles de aluminio, y sometidas al análisis con temperaturas en el rango de 25 a 900 °C, a una tasa de crecimiento de 10 °C min⁻¹.

Mediante el software del equipo se registraron pérdidas de masa conforme aumento la temperatura, que se muestran en el termograma de cada muestra.

- Espectroscopia ultravioleta-visible

Se utilizó espectroscopia ultravioleta visible (UV-Vis) para determinar la capacidad de adsorción de la NCF sobre tinte de azul de metileno. Las mediciones se realizaron en un espectrofotómetro UV-Vis modelo Lambda 21, Perkin Elmer. La NCF liofilizada fueron analizadas a dos concentraciones de azul de metileno: 10 ppm y 20 ppm. En cada caso, se tomó una muestra de 15 mL de la solución y se depositó en un tubete del mismo volumen por duplicado. La muestra fue centrifugada por 30 minutos, para sedimentar las partículas de NCF. La fracción líquida, sin sedimento, se llevó a lectura en el espectrofotómetro; también se tomó lecturas en blanco.

Con los datos obtenidos se elaboraron los gráficos de isotermas.

3.4.8. **Diseño experimental**

El diseño del experimento corresponde a los resultados de los diferentes experimentos con respecto a la variable de interés, posición longitudinal de la madera del fuste de tres árboles de bolaina, procedente de la región Ucayali; los niveles de la variable son los siguientes:

- Sección apical
- Sección Media
- Sección basal

De acuerdo a la variable del diseño sección del fuste, se realizó el experimento con el análisis sobre la materia prima en tres etapas: como madera, como pulpa química y como nanocelulosa (NCF). Las evaluaciones realizadas (variables dependientes) corresponden a cada etapa de la materia prima, desde madera hasta nanocelulosa.

En la tabla 11, se observan las características que se evaluaron para analizarse estadísticamente.

Tabla 11: Características evaluadas para cada variable

Materia prima	Característica	Unidades	Nivel longitudinal del Fuste		
			Sección Alta	Sección Media	Sección Baja
Nanocelulosa fibrilar (NFC)	Grado de polimerización	S/M	4	4	4
	Longitud de fibras	micrómetros (um)	> 40	> 40	>40
	Diámetro de fibras	Nanómetros (nm)	> 40	> 40	> 40
	Índice de cristalinidad de las fibras	Porcentaje (%)	1	1	1
	Tamaño promedio de los cristales presentes en las fibras	Nanómetros (nm)	1	1	1
	Termoestabilidad (*)	Grados Celsius (°C)	3	3	3
	Material Volátil (*)	Porcentaje (%)	3	3	3
	Remoción de azul de metileno (2 diferentes concentraciones)	Porcentaje (%)	2	2	2
Pulpa blanqueada	Longitud de fibras	micrómetros (um)	30	30	30
	Diámetro de fibras	micrómetros (um)	30	30	30
	Rendimiento del proceso	Porcentaje (%)	4	4	4
Pulpa Química	Rendimiento del proceso	Porcentaje (%)	4	4	4
Madera de bolaina blanca	Contenido de alfa -Celulosa	Porcentaje (%)	3	3	3
	Contenido de Hemicelulosa	Porcentaje (%)	3	3	3
	Contenido de Lignina	Porcentaje (%)	3	3	3
	Contenido de extractivos	Porcentaje (%)	3	3	3
	Contenido de ceniza	Porcentaje (%)	3	3	3

Nota: Los números corresponden a las repeticiones realizadas por característica evaluada, todo por triplicado para cada árbol en estudio, salvo para la NFC en el cual los ensayos se realizaron exclusivamente para el árbol 1 a excepción de los que contengan el (*)

En el desarrollo de la presente investigación se plantearon las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula (H_0): La NCF proveniente de bolaina blanca (*Guazuma crinita*) no presenta diferencias en sus características entre los tres niveles de sección del fuste longitudinal.

Hipótesis alterna (H_1): La NCF proveniente de bolaina blanca (*Guazuma crinita*) presenta diferencias en sus características entre los tres niveles de sección del fuste longitudinal.

El análisis de datos se realizó con una variable con tres niveles diferentes; mediante la comparación de medias. Ver tabla 12.

Tabla 12: Análisis de resultados de los diferentes experimentos realizados en la investigación

Variable	Altura longitudinal del fuste
Niveles	Sección Basal Sección Media Sección Apical
Comparación de resultados a través de medias para cada característica por nivel	$H_0: \mu_A = \mu_M = \mu_B$ $H_1: \mu_A \neq \mu_M \neq \mu_B$

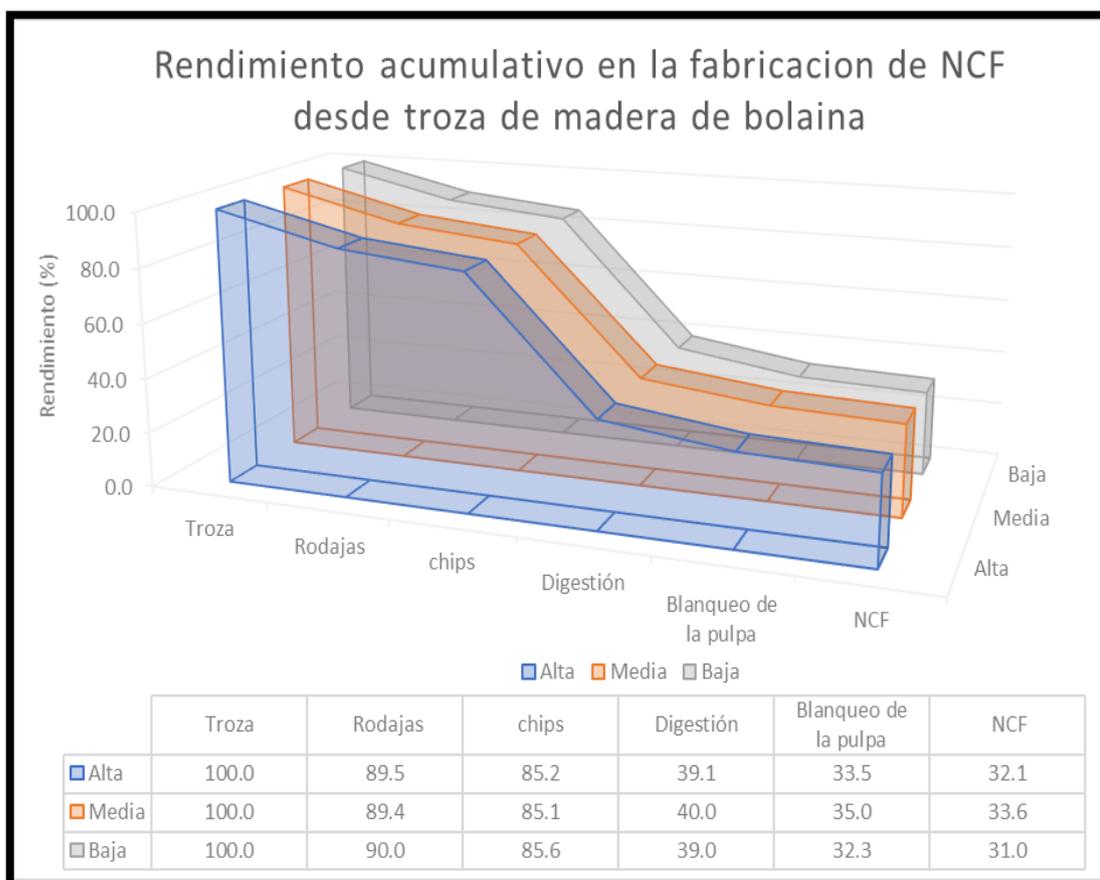
Previa evaluación del cumplimiento de supuestos homogeneidad de varianza y distribución normal, se evaluó el efecto de la posición axial a través del análisis de varianza (ANOVA), en caso de significancia se realizó la prueba Tukey a un nivel de confianza del 95%.

Por otro lado, resultados que se adapten a un modelo no paramétrico, fueron evaluados mediante la prueba Kruskal – Wallis, en caso de significancia se la realizó la prueba Mann-Whitney a un nivel de confianza del 95%.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Rendimientos de los procesos hasta la obtención de NCF

En la presente investigación se obtuvo nanocelulosa fibrilar a partir de madera descortezada proveniente de diferentes alturas del fuste del árbol de bolaina; la variación grafica de los valores de los rendimientos acumulados se muestra en la figura 35. Los resultados corresponden a las diferentes etapas de transformación desde madera hasta nanocelulosa fibrilar. Los rendimientos para cada etapa de transformación, son valores promedios obtenidos. La sección apical, media y basal obtuvieron rendimientos de 32,1; 33,6 y 31,0 por ciento; respectivamente.



Nota: Los rendimientos para cada operación/proceso son promedios de resultados obtenidos de tres árboles diferentes para cada sección en estudio.

Figura 35. Rendimiento acumulativo en la obtención de NCF desde troza de madera de bolaina

Las operaciones que corresponden a la obtención de trozas, rodajas y chips, están involucradas en lo que es el acondicionamiento de la materia para su uso posterior en procesos químicos. Durante estas operaciones se perdió aproximadamente el 15 por ciento de masa inicial.

A partir del acondicionamiento de la materia, se continuó con la segunda etapa que corresponde a los procesos de transformación química. El primero fue la digestión con un rendimiento del proceso del 45 por ciento y en valor acumulado del 40 por ciento. En el segundo proceso, blanqueamiento de la pasta celulósica, se tuvo un rendimiento del 85 por ciento y un rendimiento acumulativo del 33 por ciento. La pérdida de masa del proceso corresponde a la disolución de la lignina remanente que no fue removido del proceso anterior, además de carbohidratos que se hidrolizaron por los parámetros usados.

Por último, el tratamiento final fue la molienda de la pasta blanca, se realizó en un molino planetario de bolas, siendo el producto final la nanocelulosa fibrilar (NCF) en solución a una consistencia del 1,5 por ciento, el rendimiento fue calculado a partir de liofilización de la solución para obtener NCF seca y realizar el balance de masas. El rendimiento del proceso fue del 96 % aproximadamente y el rendimiento acumulativo final fue de 32 por ciento.

4.2. Caracterización de la composición química total de la madera de bolaina blanca

4.2.1. Caracterización química de los componentes estructurales de la madera de bolaina

En la tabla 13 se muestran los resultados generales de la caracterización química de los componentes estructurales de la madera de bolaina de tres años y medio de edad. Los resultados no mostraron diferencias significativas para el contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina a lo largo del eje longitudinal del fuste a tres alturas diferentes: sección apical, media y baja.

Tabla 13: Componentes macromoleculares de la madera de Bolaina

	S. Alta	S. Media	S. Baja	Prueba estadística
C. Celulosa	53,30(n.s.)	52,67(n.s.)	52,54(n.s.)	ANOVA
C. Hemicelulosa	24,18(n.s.)	23,76(n.s.)	24,64(n.s.)	ANOVA
C. Lignina	23,11(n.s.)	22,93(n.s.)	22,95(n.s.)	ANOVA

Nota: Los datos son expresados en Porcentaje. Donde: n.s.: no significativo

La figura 36 es la representación gráfica de los resultados mediante columnas agrupadas para analizar la variabilidad del contenido de los componentes macromoleculares entre secciones.

Estadísticamente los valores de celulosa entre secciones no muestran diferencias significativas, lo cual indica que la concentración de la misma no es diferente entre secciones del eje longitudinal del fuste para árboles de bolaina de 3 años y 6 meses de edad. Malpartida (2010) realizó el ensayo de contenido celulosa con madera de bolaina de 4 años para diferentes secciones del eje longitudinal, encontrado diferencias significativas, donde la concentración de la misma decrece con respecto a la disminución de la altura del fuste. En la presente investigación la zona apical, media y basal muestran una concentración de celulosa de 53,3 %, 52,67 % y 52,54 %, respectivamente.

Con respecto al contenido de lignina, no se presentó diferencias significativas entre secciones. Los valores de concentración de lignina para la sección basal, media y apical son de 22,95; 22,93 y 23,11 por ciento, respectivamente. Pese a no haber diferencias significativas, se observa una ligera mayor proporción de lignina en la zona apical; Orea *et al.* (2004) menciona que en la zona apical del fuste se encuentra mayor proporción de madera juvenil, lo cual hace posible una mejor accesibilidad química y es posible extraer mayor cantidad de lignina, caso contrario ocurre en la zona inferior del fuste, donde la madera cuenta con madera con un grado de lignificación mayor y se encuentra más reticulada. El contenido de lignina hallado mediante el ensayo usado, corresponde a lignina insoluble, la cual se caracteriza por ser la proporción más estable a solubilización de la lignina total. La baja concentración de lignina se relaciona a la edad temprana del árbol, pues según Villen (2007), esta aumentará conforme al aumento de edad, por la necesidad de árbol en endurecerse y obtener mayor resistencia.

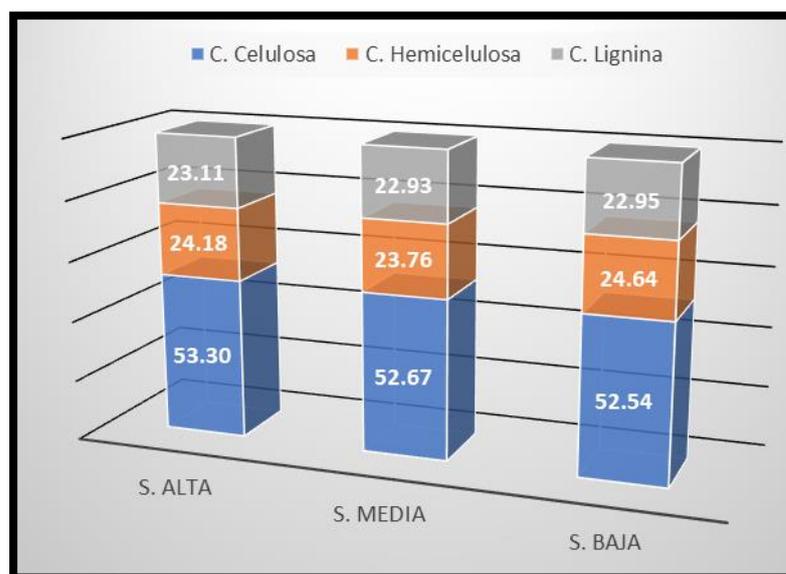


Figura 36. Variabilidad del contenido de celulosa en la madera de bolaina a diferentes secciones del eje longitudinal del fuste

El contenido de celulosa hallado presentó un valor superior a los obtenidos por Milciades *et al.* (2019) y Malpartida (2010) que trabajaron con madera de bolaina de cuatro años y obtuvieron porcentajes del 51,9 y 48,4, respectivamente; pero similar al obtenido por Cipra (2020) en su tesis para madera de raleo proveniente de una plantación de bolaina con edades entre 5 y 8 años, con un valor de 53,6 por ciento. Con respecto al contenido de lignina, los valores están por debajo a los obtenidos por Milciades *et al.* (2019) pero por encima a los resultados obtenidos por Malpartida (2010) y Córdova (2020), quienes obtuvieron los siguientes promedios: 28,61; 20,39 y 22,75 por ciento, respectivamente.

Por último, se cuantificó la holocelulosa (celulosa más hemicelulosa), la cual no mostró diferencias significativas; los valores obtenidos son menores a los de Milciades *et al.* en el 2019 con 79,23 por ciento, pero mayores a los de Córdova (2020) y Malpartida (2010) quienes obtuvieron 72 y 73,5 por ciento, respectivamente. En otras investigaciones, Cipra (2020) obtuvo un valor de 87,43 por ciento para árboles de bolaina entre 5 y 8 años, por otro lado, Astete *et al.* (2021) trabajó con árboles de bolaina de 1.8 años de edad y obtuvo valores de 39,75 y 59,96 por ciento para las zonas apical y basal, respectivamente.

4.2.2. Caracterización química de los componentes de bajo peso molecular de la madera de bolaina

La tabla 14 contiene los resultados con respecto a los componentes no estructurales de la madera de bolaina usada en la presente investigación.

El contenido de extractivos solubles no mostró diferencias significativas entre secciones. El máximo valor promedio pertenece a la zona media (1,90%), seguido de la zona basal (1,55%) y zona apical (1,71%), respectivamente. Peña (2006) menciona que un gran porcentaje de extractivos en la madera, hace de ésta, un material no deseado para la fabricación de pulpa, debido a que influye negativamente en la deslignificación durante la digestión y además de formar complejos coloreados que afectan la blanqueabilidad de la pasta.

Con respecto al contenido de cenizas, no se encontraron diferencias significativas entre las secciones evaluadas. Su valor está por debajo del uno por ciento, la cual cuantifica los constituyentes inorgánicos de la madera conformada principalmente de los elementos: calcio, potasio, magnesio y silicio. El silicio se contabilizó en un valor menor al 0,27 %, valor ideal debido a su abrasividad, ya que es un material que puede influir durante los procedimientos mecánicos de molienda.

Tabla 14: Componentes de bajo peso molecular de la madera de bolaina

	S. Alta	S. Media	S. Baja	Prueba estadística
C. Extractivos	1,71(n.s.)	1,90 (n.s.)	1,75 (n.s.)	ANOVA
C. Cenizas	0,75(n.s.)	0,81(n.s.)	0,77(n.s.)	Kruskal-Wallis
C. Sílice	0,26(n.s.)	0,20(n.s.)	0,25(n.s.)	ANOVA

Nota: Los datos son expresados en Porcentaje. Donde: n.s.: no significativo

4.3. Proceso de Digestión y blanqueamiento de la pasta celulósica

4.3.1. Pasta celulósica

En la tabla 15, se aprecian los rendimientos promedios obtenidos de la cocción de la madera de bolaina. Los promedios son resultados de cuatros repeticiones por sección (Sección: alta, media y basal). Los resultados fueron expuestos a un análisis de varianza (ANOVA), donde se determinó que no existen diferencias significativas entre los promedios de rendimiento de pulpeo entre secciones.

Tabla 15: Rendimientos de pulpa química obtenida a partir de chips de madera de *Guazuma crinita*

	Árbol 1		Árbol 2		Árbol 3		
Sección del fuste	R. P. (%)	D.E.	R.P. (%)	D.E.	R.P. (%)	D.E.	R.P.G. por sección
Base	41,44	3,17	54,44	3,83	40,73	2,15	45,54
Media	47,38	1,04	45,00	4,46	48,67	1,05	47,01
Alta	44,33	1,44	46,70	7,64	46,81	4,13	45,95
R.P.G. por árbol	44,38		48,71		45,40		

Condiciones de pulpeo: NaOH: 18 %, Antraquinona: 0.1 %, Factor H: 1200, Relación solido/líquido: ¼
Donde: R.P.: Rendimiento promedio, D.E.: Desviación estándar y R.P.G.: Rendimiento promedio general

Los rendimientos obtenidos para las diferentes secciones del fuste oscilan entre 45 y 47 por ciento, lo que coincide con Gonzales (2013) quien señala que el rendimiento de una digestión a la soda esta entre 45 a 55 por ciento. Por otro, el rendimiento obtenido es menor al obtenido por Gratelli (2017) que obtuvo un valor del 47 por ciento para árboles de bolaina de una plantación de 5 años de edad. En una investigación registrada por la revista Forestal del Perú en 1968, se obtuvo un rendimiento de pulpa realizado en Finlandia entre 46,1 y 52,2 por ciento para árboles de bolaina de bosque natural.

Los resultados no mostraron significancia con respecto al rendimiento entre secciones, sin embargo, existen variaciones de los resultados en una misma sección. En la figura 37 se observa que la sección basal presenta mayor variabilidad, seguido de la sección alta; la sección media tiene baja dispersión.

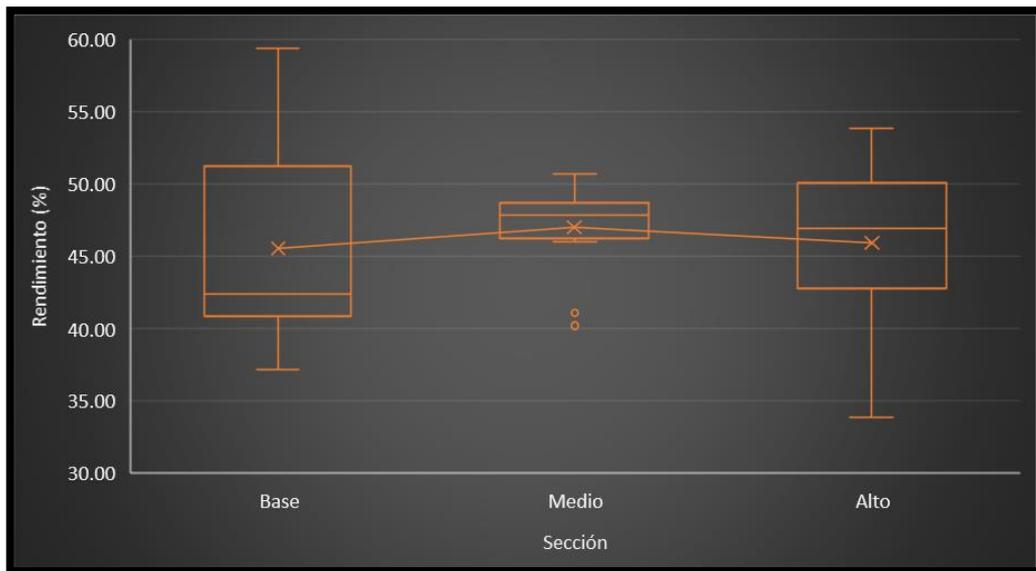


Figura 37. Variación del rendimiento del proceso de pulpeo de la madera de bolaina a diferentes secciones

El rendimiento del proceso de digestión de la madera de bolaina a diferentes secciones, indica una solubilización de los elementos no celulósicos casi en su totalidad. De resultados anteriores, la madera de bolaina a diferentes secciones contenía alrededor de 23 y 24 por ciento de lignina y hemicelulosa, respectivamente. El porcentaje de celulosa en la madera estaba por los 52 por ciento; el bajo rendimiento obtenido del proceso de pulpeo en general, se debe a que parte de la celulosa amorfa (celulosa beta y gamma) ha sido degradada debido a los parámetros usados, obteniendo una pasta con gran porcentaje de celulosa tipo alfa, celulosa más estable y con gran cristalinidad.

El rendimiento de cocción se ve influenciado por el álcali activo debido a que según Fuenmayor (2007) se relaciona directamente con las reacciones de deslignificación y degradación parcial de carbohidratos. El uso de antraquinona sirve para la estabilización de los carbohidratos durante la digestión, de tal manera que se reduzca su degradación (Gonzales,2013). Por otro lado, el consumo de álcali activo (18 % NaOH) se relaciona con el contenido de lignina de la materia prima, que en este caso estuvo por debajo del 23 por ciento. Gratelli (2017) adjudica que un alto contenido de lignina no solo reduce el rendimiento del proceso de cocción, sino que además incrementa el consumo de álcali.

4.3.2. Blanqueamiento de la pasta celulósica

En la tabla 16, se aprecian los rendimientos promedios obtenidos del proceso de blanqueamiento de la pulpa química de bolaina. Los resultados fueron expuestos a un análisis de varianza (ANOVA), donde se determinó que no existen diferencias significativas entre los promedios de rendimiento del proceso de blanqueamiento entre secciones. Esto quiere decir que la metodología usada en una serie de diferentes etapas fue estándar sin influencia en la variable estudiada.

Tabla 16: Rendimientos del proceso de blanqueamiento de la pulpa química de madera de bolaina

	Árbol 1		Árbol 2		Árbol 3		
Sección del fuste	R. P. (%)	D.E.	R.P. (%)	D.E.	R.P. (%)	D.E.	R.P.G. por sección
Base	91,10	7,34	74,44	2,89	85,83	4,19	83,79
Media	84,29	5,24	91,63	5,34	86,68	5,09	87,53
Alta	88,23	5,22	80,85	7,04	87,81	6,33	85,63
R.P.G. por árbol	87,87		82,31		86,77		

Donde: R.P.: Rendimiento promedio, D.E.: Desviación estándar y R.P.G.: Rendimiento promedio general

El objetivo del blanqueo en la pasta celulósica fue remover la lignina remanente que no fue eliminada del proceso de cocción y por consiguiente aumentar la pureza de la pasta en celulosa. Gonzales (2013) menciona que el blanqueo se justifica por la solubilización de compuestos cromógenos (lignina) mediante oxidación, para obtener principalmente celulosa cuyo color intrínseco es blanco.

Además de la lignina residual, también se solubilizan iones metálicos y se degradan hidratos de carbono (Area, 2007). La misma autora en mención, cataloga el blanqueo como una continuación de la cocción en el que los rendimientos rondan entre un 90 y 97 por ciento; de lo último, el rendimiento del proceso está entre 82,3 y 87,9 por ciento, valores por debajo a lo descrito por la autora citada. El bajo rendimiento se debe a la pérdida de pulpa blanca debido a la intensidad del blanqueo con la consiguiente eliminación de masa de la pulpa, principalmente lignina residual y carbohidratos de bajo peso molecular.

El blanqueo se realizó en diferentes secuencias con distintos reactivos a diferentes condiciones (concentración, temperatura y tiempo de reacción), la utilización de reactivos en diferentes etapas otorga una mayor blancura a la pasta, además de una menor degradación de las fibras (Cabascango et al.; 2021).

En la tabla 17 se observa los valores de índice Kappa obtenidas de dos muestras tomadas aleatoriamente de pulpa química blanca perteneciente a la sección basal de madera de bolina y su comparación con kappa obtenida de pulpa sin blanquear.

Tabla 17: Ensayo índice de kappa para pulpa sin blanquear y blanqueada

	Pulpeo	Blanqueo
Índice de kappa	32,96	3,79
Lignina residual (%)	4,28	0,50
Deslignificación	84,49	98,22

Los resultados obtenidos muestran una gran disminución del índice de kappa de la pulpa sin blanquear comparada con la blanqueada; esto implica la reducción notable de la lignina residual hasta un valor menor al uno por ciento. La deslignificación de la pasta blanca llega un valor de 98,22 por ciento; de tal manera que el proceso por etapas tuvo una gran eficacia; el resultado obtenido, también se explica al bajo contenido de extractivos (< 2 %) en la madera de bolina, ya que la presencia de este componente influye negativamente en la deslignificación. La remoción de lignina es importante ya que facilitará la modificación morfológica de las fibras para su transformación en nanocelulosa, además de aumentar su interacción con otras matrices debido a la modificación superficial (Cuellar y Muñoz; 2010).

4.3.3. Datos biométricos

Las fibras que fueron medidas pertenecen al árbol 1. En la tabla 18, se muestran los resultados en la medición de los parámetros morfológicos. El interés sobre la medida de estos parámetros es para dar a conocer el cambio dimensional después del proceso de molienda para la obtención posterior de nanocelulosa fibrilar.

Tabla 18: Mediciones de las fibras de la pulpa química blanqueada

Medición de los elementos anatómicos de las fibras						
	Muestras	S. alta	S. media	S. basal	Promedio	Prueba estadística
Longitud (um)	30	1087(b)	1059(b)	1322(a)	1156	Tukey
Diámetro total (um)	30	30,10(a)	29,77(a)	26,44(b)	28,77	Kruskal-Wallis
Espesor de pared (um)	10	3,61(n.s.)	4,39(n.s.)	3,72(n.s.)	3,91	ANVA
Diámetro lumen (um)	10	17,22(b)	16,59(c)	18.,7(a)	17,33	Kruskal-Wallis

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Las longitudes promedias para las diferentes secciones del fuste muestran diferencias significativas con respecto a la sección basal. La longitud promedio tiene un valor de 1156 um, el cual se puede catalogar como fibras de longitud mediana según IAWA (1989). Por otro lado, el diámetro de fibra muestra diferencias significativas en la sección alta con respecto a la sección media y basal, el diámetro promedio obtenido tiene un valor de 28,77 um, el cual se clasifica en la categoría de fibras de diámetro medio según IBAMA (1991). Piccone (2019), Códova (2018) y Miguel (2018) en sus investigaciones obtienen valores de longitud superiores a los obtenidos para árboles de plantaciones de bolaina de 3 (1384 um), 4 (1399 um) y 15 (1216 um) años de edad respectivamente. Los mismos autores en mención obtuvieron valores de 24,4 um, 28,82 um y 24 um para el diámetro de fibra de madera de bolaina respectivamente.

Con respecto al espesor de pared celular, los resultados no mostraron significancia. Piccone (2019) obtuvo valores cerca a las 3 um para el espesor de pared, resultado similar al obtenido en la presente investigación.

Es conocido que el cambio de los elementos anatómicos se da conforme al incremento de edad de los árboles. En este sentido, los árboles usados para la investigación tienen una edad de 3 años y medio, por lo cual lo podremos catalogar como árboles juveniles. Conforme la madera se vuelva más madura, las fibras en general, tienden a ser más largas, anchas y de mayor espesor de pared (Panshin y De Zeeuw 1980).

Beeckman (2016) nos menciona que el ambiente del lugar de origen de las especies forestales influye tanto en su crecimiento como en la calidad de los elementos anatómicos de su madera, sin embargo, según Hillman (1998), el tratamiento que se realice para separar los elementos anatómicos de interés tendrá influencia sobre los resultados en la medición de las fibras, siendo los más generales la maceración y menos usado los mecánicos. Teniendo en cuenta esto último, la variación de los resultados en comparación a los autores citados, se debe al tratamiento alcalino en cocción usado en este estudio.

4.4. Caracterización de CNF

4.4.1. Grado de polimerización de CNF mediante viscosidad Intrínseca

La tabla 19 muestra los resultados del ensayo de grado de polimerización de la nanocelulosa obtenida. Los resultados analizados mediante prueba estadística (ANOVA) se determinó que las medias de grado de polimerización para las diferentes secciones mostraron diferencias significativas.

Tabla 19: Determinación del grado de polimerización de NCF obtenida a diferentes secciones del fuste

Sección	GP (promedio)
Alta	211 (c)
Media	249 (b)
Baja	300(a)

Donde: GP: Grado de Polimerización

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

El grado de Polimerización NCF demuestra diferencias con la altura del fuste del cuál fue obtenido, disminuyendo al incrementar la altura de la misma. Esto coincide con lo descrito por Abreu *et al.* (2004), quienes mencionan que a mayor altura del fuste las fibras se encuentran menos reticuladas entre estas debido a un menor contenido de lignina y menor desarrollo de las mismas, sugiriendo un menor grado de polimerización de las unidades monoméricas que la compone.

La figura 38 muestra los valores de GP de NCF de bolaina, las cuales se encuentran en el rango de 188 y 320, la sección basal denota gran diferencia con respecto a la cantidad de monómeros que conforman la cadena celulósica, seguido de la sección media y alta, respectivamente.

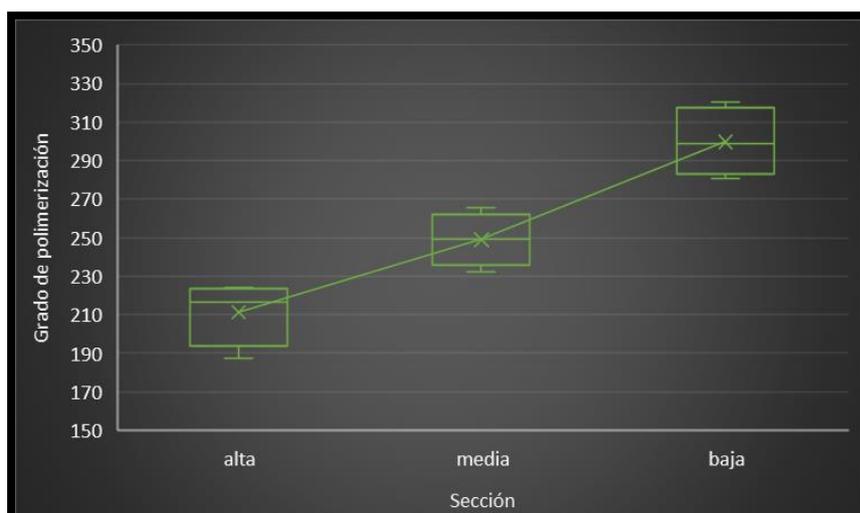


Figura 38. Variación del GP de NCF de bolaina proveniente de diferentes secciones

A diferencia con otros autores que siguieron la misma metodología para hallar el GP, encontramos a Barra (2019) quien obtuvo un valor para el GP de 290 para NCF obtenida mediante oxidación TEMPO a partir de Pulpa Kraft blanqueada de Eucalipto; Tárres (2017) obtuvo valores en un rango de 300 y 450 para NCF obtenida mediante hidrolización enzimática (Endo- β -1,4-glucanasa) a partir de Eucalipto; para NCF obtenida mediante tratamientos mecánicos como la molienda mediante discos, Megashah (2020) obtuvo valores de GP de 500 para NCF obtenida de palma aceitera y Chuanshuang Hu *et al* (2014) en su investigación para la obtención de NCF obtenida de Eucalipto halló un GP de 660. Es evidente que el GP será variable según el material del cual se obtenga la NCF, además del tratamiento o metodología que se use para su elaboración.

Por otro lado, el GP de la celulosa en estado natural en árboles tropicales está conformada por miles de unidades de monómeros de glucosa, en este sentido la disminución a gran escala del GP obtenido (entre 210 y 300) se debe principalmente a los tratamientos por el cuál fue sometida la madera hasta la obtención de NCF, teniendo gran influencia principalmente los procesos de digestión, blanqueo y la molienda mecánica final. Gonzales y Bueno (2012) de manera similar a lo expuesto en el párrafo anterior, indican que las cadenas de celulosa de van degradando mientras ocurre una deslignificación debido a la interacción entre reactivos químicos, temperatura y tiempo, lo cual refleja una pérdida considerable del valor del GP.

El GP fue calculado mediante la viscosidad intrínseca, debido al principio que cumple la viscosidad de medir la resistencia de fricción que oponen las moléculas para un fluido de un

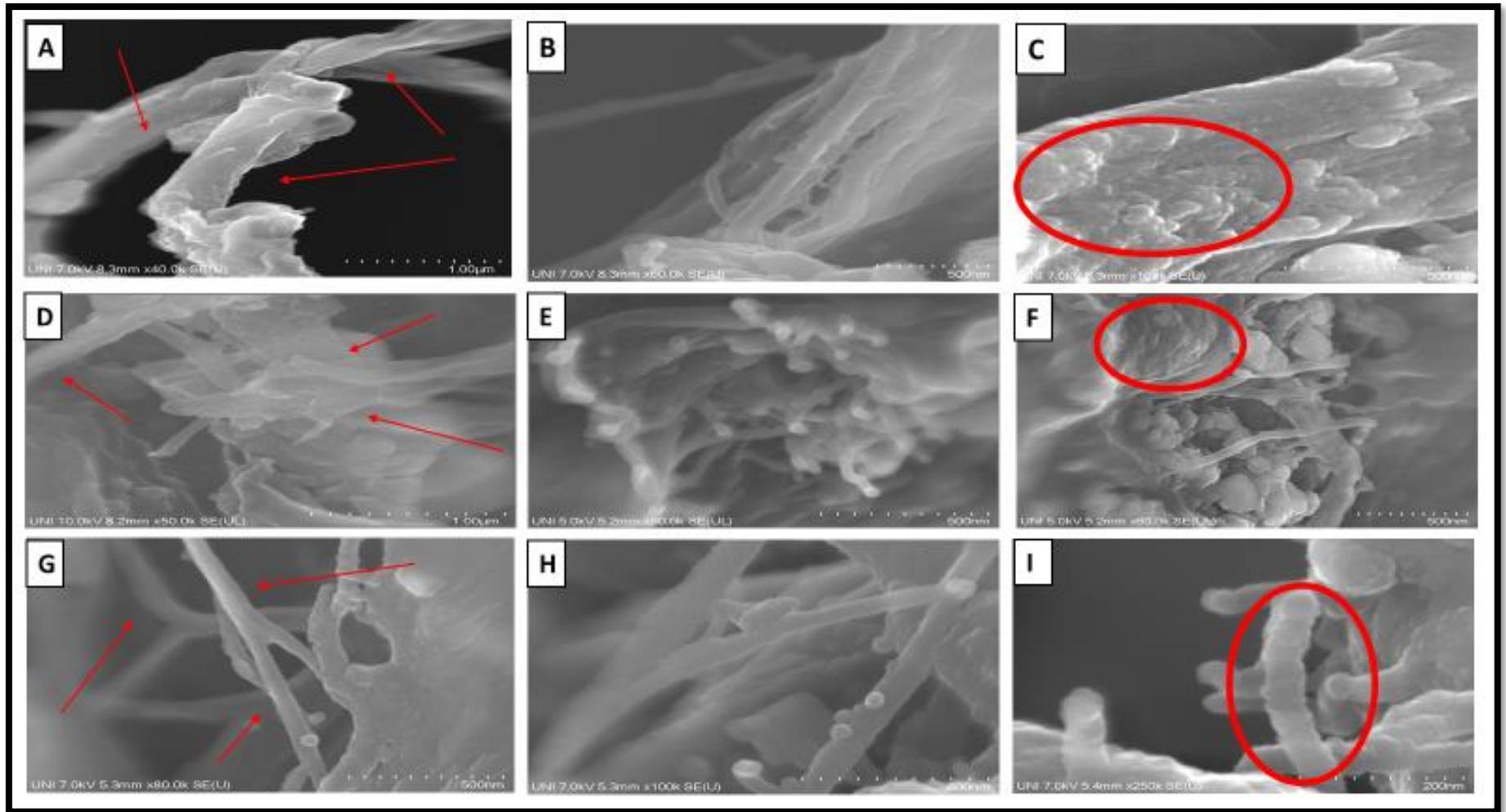
solvente dado. Rabinowiz (1955) menciona que la resistencia de fricción dependerá de factores como el tipo de flujo, dimensión y forma de partículas, y de la interacción de estas con el medio. Por esto último, el uso del reactivo de cuprietilamina como solvente se justifica al hecho de interactuar con la celulosa de manera eficaz, solubilizándola de tal manera que sean los monómeros de glucosa que influyan en la solución.

4.4.2. Ensayo SEM

Se determinó la morfología de la NCF de bolaina proveniente de diferentes secciones del eje longitudinal del fuste a través de SEM. En la figura 39, se observan las micrografías obtenidas de las nanofibrillas de la sección alta, media y basal.

En las figuras 39 (A, D y G) se observan las nanofibrillas obtenidas señaladas por flechas rojas, su morfología es muy similar a las fibras originales, pero a un tamaño nanométrico en su diámetro. La desfibrilación de las fibras celulósicas ocurrió durante la molienda mecánica mediante el uso del molino planetario de bolas. La pasta blanca usada en la molienda, contenía un nivel de deslignificación mayor al 98 por ciento, razón por la cual las nanofibrillas tuvieron mayor factibilidad a ser liberadas por las fuerzas de cizallamiento producidas por el impacto de las bolas en movimiento sobre la pasta. Henriksson *et al.* (2007) menciona que los tratamientos mecánicos modifican la estructura de las microfibrillas al reducir su masa molar y grado de cristalinidad, además de cambiar su morfología.

Las figuras 39 (B, D, E, G y H) muestran la liberación de las nanofibrillas de las fibras originales, las cuales están conformando una estructura similar a la de una red. De las figuras 39 (C, F e I) se observan superficies rugosas (encerradas en círculos rojos) presentes en las nanofibrillas, Ramesh & Radhakrishnan, (2019) mencionan que esto se debe a la disolución de los compuestos de lignina y hemicelulosa, los que fueron eliminados durante la hidrólisis alcalina y el proceso de blanqueamiento. La apariencia de rugosidad por pérdida de los componentes no celulósicos se debe al hecho que estos cumplen el rol de sedimentar las fibras en la pared celular vegetal, y al ser removidos estos dejan desgastadas a las fibrillas.



A), B) y C) SEM de la sección apical; D), E) Y F) SEM de la sección media y G), H) e I) son SEM de la sección basal
Figura 39. Micrografías SEM de NCF de bolina proveniente de diferentes secciones

Por otro lado, mediante las figuras 40,41 y 42 se observa los resultados obtenidos correspondientes a la medición de los diámetros de las nanofibrillas, expuestas en histogramas de frecuencia para cada uno de las secciones del cual fue extraída la NCF.

La figura 40 corresponde a los diámetros medidos de las fotografías SEM obtenidas de la NCF de la sección alta. Se midieron un total de 62 haces de nanofibrillas, obteniendo un diámetro promedio de 107 nm, diámetro mínimo y máximo de 29 nm y 363 nm, respectivamente. Más del 80 por ciento de las muestras medidas en su diámetro se encuentran en el rango de 29 y 173 nm.

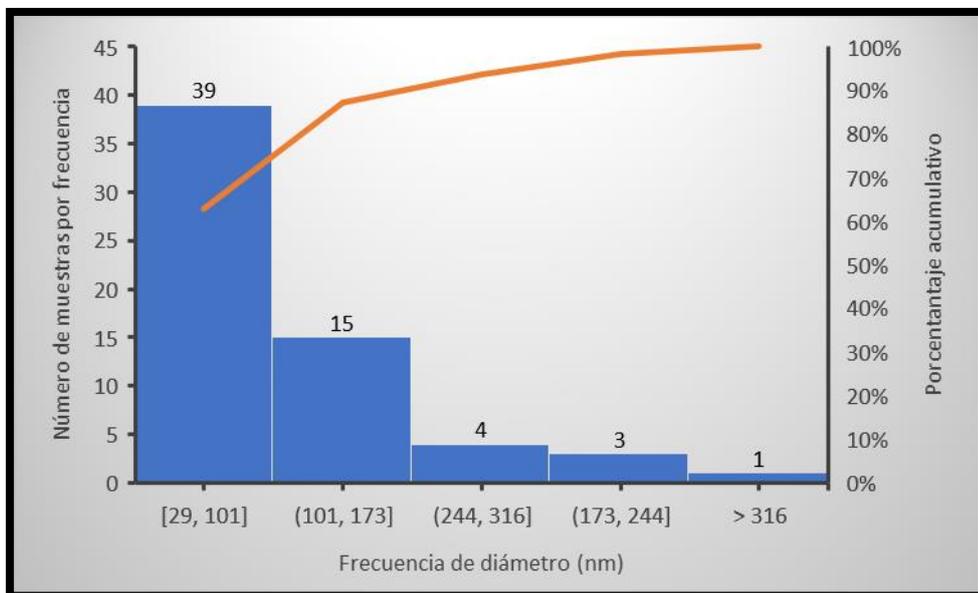


Figura 40. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección alta

Con respecto a la figura 40, se observa la distribución diamétrica de las nanofibrillas medidas correspondiente a la muestra de la sección media. Se midieron un total de 44 haces de nanofibrillas, obteniendo un diámetro promedio de 80 nm, diámetro mínimo y máximo de 31 nm y 255 nm, respectivamente. Alrededor del 70 por ciento de las muestras medidas en su diámetro, en encuentran en el intervalo de 30 a 87 nm.

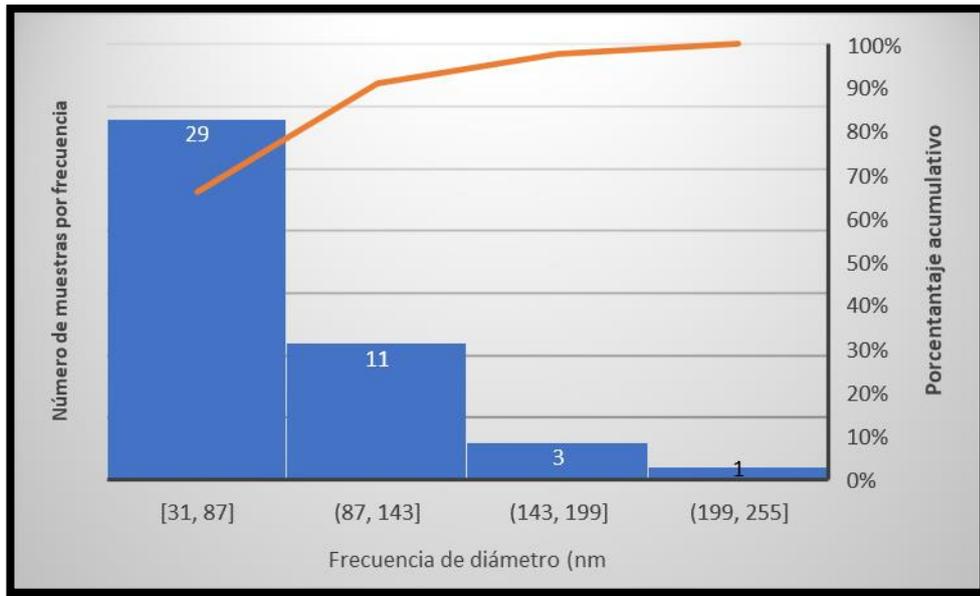


Figura 41. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección Media

La distribución de diámetros observados en la figura 41 corresponde a la NCF obtenida de la parte basal. Se midieron 48 haces de nanofibrillas. El diámetro promedio obtenido fue de 77 nm, el diámetro mínimo y máximo fue de 23 nm y 227 nm, respectivamente. Más del 90 % de las muestras medidas en su diámetro se encuentran en el intervalo de 23 a 82 nm.

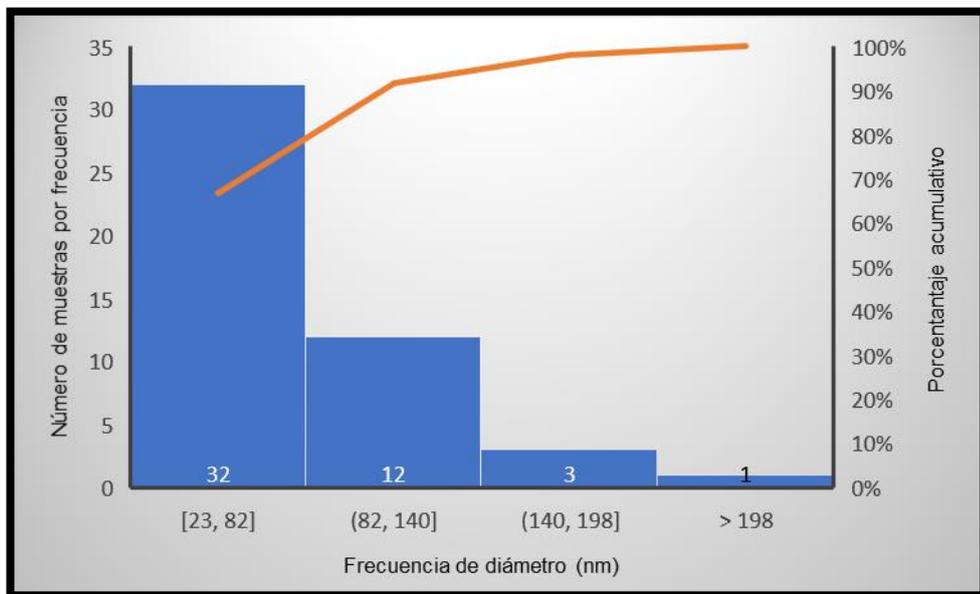


Figura 42. Distribución de diámetros de NCF correspondiente a la sección basal

La siguiente tabla muestra el análisis estadístico de los resultados en la medición del diámetro de las nanofibrillas correspondiente a cada sección del eje longitudinal del fuste.

Tabla 20: Medias estandarizadas según prueba estadística Mann – Whitney para el diámetro de las nanofibrillas

Sección	N	Diámetro promedio Mann - Whitney(nm)
Alta	62	84 (a)
Media	44	75 (b)
Baja	48	69 (b)

Donde: N es cantidad de haces de nanofibrillas medidas por sección

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes

Como se mencionó anteriormente, se midió el diámetro a las nanofibrillas visibles en las imágenes SEM, razón por la cual la cantidad es variable para cada sección de interés. Al tener muestras de distinto tamaño, no se obtuvo una distribución normal y se procedió a analizar los resultados mediante la prueba No Paramétrica “Kruskal Wallis”, donde se evidencio que hay diferencias significativas.

Las comparaciones en pares se hicieron mediante la prueba estadística Mann – Whitney, donde los resultados para cada sección se homologaron para otorgar nuevas medias y poder ser comparadas con un 95 por ciento de confiabilidad. La sección apical muestra valores significativamente diferentes a la sección media y basal. Se espero no encontrar diferencias, debido a que el tratamiento mecánico se hizo en las mismas condiciones para las tres secciones

Las fibras originales en la pasta blanca tenían un diámetro aproximado de 30 um (ver tabla 17), al liberarse las nanofibrillas que la componen, el diámetro se redujo a diámetros cercanos a 100 nm. La eficacia de la molienda, se debe al sistema planetario del equipo usado, al orbitar los molinos a una velocidad tangencial de 300 RPM, se genera una fuerza centrípeta de aproximadamente 360 Newtons; que hacen que las bolas en su interior se muevan y choquen con la pulpa blanca, de tal manera que se ejercen fuerzas de cizallamiento, originando la liberación de las nanofibrillas.

En contraste con investigaciones relacionados a la obtención de nanocelulosa proveniente de fuentes lignocelulósicas y por tratamientos mecánicos; se tiene a Meghan Ponce *et al.* (2020) quien obtuvo NCF proveniente de Tara con diámetros de 300 nm, valores superiores a los obtenidos en la presente investigación; a pesar de haberse usado el mismo equipo para el tratamiento mecánico, la diferencia de resultados probablemente se deba a que la autora en mencion no haya realizado un blanqueamiento de su pulpa obtenida y por ello al momento de la desfibrilación haya tenido fibras compactadas aún por lignina remanente. Siró y Plackett (2010) obtuvieron NC desde pulpa blanqueada de pino, con diámetros entre 10 a 100 nm mediante un Homogenizador de altas presiones.

Por otro lado, con respecto a la longitud de las nanofibrillas obtenidas, estas no pudieron ser medidas, debido a que las fotografías obtenidas del SEM no se encontraron haces de fibrillas completas en su longitud debido a que la ampliación de las fotografías no las abarcaba. A rasgos generales se podría decir que la longitud de las nanofibrillas obtenidas están por encima de los 1000 nm (1µm).

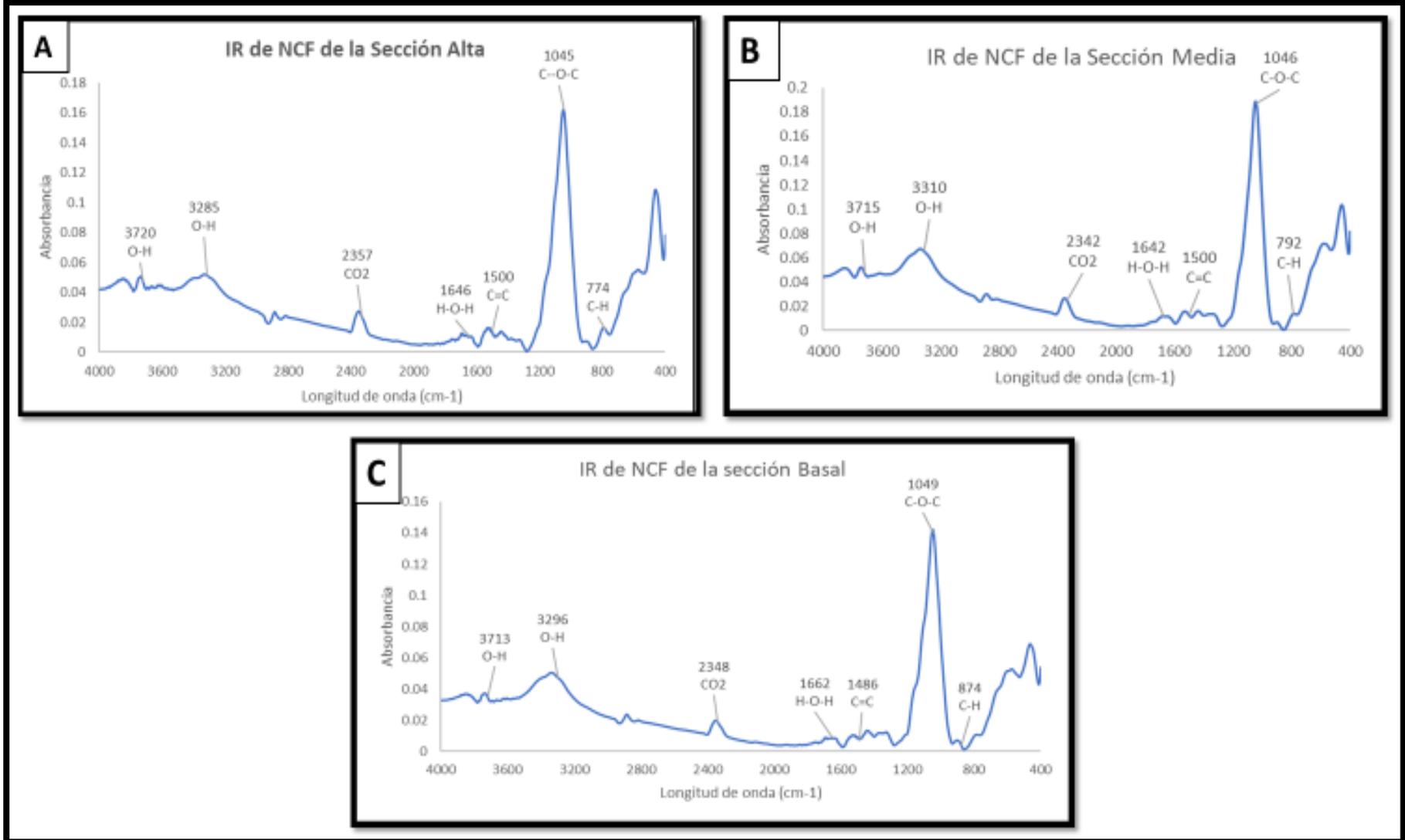
4.4.3. Ensayo FTIR

La figura 43, muestra los espectros FTIR de la NCF de las secciones alta, media y basal; Los IR correspondiente a cada sección fueron construidos a partir de los promedios de la absorbancia obtenida a lo largo de la banda ($400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) para cada muestra,

Los espectros tienen gran similitud con respecto a las incidencias en donde ocurren los picos a cierto número de onda, por lo que se puede realizar una descripción general. En la tabla 21 se observan las absorciones más frecuentes en los espectros obtenidos de NCF.

Tabla 21: Vibraciones visibles en los Espectros IR de NCF

Número de onda (cm^{-1})	Asignación vibratoria
791 – 890	C -H (enlace glucosídico)
1045 – 1049	C-O-C (anillo piranoso)
1475 – 1600	C=C (anillo aromático)
1631 – 1665	H-O-H (agua absorbida)
≈ 2346	CO ₂
3311 – 3329	O-H (enlace hidroxilo)
3000 – 4000	O-H (agua constitución)



A) IR correspondiente a la sección alta, B) IR correspondiente a la sección media y C) IR correspondiente a la sección basal
Figura 43. Espectros IR de NCF de bolina

Los espectros obtenidos muestran una absorción muy marcada en el rango de 1045 – 1049 cm^{-1} , los cuales representan señales características del enlace C-O-C correspondiente a los anillos piranosas que conforman la celulosa. Además de picos leves que ocurren cerca al intervalo de 791 a 890 cm^{-1} , lo cuáles son propios de enlaces C-H y que se relacionan directamente a las vibraciones de enlaces glucosídicos de los monómeros de glucosa, también es un indicador de la zona amorfa de la celulosa (Draman et al, 2016; Mandal & Chakrabarty, 2011). El pico de vibración en 1049 cm^{-1} denota un gran estiramiento lo cual se relaciona a la cristalinidad de la celulosa (Elanthikkal *et al.*, 2010).

Por otro lado, se visualiza vibraciones atenuadas entre 1475 – 1600 cm^{-1} que corresponden a interacciones entre enlaces C=C que se originan en los anillos aromáticos de la lignina (McMurry, 2008). Kumar *et al.* (2014) y Johar *et al.* (2012), mencionan que los picos cercanos entre 1630 y 1730 cm^{-1} son representaciones de las vibraciones correspondientes a enlaces éster acetil y urónico de hemicelulosa, así como también de enlaces éster presentes en grupos carboxílicos de la lignina. Los espectros obtenidos no presentan absorciones relacionados a la presencia de hemicelulosa, pero sí atenuaciones muy leves correspondientes a la presencia de lignina. El tratamiento con NaOH durante la digestión, así como también el NaClO y H₂O₂ usados en el blanqueamiento, tuvo gran efecto en la oxidación y remoción parcial de los elementos no celulósicos.

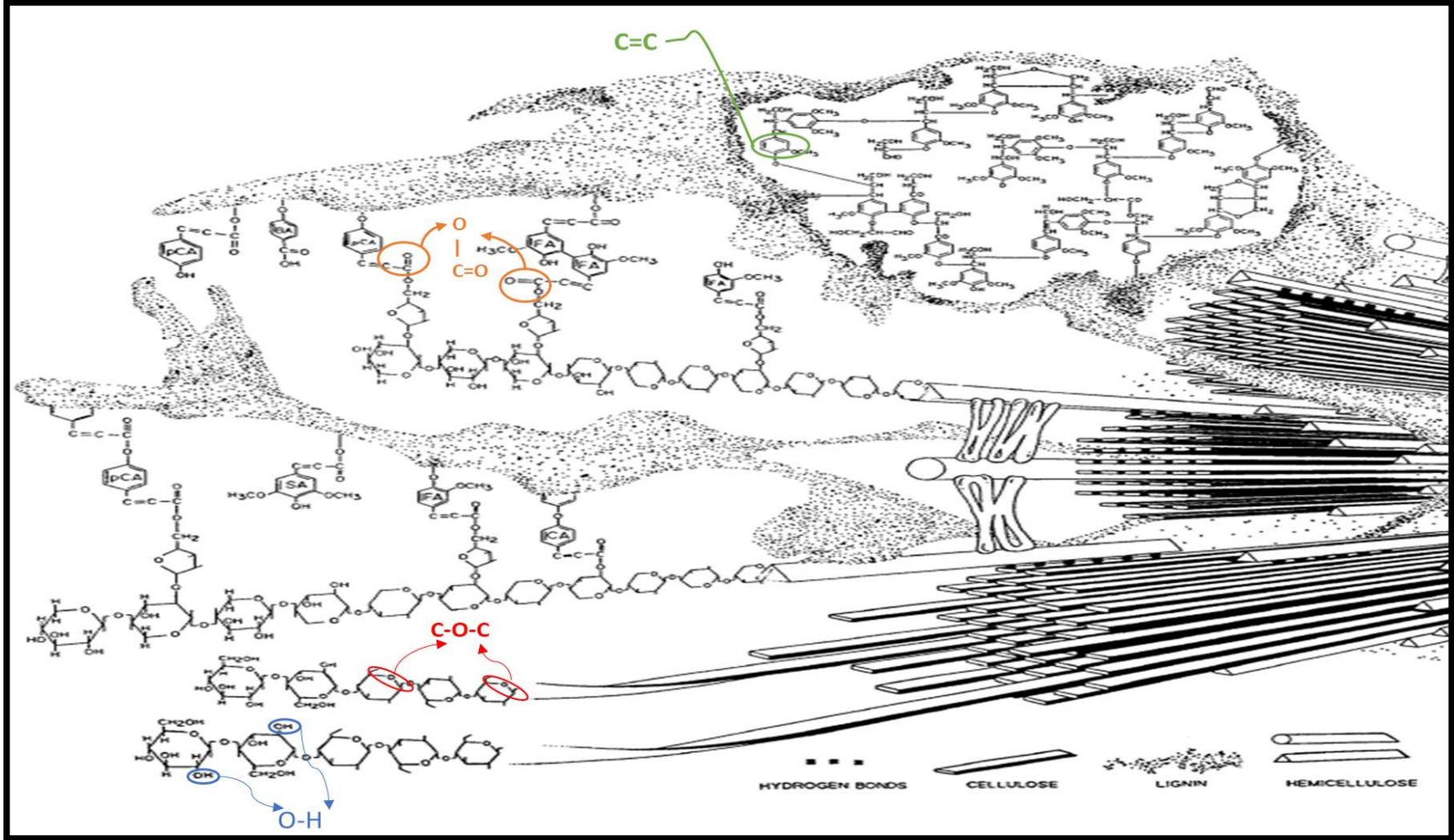
En los espectros IR obtenidos, se visualizan absorciones leves muy cercanas a 2346 cm^{-1} que indican la presencia de CO₂ en las muestras. La presencia de este gas es muy frecuente en este tipo de ensayos ya que está presente en la atmosfera propia del lugar de trabajo y se puede añadir con facilidad en la superficie del material de estudio mediante el fenómeno de adsorción (Oancea *et al.*; 2012).

Del mismo modo, se observa estiramientos de picos en una banda ancha que tiene el rango de 3000 a 4000 cm^{-1} , estas corresponden a enlaces O-H que se originan por los hidroxilos presentes en las moléculas de celulosa (Larkin *et al.*, 2018).

Rigg (2018) menciona que los picos absorbidos cerca de 3330 y 1635 cm^{-1} corresponden a enlaces O-H, propio de los puentes de hidrogeno. En las muestras obtenidas estos picos se presentan entre 3311- 3329 cm^{-1} y 1631-1665 cm^{-1} . Los enlaces puente de hidrógenos son

característicos de los enlaces intermoleculares entre las cadenas de celulosa. Las absorciones en dichos picos, son tenues ya que el agua en la NCF fue removida por la operación de liofilización.

La figura 44 muestra la estructura química de los componentes macromoleculares de la madera (celulosa, hemicelulosa y lignina). Los grupos funcionales registrados de los espectros IR están reconocidos en ella. El enlace C-O-C asociado al anillo piranoso del monómero de la celulosa están señalados de color rojo, mientras que los enlaces hidroxilo (O-H) que conforman los puentes de hidrogeno y unen las cadenas de celulosas están marcadas de color azul. Por otro lado, el enlace C=C que se encuentran asociados a los anillos aromáticos de los fenilpropano que conforman la lignina están de color verde. Por último, no se reconoció presencia de grupos funcionales asociados a hemicelulosa, los cuales están asociados a enlaces estér (O-C=O) reconocidos en la figura mediante el color naranja



Fuente: Adaptado de Bidlack *et al.*;1992

Figura 44. Estructura química de los componentes químicos macromoleculares de la madera

4.4.4. Ensayo de Difracción de Rayos X

A través de la figura 45 se observan los difractogramas obtenidos del ensayo de difracción de Rayos X a partir de muestras de NCF que corresponden a diferentes secciones del eje longitudinal del fuste del árbol de bolaina.

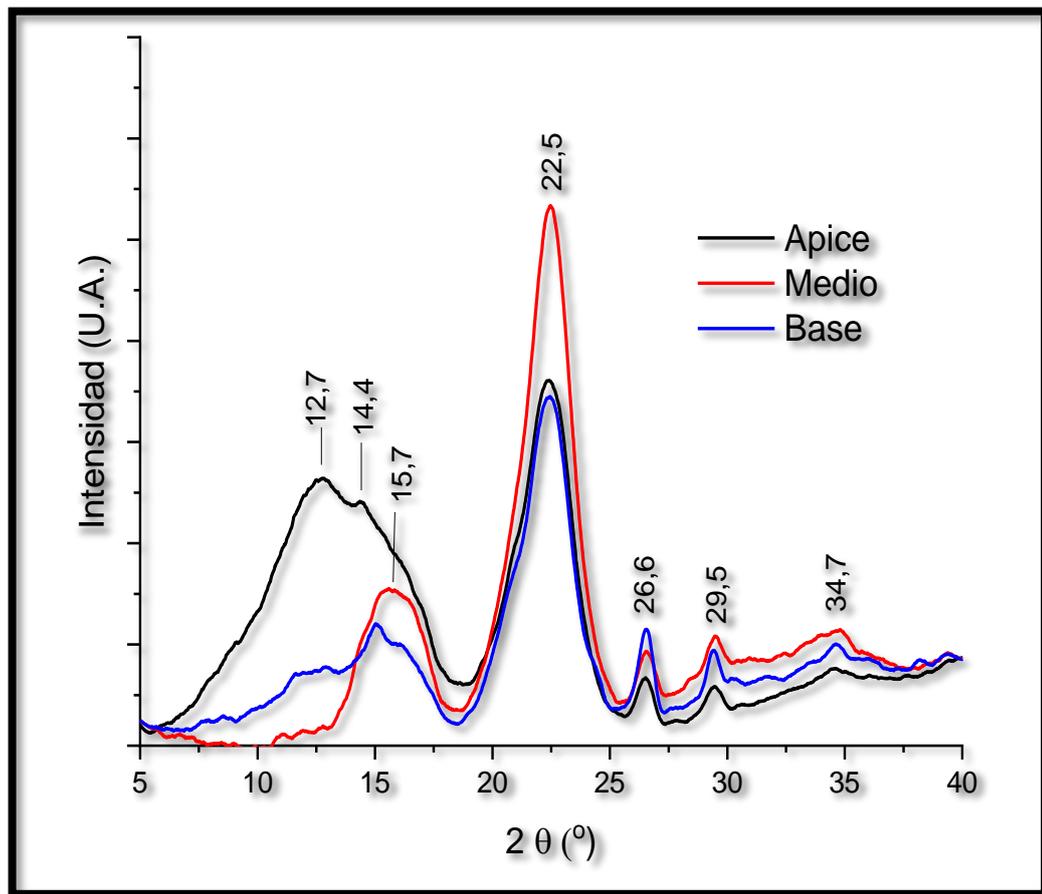


Figura 45. Diffractogramas de NCF de bolaina obtenida de tres diferentes secciones del eje longitudinal del fuste

De los difractogramas obtenidos se observan diferentes picos, entre ellos lo más marcados son los que se presentan en $2\theta = 15,7^\circ$; $22,5^\circ$ y $34,7^\circ$. Los cuales corresponden a planos de cristalinidad de 110, 200 y 004 respectivamente, propios de celulosa tipo I β . La tendencia de estos picos se evidencia mucho más para la zona basal y media. Si se observa el difractograma de la NCF obtenida de la zona apical, no encontramos picos de intensidad para $2\theta = 15,7^\circ$ pero sí para $2\theta = 12,7^\circ$ y $14,4^\circ$, los cuales se asocian al plano 110 de una región cristalina característica de celulosa tipo II. (Herrera M.; 2018); el tratamiento químico realizado para la liberación de celulosa de otros compuestos, tuvo un mayor efecto sobre la zona apical, desordenando y/o afectando de alguna manera la cristalinidad de su estructura.

Por otro lado, para una mayor caracterización y comprensión de la zona ordenada de la NCF obtenida, se calculó el índice de cristalinidad expresado en porcentaje y el tamaño de diámetro de los cristales de celulosa expresando en nanómetros (nm). Los resultados se observan en la siguiente tabla.

Tabla 22: Índice de cristalinidad y diámetro de cristal

Zona	IC (%)	D (nm)
Ápice	76	3,0
Media	93	3,6
Baja	96	3,4

Donde: IC: Índice de cristalinidad y D: Diámetro

De acuerdo a lo obtenido, hay un mayor grado de cristalinidad en la sección basal con un valor de 96 por ciento seguido de la zona media y apical con 93 y 76 por ciento, respectivamente. La disminución de la cristalinidad de la NCF con respecto al aumento de la altura del fuste del cual fue obtenida, tiene la misma tendencia con respecto al grado de polimerización hallado anteriormente, por lo que la cantidad de monómeros que componen la cadena celulósica influye de manera directamente proporcional en el IC.

Los altos valores de cristalinidad indican que gran parte de las regiones amorfas de la estructura de la celulosa fueron removidas como ya se había visto anteriormente en los espectros IR; debido al tratamiento alcalino y oxidativo (blanqueo) hasta la molienda de la pasta.

Asimismo, lo anterior se complementa con el bajo rendimiento obtenido del proceso de pulpeo y blanqueo (cerca de 40 por ciento), ya que es un indicador de una pasta con gran porcentaje de celulosa-alfa, fracción más estable de celulosa relacionada a zona cristalina. Además, un alto valor del IC se atribuye también a un reacomodo de la región cristalina a una estructura de mayor orden (Jiang y Hseih; 2015).

En general el índice de cristalinidad obtenido se encuentra por encima del rango descrito por Campano *et al.* (2016), quien menciona que para que un material nanocelulósico fibrilar tenga buenas propiedades mecánicas y físicas debe tener un índice de cristalinidad entre 84 y 89 por ciento. Por otro lado, en comparación con otras investigaciones con materiales lignocelulósicos, Ponce *et al.* (2020) obtuvo NCF a partir de fibras de tara (*Csaelpinea spinosa*) mediante un proceso mecánico similar al realizado en esta investigación con un IC promedio igual a 77 por ciento, el cuál es un valor similar para el IC obtenido de la sección apical en esta investigación.

Mediante la ecuación de Scherrer se halló el tamaño promedio de cristales presentes en cada una de las muestras de nanocelulosa fibrilar de diferentes secciones del fuste de bolaina. Los resultados no mostraron correlación entre el IC y el tamaño de cristales, la sección basal que cuenta con el mayor grado de cristalinidad (96 %) tiene en promedio cristales del tamaño de 3,4 nm, mientras que la sección media y apical tienen cristales con tamaños de 3,6 nm y 3,0 nm, respectivamente.

4.4.5. Ensayo TGA

El análisis de la termoestabilidad de la NCF corresponde a los resultados obtenidos del ensayo de termogravimetría (TGA). La figura 46 representa la pérdida de Masa y su derivada en función de la temperatura, respectivamente.

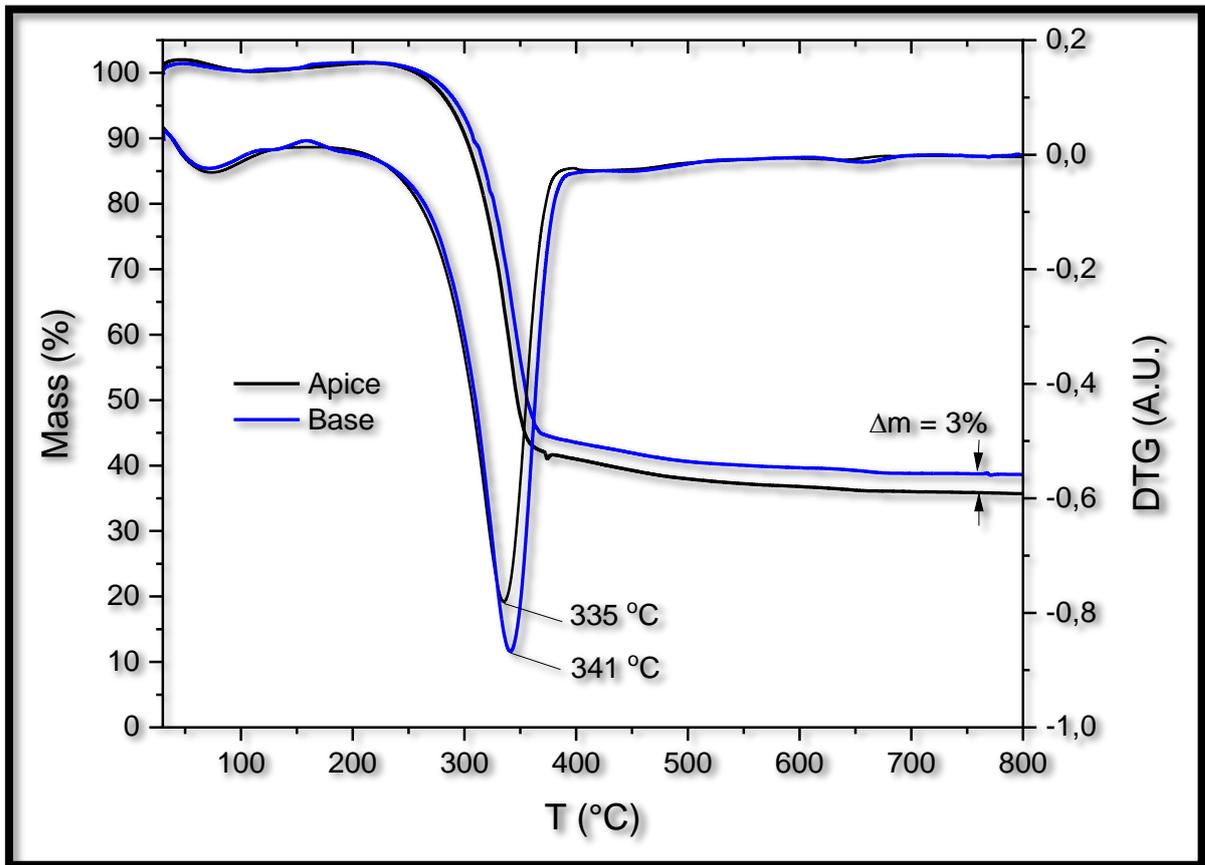


Figura 46. Termogramas de NCF obtenidas de la sección apical y basal

La temperatura de máxima velocidad de descomposición para la NCF proveniente de la zona basal es mayor con respecto a la NCF de la zona apical; la diferencia es de 6°C. La muestra del ápice pierde un porcentaje ligeramente mayor de masa (3 % aprox.) que la muestra de la base.

La tendencia encontrada se relaciona al hecho que las nanofibrillas de la zona basal son más desarrolladas que las del ápice, lo que se corrobora con los resultados de grado de polimerización y grado de cristalinidad. La muestra de la zona basal al tener una mayor cantidad de monómeros que constituyen su estructura, además de una mejor ordenación a

nivel molecular (índice de cristalinidad); será más rígida y por lo tanto se necesitará de mayor energía para su descomposición en comparación a la NCF apical.

Durante la descomposición térmica, la NCF pasa por una serie de etapas donde se descomponen y desprenden cada uno de sus componentes. En primer orden, ocurre el secado, donde se evapora agua contenida en la NCF; seguido la liberación de volátiles, el cual es el desprendimiento de celulosa y por último la carbonización que contienen como residuos a las cenizas y el carbono fijo de la biomasa.

La tabla 23 contiene los resultados de la cantidad de material volátil contenida en la NCF originara a cierta altura del eje longitudinal del fuste del árbol de bolaina.

Tabla 23: Cantidad Volátil en la NCF de bolaina

Sección	Material Volátil (%bms)
Alta	82,05 (n.s.)
Media	83,71 (n.s.)
Basal	82,34 (n.s.)

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes

La descomposición de la NCF originada de las diferentes secciones se dio desde aproximadamente los 250 °C y culmina entre los 360 °C. Es en ese rango donde se desprende la mayor cantidad de masa; 82,05; 83,71 y 82,31 por ciento para la NCF proveniente de la sección alta, media y baja, respectivamente. Los resultados no muestran diferencias significativas con respecto a este apartado. Los resultados son similares con Herrera (2019) quien obtuvo nanocelulosa a partir de Puntas de Abacá con un valor cercano al 80 por ciento de material volátil.

Herrera *et al.* (2019) menciona que la degradación de la celulosa empieza desde el rompimiento de los enlaces β 1-4 glucosídicos que componen el homopolímero, liberando a los monómeros de glucosa que debido a las altas temperaturas se volatilizan para luego obtener residuos de carbón.

4.4.6. Ensayo UV-Vis

En la figura 47 y 48, se observan los espectros obtenidos del experimento de adsorción. Se realizó el ensayo usando diferentes concentraciones iniciales del colorante de azul de metileno (10 y 20 ppm) para luego monitorear el cambio de concentración hasta llegar al equilibrio después de ser expuestos a dos diferentes pesos de NCF obtenida de fibras de bolaina.

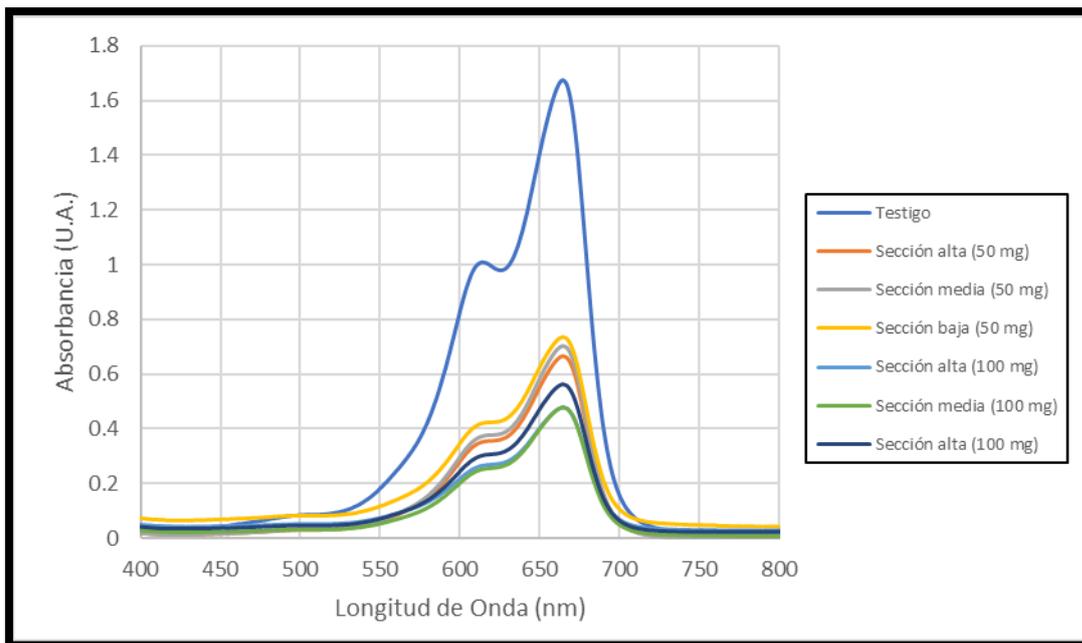


Figura 47. Espectro de Adsorción de azul de metileno con una concentración inicial de 10 ppm

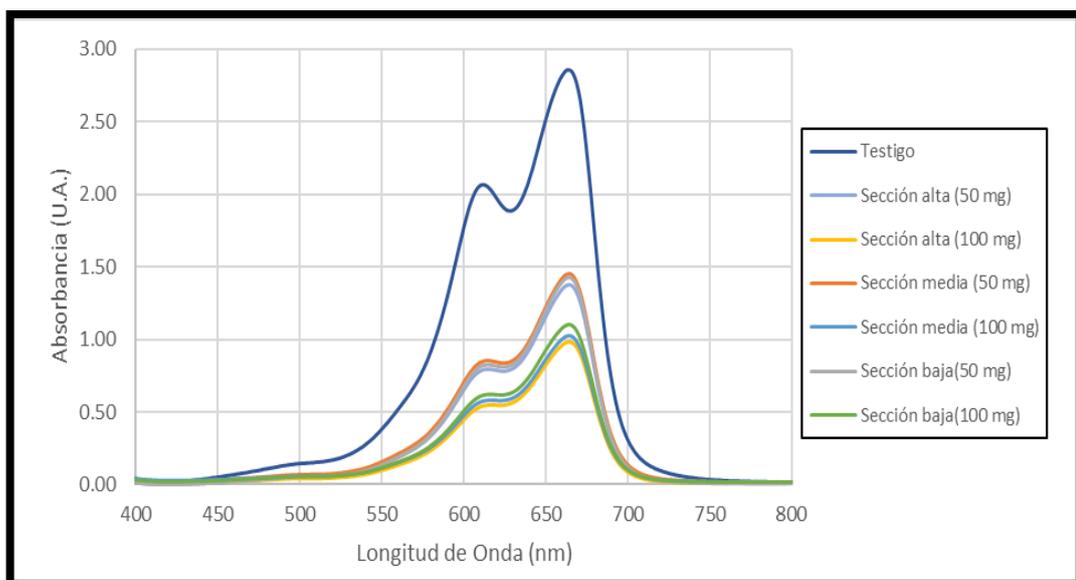


Figura 48. Espectro de Adsorción de azul de metileno con una concentración inicial de 20 ppm

El uso de azul de metileno como colorante testigo se justifica al hecho de ser un reactivo soluble en agua y de fácil detección en el equipo espectro-fotométrico. Merck (2015) menciona que la lectura de absorbancia en el espectro para el reactivo azul de metileno se realiza a la longitud de onda de 664 nm. En ese sentido, al observar los espectros a dicha longitud, se tienen diferentes picos de absorción de radiación UV. El pico de mayor absorción indica la presencia del colorante de azul de metileno puro sin haberse aplicado NCF (Línea azul), mientras que los picos de menor intensidad hacen alusión a la presencia del colorante, pero a una menor concentración con respecto a la inicial debido a la adsorción de este por parte de la NCF.

En la tabla 24 se muestran los valores de concentración inicial del colorante de azul de metileno y la concentración de equilibrio de la misma después de ser expuestos a dos pesos diferentes de NCF preparada a partir de fibras de bolaina.

Tabla 24: Valores de remoción de azul de metileno en diferentes concentraciones con uso de NCF

Concentración inicial de azul de metileno	Masa de adsorbente (NCF)	Sección	Ce (mg/L)	qe (mg/g)
20 mg/L	50 mg	Alta	9,51	10,34
		Media	10,06	9,97
		Baja	9,89	9,98
	100 mg	Alta	6,74	6,51
		Media	7,07	6,47
		Baja	7,56	6,17
10 mg/L	50 mg	Alta	3,84	6,83
		Media	4,14	6,52
		Baja	4,34	6,21
	100 mg	Alta	2,96	3,85
		Media	3,04	3,78
		Baja	3,55	3,51

Ce: Concentración de equilibrio y qe: Adsorción específica

Mediante la tabla 25, se observan los resultados obtenidos para la capacidad remoción de azul metileno expresados en porcentaje. Los resultados para las diferentes secciones no siguieron una distribución normal, por lo que el análisis estadístico se atribuyó a pruebas No Paramétricas como la Kruskal Wallis y la Mann -Whitney.

Tabla 25: Resultados de Adsorción de azul de metileno por NCF de diferentes secciones

Sección	% de remoción de azul de metileno
Alta	65 (a)
Media	62 (b)
Baja	61 (b)

Nota: Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes

Los resultados obtenidos validan una eficiencia por encima del 60 por ciento para la remoción del azul de metileno en diferentes concentraciones (10 ppm y 20 ppm) mediante el uso de NCF a dos diferentes pesos (50 y 100 mg). La capacidad de adsorción es significativamente mayor en la zona apical con un valor del 65 por ciento, seguido de la zona media y basal (que no muestran significante entre si) con valores de 62 y 61 por ciento, respectivamente.

Anteriormente, se mencionó que la NCF proveniente de la zona apical contiene una mayor área de zona amorfa en su estructura al presentar un índice de cristalinidad mucho menor a la zona media y basal; por lo tanto tiene más disponibilidad de generar enlaces con las moléculas que componen el reactivo azul de metileno.

El tiempo de contacto entre el adsorbato (Azul de metileno) y adsorbente (NCF) fue de dos horas en constante agitación a una temperatura ambiente del lugar de estudio. El tiempo de contacto es un parámetro importante porque indica el comportamiento cinético de adsorción para un adsorbente en una determinada concentración inicial de adsorbato (NASCIMENTO et al., 2014). Al aumentar la concentración inicial del adsorbato desde 10 ppm hasta 20 pmm, el porcentaje de remoción disminuye de 61,6% a 50,8% y de 70,2% a 64,3% para las masas de adsorbente de 50 y 100 mg de NCF, respectivamente. Esta tendencia se podría explicar al área superficial del adsorbato, el cual se relaciona a los sitios disponibles donde ocurre la adsorción. En ese sentido, a un mayor disponibilidad de sitios disponibles de adsorción a bajas concentraciones del adsorbato, gran parte de estas pueden ser removidas con mayor eficacia. Sin embargo, cuando se incrementa la concentración inicial del adsorbato, se aumentará la competencia por adherirse a los sitios disponibles por parte de las moléculas de azul de metileno y aun después de haber alcanzado el equilibrio, quedan moléculas en la

disolución, lo que reduce el porcentaje de remoción (Ahmad y Alrozi, 2010; Baskaralingam et al. 2007).

Para una mejor descripción del proceso de adsorción en este estudio, se realizaron isotermas de adsorción con los datos de la tabla 23. Los experimentos de isoterma de adsorción permiten determinar la capacidad máxima de adsorción, así como la interacción entre el adsorvato- adsorbente ((Nascimento *et al.*, 2014).

Los modelos de isotermas de adsorción realizados en esta investigación son los propuestos por Langmuir y Freundlich, los cuales se observan en la figura 49.

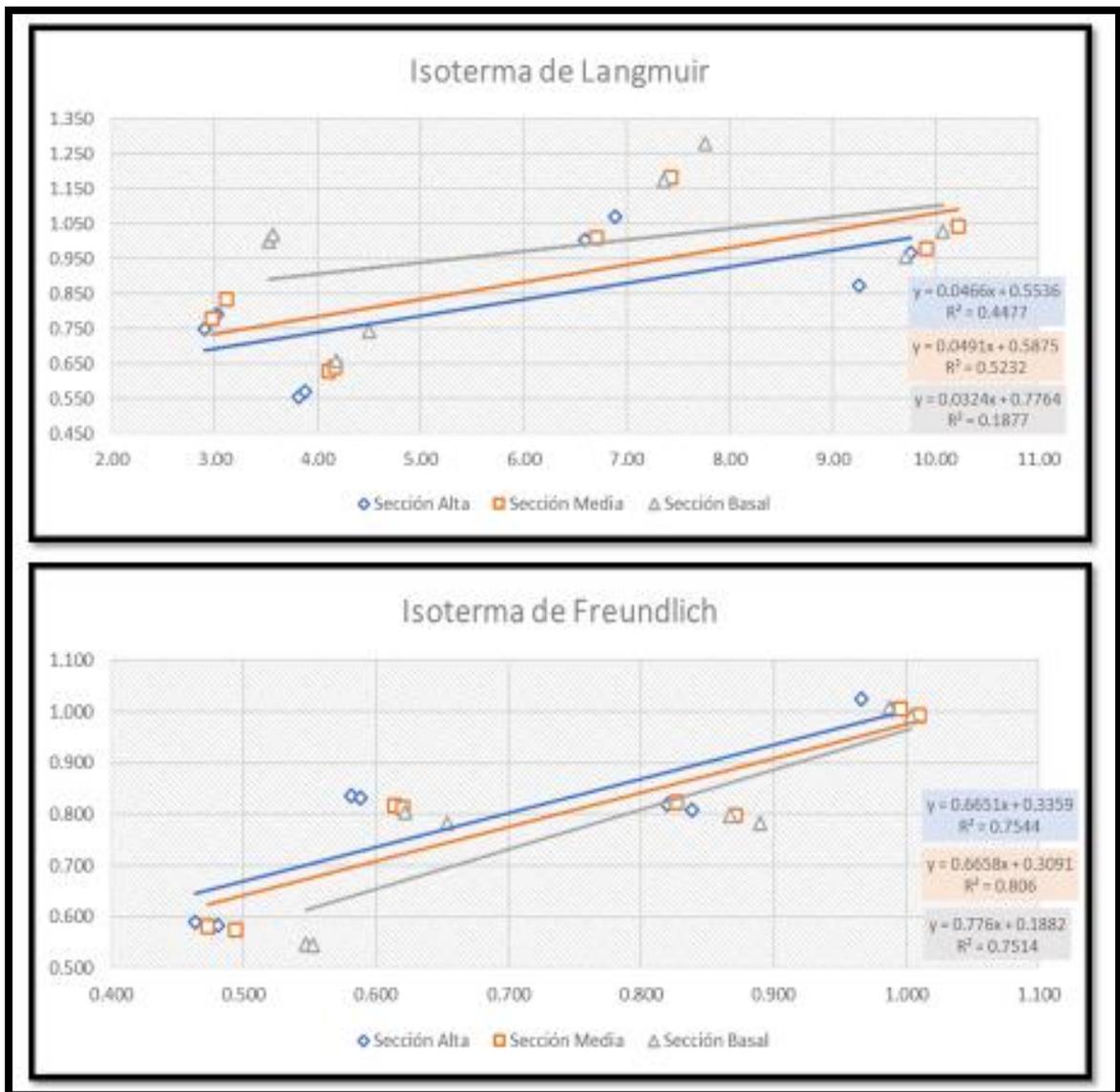


Figura 49. Isotermas de Adsorción

En la tabla 26 se presentan los resultados para los parámetros de adsorción y factores de regresión para los modelos de Langmuir y Freundlich usando NCF proveniente de tres diferentes secciones del eje longitudinal del fuste del árbol de bolaina.

Tabla 26: Parámetros de adsorción de Langmuir y Freundlich

Sección	Isoterma de Langmuir				Isoterma de Freundlich		
	q máx.	K _L	R _L	r ² _L	K _F	n	r ² _F
Alta	21,46	0,14	0,27	0,45	4,62	2,98	0,75
Media	20,37	0,16	0,24	0,52	4,63	3,24	0,81
Baja	30,86	0,17	0,23	0,19	5,97	5,31	0,75

Donde: q máx.: Adsorción máxima, K_L: Constante de Langmuir, R_L: Indicador de adsorción de Langmuir, K_F: Constante de Freundlich y n: Indicador de adsorción de Freundlich

Al analizar el efecto de adsorción bajo el modelo propuesto por Langmuir, se asume que la interacción de adsorción es en monocapa, es decir que la adsorción ocurre en un número finito de sitios disponibles, idéntico y equivalente, donde todos los sitios poseen la misma afinidad por el adsorbato (Menchaca, 2018). En ese sentido, es posible estimar la cantidad máxima de adsorbato que puede ser retenido por el adsorbente (NCF de bolaina). Al usar NCF liofilizada de bolaina de la zona apical, media y basal se obtuvieron absorciones máximas de 21,46 mg/g, 20,37 mg/g y 30,86; respectivamente. Por otro lado, mediante la constante de Langmuir se calcula el parámetro R_L, el cuál es catalogado como el factor de separación por Weber & Chakravorti en 1974. Este parámetro nos indica la naturaleza de la adsorción. El R_L obtenido para las NCF's obtenidas de las diferentes secciones se encuentran por encima de cero y menor a uno, lo cual indica que la adsorción es favorable para este material.

En contra parte con el modelo de Langmuir, el modelo de Freundlich no relaciona la adsorción en monocapa sino en multicapa. En donde se menciona que los sitios disponibles muestran distribuciones no uniformes propio de una superficie heterogénea (Freundlich, 1906). A diferencia del modelo de Langmuir, no se puede estimar la adsorción máxima por parte del adsorbente, pero si se puede determinar qué tipo de interacción hay entre la superficie heterogénea del adsorbente y el adsorbato mediante “n” que es el indicador de adsorción de Freundlich. La NCF obtenida de la zona apical, media y basal obtuvieron valores de “n” de 2,98; 3,24 y 5,31; respectivamente. Los valores obtenidos se interpretan

como una buena adsorción ya que se encuentran en el rango de 1 a 10, tal como lo mencionan diferentes autores (Suteu, Malutan, Bilba; 2010).

Para determinar cuál de los dos modelos de Isotherma se ajusta mejor a los datos de equilibrio obtenidos del proceso experimental de adsorción, se comparó los coeficientes de correlación de ambos modelos. Las isothermas de Langmuir presentan un R^2 de 0,45; 0,52 y 0,19 para la NCF originada de la sección apical, media y basal; respectivamente. Para las isothermas de Freundlich encontramos valores de R^2 de 0,75; 0,81 y 0,75 para la NCF originada de la sección apical, media y basal; respectivamente. Por lo tanto, se podría decir que el modelo propuesto por Freundlich es la que describe mejor el potencial de adsorción por parte de la NCF liofilizada de bolaina.

4.4.7. Caracterización total de NCF obtenida de tres diferentes secciones del eje longitudinal del fuste del árbol de bolaina

La tabla 27 contiene los resultados obtenidos de las diferentes técnicas analíticas realizadas en la presente investigación. Los campos encontrados en la tabla corresponden en primer lugar el origen del cual fue realizada la NCF con respecto al eje longitudinal del fuste, seguido del tratamiento realizado para su obtención, rendimiento del proceso (de madera a NCF), diámetro evaluado de las nanofibrillas, grado de polimerización, índice de cristalinidad, diámetro de cristales, estabilidad térmica, cantidad de material volátil y capacidad de adsorción de tinte de azul de metileno.

El diámetro de la NCF encontrado para la sección apical mostró dimensiones significativamente mayores a la sección media y basal, las cuales entre sí no hay significancia; se esperó que no exista dicha relación ya que las fibrillas procedentes desde la zona basal son más desarrolladas y rígidas que las de la zona media y apical, tal como se demostró con el grado de polimerización; donde la relación descrita anteriormente se cumple. Sin embargo, los haces de nanofibrillas correspondientes para cada muestra en cada sección no fueron medidas en su totalidad, solo se midieron los haces visibles, afectando posiblemente la comparación estadística. Con respecto a la longitud de las nanofibrillas para las muestras procedente de las diferentes secciones, estas no se pudieron medir en las imágenes SEM obtenidas, por lo que probablemente hayan conservado el largo de las fibrillas originales en una escala micrométrica. Con respecto a la morfología de la NCF obtenida por el método usado en la presente investigación, esta pueda tener una aplicación en la industria papelera, donde se usa a la NCF como agente de refuerzo en papeles vírgenes o reciclados, debido a su dimensión nanométrica en su diámetro tienen mayor capacidad de fibrilación además de mantener su largo, haciendo los papeles más fuertes.

Tabla 27: Resultados de caracterización de NCF obtenida de la madera de bolaina

	Nivel	Tratamiento	Rendimiento (%)	DNF (nm)	GP	IC (%)	DC (nm)	TG (°C)	Material Volátil (%)	Remoción de azul de metileno (%)
NCF	Apical	Molienda mecánica	32,1	84 (a)	211 (c)	76	3.0	335	82,05 (n.s.)	65 (a)
	Media		33,6	75 (b)	249 (b)	93	3.6	-	83,71 (n.s.)	62 (b)
	Basal		31,0	69 (b)	300 (a)	96	3.4	341	82,34 (n.s.)	61 (b)

Donde: DNF: diámetro de nanofibrillas; GP: grado de polimerización; IC: índice de cristalinidad; DC: diámetro de cristales; TG: termoestabilidad

Nota: Las medias que no comparten una letra en una misma columna son significativamente diferente

Por otro lado, al analizar la zona ordenada de la NCF originada de diferentes secciones, encontramos que la zona basal contiene una mayor proporción de zona cristalina con respecto a la sección media y esta última mayor a la sección apical. La relación encontrada no se explica a un hecho anatómico como tal, sino a una reordenación de la estructura debido a los procesos químicos realizados durante la obtención de la pasta celulósica, así como el blanqueamiento de la misma. En ese sentido, la NCF de la zona basal fue más propensa a dicha reordenación de sus moléculas, seguido de la zona media y apical; afectando otras propiedades como la termoestabilidad de la misma, donde al presentar una zona más ordenada desde la sección basal hasta la zona apical, su degradación contra la temperatura es mayor; tal como se muestra en los resultados obtenidos del ensayo TGA; además también afecta la adsorción del tinte de azul de metileno, la zona apical al tener menor grado de cristalinidad con respecto a la zona media y basal, tiene una mayor proporción de zona amorfa por lo que tiene más capacidad de enlace con las moléculas del tinte. La capacidad de adsorción de la NCF, hace que no solo sea visto como material de refuerzo en papeles, sino además puede mejorar la retención de la tinta de bolígrafos, plumones, etc.

La producción de NCF es una opción a evaluar bajo el concepto de la biorrefinería. De tal manera que se genere una estrategia que otorgue un valor agregado a fuentes lignocelulósicas que se encuentren con gran disponibilidad en Perú. Ehman (2019) a modo de comentario tras su investigación acerca de NCF proveniente de fuentes lignocelulósicas en Argentina, menciona que la producción de NCF es una alternativa viable que está acompañada de otros subproductos que pueden ser usados, de tal manera que se genere un aprovechamiento integral de la materia prima.

V. CONCLUSIONES

1. El rendimiento de la Nanocelulosa fibrilar (NCF) obtenida desde madera de bolaina de tres secciones del fuste de tres años y medio de edad fue en promedio 32 por ciento
2. Las microfibrillas de la sección apical presentaron mayor diámetro con respecto a las microfibrillas de las secciones media y basal.
3. La cristalinidad y el grado de polimerización de la NCF obtenida fue mayor en la sección basal, aumentando su termoestabilidad en comparación a la NCF proveniente de la sección media y apical, respectivamente.
4. La NCF obtenida presentó características de adsorción favorables, donde la proveniente de la sección apical fue la que mostró mejores resultados. Se puede proponer que la NCF obtenida de madera de bolaina mediante molienda mecánica puede tener un uso en la industria papelera como agente de refuerzo y mejora en propiedades de adsorción de tintes.

VI. RECOMENDACIONES

1. Realizar investigaciones complementarias con respecto al uso e influencia de NCF de bolaina en la elaboración de productos como el papel.
2. Realizar estudios sobre obtención de nanocelulosa de bolaina, aplicando otros métodos.
3. Analizar el mercado peruano para la producción de nanocelulosa a escala industrial, iniciando por una planta piloto.

VII. BIBLIOGRAFÍA

- Abreu, L. C., Igarza, U. O., & Machado, E. C. (2004). Composición química de tres maderas en la provincia de Pinar del Río, Cuba a tres alturas del fuste comercial. Parte N° 1: *Corymbia citriodora*. *Revista Chapingo. Serie Ciencias Forestales y del Ambiente*, 10(1), 57-62.
- Ahmad, A.L.; Loh, M.M.; Aziz, J.A. (2007). Preparation and characterization of activated carbon from oil palm wood and its evaluation on methylene blue ad-sorption. *Dyes Pigm.* 75(2):263-272
- Ahmad, M.A. and Alrozi, R. (2010) Optimization of Preparation Conditions for Mangosteen Peel-Based Activated Carbons for the Removal of Remazol Brilliant Blue R Using Response Surface Methodology. *Chemical Engineering Journal*, 165, 883-890. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.10.049>
- Area, M. C. (2007). Blanqueo de pulpas celulósicas. *Papel y Tisú*, mayo 2007. https://www.researchgate.net/profile/MariaArea/publication/292112084_Elementary_Chlorine_Free_EFC_technology_continues_gaining_place_in_bleaching_of_cellulosic_pulps/links/593a86c0aca2723334068717/Elementary-Chlorine-Free-EFC-technology-continues-gaining-place-in-bleaching-of-cellulosic-pulps.pdf
- Balea Martín, A. (2017). *Celulosa nanofibrilada y su aplicación en la industria papelera para la mejora de productos reciclados* [Universidad Complutense de Madrid]. <https://eprints.ucm.es/51702/1/T40982.pdf>
- Barra Roa, R. E. (2019). *Modificación superficial de nanocelulosa utilizando estrategias de química verde y sustentable* [Universidad de Concepción]. <http://repositorio.udec.cl/jspui/handle/11594/5907>
- Baskaralingam, P.; Pulikesi, M.; Ramamurthi, V.; Sivanesan, S. (2007). Modified hectorites and adsorption studies of a reactive dye-technical note. *Appl. Clay Sci.* 37(1-2):207-214
- Beekman, H. (2016). Wood anatomy and Trait-based ecology. *IAWA Journal*, 37(2), 127–151. <https://doi.org/10.1163/22941932-20160127>

- Benavides Rodríguez, L., Sibaja Ballesteros, M. R., Vega-Baudrit, J. R., Camacho Elizondo, M., & Madrigal-Carballo, S. (2010). Estudio cinético de la degradación térmica de quitina y quitosano de camarón de la especie “*Heterocarpus vicarius*” empleando la técnica termogravimétrica en modo dinámico. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 11(7),558–573.
<http://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=3694239&info=resumen&idioma=SPA>
- Borja Muñoz, B. (2018). *Síntesis y caracterización de nanocelulosas de orígenes diversos* [Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona].
<https://upcommons.upc.edu/handle/2117/120299>
- Börjesson, M. y Westman, G. (2015) Crystalline nanocellulose-preparation, modification and properties. INTECH. <https://www.intechopen.com/books/cellulose-fundamental-aspects-and-current-trends/crystalline-nanocellulose-preparation-modification-and-properties>
- Cabasmango Guasgua, E. M., Arteaga Chinche, K. A., Sánchez Naranjo, A. R., Navarro Merino, B. F., & Jácome Pilco, C. R. (2021). Técnicas de extracción de celulosa en residuos agroindustriales. *Revista Pertinencia Académica*, 5, 1–12.
<https://doi.org/https://doi.org/10.5281/zenodo.5739370>
- Campano, C., Balea, A., Blanco, A., & Negro, C. (2016). Enhancement of the fermentation process and properties of bacterial cellulose: a review. *Cellulose*, 23(1), 57–91.
<https://doi.org/10.1007/s10570-015-0802-0>
- Carchi Maurat, D. E. (2014). *Aprovechamiento de los Residuos Agrícolas provenientes del cultivo de Banano para obtener Nanocelulosa* [Universidad de Cuenca].
<http://dspace.ucuenca.edu.ec/bitstream/123456789/5292/1/tesis.pdf>
- Carrillo Huamani, Y., & Llaiqui Taco, R. (2020). *Películas bionanocompuesto activas a base almidón de Tunta (*Solanum tuberosum*) y extracto de Tumbo serrano (*Passiflora mollisima*) con nanocelulosa de tallos de Quinoa (*Chenopodium quinoa Willd*)* [Universidad Peruana Unión].
https://repositorio.upeu.edu.pe/bitstream/handle/UPEU/4070/Yesmina_Tesis_Licenciatura_2020.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Castro, C. y Delgado, F. (2016). *La nanocelulosa: Propiedades y Aplicaciones*.

- Césare, M. F., Hilario, F., Callupe, N., Cruz, L., Caller, J. L., & Gonzales, H. E. (2019). Caracterización Química Y Física Del Bambú. *Avances En Ciencias e Ingeniería*, 10(4), 113.
<http://www.executivebs.org/publishing.cl/%0Ahttps://www.executivebs.org/publishing.cl/a ci/2019/Vol10/Nro4/1-ACI1336-19-full.pdf>
- Chavesta, M., Montenegro, R., Romedo, J., Tomazello-Filho, Carnerio, M., & Nisgoski, S. (2022). Calorimetría y densitometría en madera de Guazuma crinita. *Maderas-Cienc Tecnol*, 24, 1–20. <https://doi.org/10.4067/S0718-221X2022005XXXXXX>
- Cipra Rodriguez, J. A. (2020). *Evaluacion de tableros MDF producidos con residuos de madera de bolaina blanca (Guazuma crinita Mart) proveniente de una plantacion forestal* [Universidad Nacional Agraria La Molina]. <http://190.119.243.88/bitstream/handle/UNALM/4593/cipra-rodriguez-jose-alberto.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Clavijo, J. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Revista Elementos*, Vol. 3. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5085347>
- Códova Contreras, A. (2018). *Evaluación de las propiedades físico-mecánicas del material compuesto bolaina blanca (Guazuma crinita C. Martius) con polipropileno* [Universidad Nacional Agraria La Molina]. <http://repositorio.lamolina.edu.pe/bitstream/handle/UNALM/2131/L02-C389-T.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Cuellar, A., & Muñoz, I. (2010). Fibra de guadua como refuerzo de matrices poliméricas. *Dyna*, 77(162), 137142.
- Cueva Cartagena, F. M. (2011). *Crecimiento de Guazuma crinita C. Martius (bolaina blanca) bajo efectos de mezcla entre fertilizante de fuentes inorgánica y orgánica en Tingo María*. [Tesis de ingeniería, Universidad Nacional Agraria de la Selva]. Repositorio Institucional UNAS.
- Dalle Vacche, S., Karunakaran, V., Ronchetti, S. M., Vitale, A., & Bongiovanni, R. (2021). Nanocellulose from Unbleached Hemp Fibers as a Filler for Biobased Photocured Composites with Epoxidized Cardanol. *Journal of Composites Science*, 5(1), 11. <https://doi.org/10.3390/jcs5010011>

- Del Mar, M. (2011). Espectroscopía Ultravioleta-Visible (UV-Vis). *Técnicas de análisis y caracterización de materiales*. Madrid, España. <http://digital.casalini.it/9788400108618>
- Delgado Aguilar, M. (2019). *Usos y aplicaciones de la nanocelulosa*. [http://www.afcparg.org.ar/jcp2019/Sala 2/AFCP - Delgado-AguilarM.pdf](http://www.afcparg.org.ar/jcp2019/Sala%20AFCP-Delgado-AguilarM.pdf)
- Draman, S. F. S., Daik, R., & Mohd, N. (2016). Eco-friendly extraction and characterization of cellulose from Lignocellulosic fiber. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(16), 9591–9595.
- Ehman, N. V. (2019). *Nanocelulosa a partir de residuos agro y forestoindustriales* [Universidad Nacional de Misiones]. https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/80941/CONICET_Digital_Nro.29e13ccb-f7f1-40cb-aef2-41f29c4000f4_B.pdf?sequence=5&isAllowed=y
- Elanthikkal S, Gopalakrishnanpanicker U, Varghese S, Guthrie JT (2010) Microfibras de celulosa producidas a partir de desechos de plantas de banano: aislamiento y caracterización. *Polímeros de carbohidratos* 80: 852-859.
- F. Jiang and Y.-L. Hsieh, "Cellulose nanocrystal isolation from tomato peels and assembled nanofibers". *Carbohydrate polymers* 122: 60-68, 2015.
- Freundlich, H.M.F. 1906. Over the adsorption in solution. *J. Phys. Chem.* 57:385-47
- Fuenmayor, C., & Park, S. W. (2007). *Evaluación del efecto de la carga alcalina y factor H en el pulpeo kraft de Pinus Caribaea var . hondurensis de las plantaciones de CVG-PROFORCA – Venezuela. December.*
- García Martínez, R. M. (2009). *Síntesis y caracterización de nanopartículas a partir de celulosa de Eucalyptus saligna y de hojas de maíz* [Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo]. http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/bitstream/handle/DGB_UMICH/166/FIT-ECMA-M-2009-0002.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Gonzales Mora, E., & Bueno Zarate, J. (2012). Influencia de la lignina residual en las propiedades físico - mecánicas de la pulpa química al sulfato de huamansamana (Jacaranda copaia Aubl.). *Revista Forestal Perú*, 13(2), 1–31. http://redpeia.minam.gob.pe/admin/files/item/4d8140f161229_MODULO_III_Identificacion_de_especies_de_flora_silvestre_y_productos_derivados_comercializados_co.pdf
- Gonzales, H. (2013). *Productos Forestales de Transformación Química*. http://www.academia.edu/7993070/Transformación_Química_de_la_madera?auto=download

- Gratelli Sánchez, W. (2017). *Evaluación Física De La Pulpa Química A La Soda Para Papel De La Especie Guazuma crinita (bolaina blanca), Proveniente De Una Plantación en el Centro Poblado San Pablo De Tushmo - Yarinacocha* [Universidad Nacional de Ucayali]. <http://repositorio.unu.edu.pe/bitstream/handle/UNU/4069/000006TPSE.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Gutiérrez, A., del Río, J.C., González-Vila, F.J. y Romero, J. 1998. Variation in the composition of wood extractives from *Eucalyptus globulus* during seasoning. *J. Wood Chem. Technol.* 18:439–446.
- Henriksson M.; Henriksson G.; Berglund L y Lindström T. (2007). An environmentally friendly method for enzyme-assisted preparation of microfibrillated cellulose (MFC) nanofibers. *Eur. Polym. J.*, 43, 8, 3434–3441.
- Herrera Terán, M. P. (2018). *Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de puntas de Abacá* [Escuela Politécnica Nacional]. <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/19544/1/CD-8942.pdf>
- Herrera, M., & Bonilla, L. S. O. (2019). Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de Puntas de Abacá. *Afinidad*, 76(586), 123–131.
- Hillman, D. (1998). Speciality Market Pulps and Their Function in Specialty Papers.
- Hu, C., Zhao, Y., & Li, K. (2014). Optimización de la fibrilación de celulosa para la producción de nanofibrillas de celulosa mediante un triturador de discos. *Bibliotecas de La Universidad de Georgia*. <https://doi.org/10.1515/hf-2014-0219>
- INIA (Instituto Nacional De Innovación Agraria). 1996. Manual de identificación de especies forestales de la Subregión Andina, INIA– OIMT. PD 150/91. Lima, Perú.
- Javier-Astete, R., Jimenez-Davalos, J., & Zolla, G. (2021). Determination of hemicellulose, cellulose, holocellulose and lignin content using FTIR in *Calycophyllum spruceanum* (Benth.) K. Schum. and *Guazuma crinita* Lam. *PLoS ONE*, 16(10), e0256559. <https://doi.org/10.1371/JOURNAL.PONE.0256559>
- Johar, N.; Ahmad, I. y Dufresne, A. (2012). "Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk". *Industrial Crops and Products*, vol. 37, pp. 93-99.
- Klemm, D., Heublein, B., Fink, H-P., Bohn, A. (2011). *Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material*. *Angewandte Chemie International Edition*. vol. 36

- Kumar, A.; Negi, Y. S.; Choudhary, V. y Bhardwaj, N. K. (2014). "Characterization of cellulose nanocrystals produced by acid-hydrolysis from sugarcane bagasse as agro-waste," *Journal of Materials Physics and Chemistry*, vol. 2, pp. 1-8.
- Larkin, P. J. (2018). *Infrared and Raman spectroscopy: principles and spectral interpretation*, 2 edn. Elsevier, Amsterdam, Netherlands.
- Lee, K.-Y.; Tang, M.; Williams, C.K.; Bismarck, A. (2012). *Composites Science and Technology*. n. 72. pp. 1646–1650.
- Luisa, M., García, R., & González, J. (2006). *Manual Básico de Operación del equipo de Difracción de Rayos-x Rigaku DMAX 2200 Versión 2006 Octubre del 2006 Prólogo*.
- Malpartida Isaac, C. V. (2010). *Determinación De La Composición Química De La Especie Bolaina Blanca (Guazuma Crinita Mart.) Procedente Del Sector Cadena- Tingo María* [Universidad Nacional Agraria de la Selva]. <http://repositorio.unas.edu.pe/bitstream/handle/UNAS/556/T.FRS-159.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Manals Cutiño, E., Penedo Medina, M., & Giralt Ortega, G. (2011). Análisis Termogravimétrico Y Térmico Diferencial De Diferentes Biomásas Vegetales. *Tecnología Química*, 31(2), 180–190. http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852011000200005
- Mandal, A., & Chakrabarty, D. (2011). Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. *Carbohydrate Polymers*, 86(3), 1291-1299. doi: 10.1016/j.carbpol.2011.06.030
- Marx-Figini M. y Schulz G. (1962). "Die viskosimetrische Molekulargewichtsbestimmung von Cellulosen und Cellulosenitraten unter Standardbedingungen, *Macromolecular chemistry and Physics*, 38, 102–118
- Marx-Figini M., Figini V. (1995). "Studies on the mechanical degradation of cellulose", *Macromolecular Material and Engineering*, 224, 179–189.
- McMurry, J. (2008). "Química Orgánica" 5ª Edición. Cengage Learning Editors S.A. Distrito Federal, México . pag. 1224.
- Megashah, L. N., Ariffin, H., Zakaria, M. R., Hassan, M. A., Andou, Y., & Padzil, F. N. M. (2020). Modification of cellulose degree of polymerization by superheated steam treatment for versatile properties of cellulose nanofibril film. *Cellulose*, 27(13), 7417–7429. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03296-2>

- Melgar, A., Borge, D., & Pérez, J. F. (2008). Estudio cinético del proceso de Devolatilización de biomasa Lignocelulósica mediante análisis termogravimétrico para tamaños de partícula de 2 a 19 mm. *DYNA*, 75(155), 123–131. <https://www.redalyc.org/pdf/496/49611953013.pdf>
- Miguel, M.; Iwakiri, S.; Trianoski, R.; Gonzales, H. & Miguel, C. (2019). Producción de tableros de partículas con Bolaina (Guazuma crinita Mart.) procedente de una plantación de cuatro años. *Ciência da Madeira (Brazilian Journal of Wood Science)*, 10(2), 197-204. doi: 10.12953/2177-6830/rcm.v10n3p197-204
- Moya R., R., Starbird P., R., Navarro M., A., & Gaitán A., J. (2018). *Aplicación de nanocelulosa de una fuente lignocelulósica (mata de piña) en el reforzamiento de un producto compuesto de madera*. [https://repositoriotec.tec.ac.cr/bitstream/handle/2238/10800/Aplicación_de_nanocelulosa_de_una_fuente_lignocelulósica_\(mata_de_piña\)_en_el_reforzamiento_de_un_producto_compuesto_de_madera.pdf?sequence=1](https://repositoriotec.tec.ac.cr/bitstream/handle/2238/10800/Aplicación_de_nanocelulosa_de_una_fuente_lignocelulósica_(mata_de_piña)_en_el_reforzamiento_de_un_producto_compuesto_de_madera.pdf?sequence=1)
- Nascimento, R. F; Lima, A. C. A de Vidal, C. B.; Melo, D. Q.; Raulino, G. S. C. (2014). *ADSORCIÓN: aspectos teóricos y aplicaciones ambientales*. Fortaleza: Imprensa Universitária,
- Navatta Tutor, M., & Méndez, E. (2013). *Caracterización De Hidroxiapatitas Sintéticas Nanoestructuradas Mediante Espectroscopía Infrarroja (Ftir) Y Difracción De Rayos X (Xrd)*. <https://www.colibri.udelar.edu.uy/jspui/bitstream/20.500.12008/1565/1/uy24-16565.pdf>
- Oancea, A.; *et al.* (2012). Espectro de reflexión infrarroja de laboratorio de hidratos de clatrato de dióxido de carbono para aplicaciones de teledetección astrofísica. *Revista Icarus* Vol. 221 (2), 900 – 910. <https://doi.org/10.1016/j.icarus.2012.09.020>
- Orea Igarza, O., Carballo Abreu, L., & Cordero Machado, E. (2004). Composición química de tres maderas en la provincia de pinar del río, cuba a tres alturas del fuste comercial. *Revista Chapingo Serie Ciencias Forestales y Del Ambiente*, 10, 71–75. <https://www.redalyc.org/pdf/629/62910201.pdf>

- Panshin, A; De Zeeuw, C. 1980. Textbook of Wood Technology. Mc Graw-Hill Book Company. 4 th. Ed. New York, United States of America. 688 p.
- Pech Cohuo, S. C. (2018). *Obtencion y modificacion de nanocristales de celulosa de residuos de Agave Tequilana Weber para la producción de nanorefuerzos para poli (ácido láctico)* [Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C.].
- Piccone Sandoval, M. F. (2019). *Caracterización anatómica de la madera de 10 clones de Guazuma crinita Mart. de 3 años de Huánuco-Perú* [Universidad Nacional Agraria La Molina]. <http://repositorio.lamolina.edu.pe/bitstream/handle/UNALM/3888/piccone-sandoval-mayra-fiorella.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Piqué, T., & Vázquez, A. (2012). Uso de espectroscopía infrarroja con transformada de fourier (ftir) en el estudio de la hidratación del cemento. *Investigación y Desarrollo*, 3(2), 62–71. <http://www.scielo.org.mx/pdf/ccid/v3n2/v3n2a4.pdf>
- Ponce, S., Chavarria, M., Norabuena, F., Chumpitaz, D., & Gutarra, A. (2020). Cellulose Microfibrils Obtained from Agro-Industrial Tara Waste for Dye Adsorption in Water. *Water, Air, and Soil Pollution*, 231(10). <https://doi.org/10.1007/s11270-020-04889-0>
- Pulido Barragán, E., Morales Cepeda, B., Zamudio Aguilar, M., & Lugo del Angel, F. (2016). Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de tule (*Typha domingensis*). *Artículo Revista de Energía Química y Física Marzo*, 3(6), 31–38. www.ecorfan.org/bolivia
- Rabinowicz, Serla. (1955). Grado de polimerización y fraccionamiento molecular de la celulosa. (Tesis Doctoral. Universidad de Buenos Aires. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales.). Recuperado de http://hdl.handle.net/20.500.12110/tesis_n0872_Rabinowicz
- Ramesh, S., & Radhakrishnan, P. (2019). Cellulose nanoparticles from agro-industrial waste for the development of active packaging. *Applied Surface Science*, 484, 1274-1281
- Revilla, J.M. (2015). Viabilidad económica de plantaciones demostrativas de BOLAINA BLANCA (*Guazuma crinita C. Mart.*) en la cuenca del río Aguaytía, Ucayali -Perú. M.Sc. Lima, Perú. Universidad Nacional Agraria La Molina. 144 p.
- Reynel, C., Pennington, R., Pennington, T., Flores, D., Daza, C. A. (2003). Árboles útiles de la Amazonía Peruana, Manual de identificación ecológica y propagación de las especies. Lima, Perú: Universidad Nacional Agraria La Molina

- Rigg, P. (2018). *Efecto de la adición de micro-nanocelulosa cristalina en adhesivos y su aplicación en aglomerados de madera de especies forestales tropicales* [Instituto Tecnológico de Costa Rica]. https://repositoriotec.tec.ac.cr/bitstream/handle/2238/9783/efecto_adición_micro-nanocelulosa_cristalina_adhesivos.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Rivas Siota, S. (2014). *Valorización de hemicelulosas de biomasa vegetal* [Universidad de Vigo]. <https://docplayer.es/124136227-Valorizacion-de-hemicelulosas-de-biomasa-vegetal.html>
- Rivera, P., & Uceda, M. (2014). Características Físico - Químicas De La Madera Y Carbón De Once Especies Forestales De La Amazonia Peruana. *Revista Forestal Del Perú*, 14(2), 1–8.
- Ruiz-Hitzky, E., Aranda, P., Darder, M., & González del Campo, M. del M. (2016). *Material composite de nanocelulosa y arcillas fibrosas, procedimiento de fabricación y uso* (Patent No. 2558472).
- Segal, L; Creely, J.J; Martin, A.E.; Conrad, C.M. (1959). An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, 29: 786 -764.
- Siró I; Plackett D. (2010) .Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. *Cellulose*, 17, 3, 459–494

Specialty Technical Papers 98. San Francisco, EE.UU.: Intertech.
- Stuart, B. (2004). *Infrared spectroscopy: Fundamentals and applications*. John Wiley and Sons Ltd, Chichester, England.
- Tárres Farrés, J. A. (2017). Endo- β -1,4-glucanasa para la fabricación de micro/nanocelulosa: propiedades y aplicaciones. In *TDX (Tesis Doctorals en Xarxa)*. <http://www.tdx.cat/handle/10803/456211>
- Ushiñahua Ramírez, D. (2016). *Comportamiento Fenológico Preliminar De Bolaina En La Provincia De San Martín, Región San Martín*. <http://repositorio.inia.gob.pe/bitstream/inia/216/1/HD-1-2016-Bolaina.pdf>
- Varnero, M. T., Quiroz, M. S., & Álvarez, C. H. (2010). *Utilización de residuos forestales lignocelulósicos para producción del hongo ostra (Pleurotus ostreatus)*. *Información tecnológica*, 21(2), 13-20.

- Vázquez Palacios, M. G. (2018). *Producción y caracterización de nanofibras de celulosa desde diferentes especies de eucalyptus para biomateriales en base de celulosa* [Universidad de Concepción]. <http://repositorio.udec.cl/jspui/handle/11594/3005>
- Venson, I. (2019). *Nanocelulosa y nanotecnología: preparación, análisis y aplicación. Oportunidades en investigación*. https://fcf.unse.edu.ar/archivos/posgrado/programas/2019_programa_curso_posgrado_nanocelulosa.pdf
- VILLEN, M. (2007). Correctores biodegradables de carencias de Ca y micronutrientes: determinación del elemento complejo, reactividad y efectividad. Madrid, España. En línea: <http://portal.uam.es/portal/page/profesor/epd2/profesores/prof1046/enlaces/tesis%20final%20OM.%20Viii%E9n.pdf>
- Visakh, P.; Thomas, S. (2010). Preparación de bionanomateriales y sus nanocompuestos poliméricos a partir de residuos y biomasa. Springer, 121-134. <https://doi.org/10.1007/s12649-010-9009-7>

VIII. ANEXOS

8.1. Ensayo Kappa

Procedimiento: Cierta cantidad de masa con humedad conocida de pulpa blanca, es desintegrada en agua destilada. Luego a la solución se le agrega KMnO_4 0.1N y H_2SO_4 0.2 N y es agitada a un tiempo determinado para luego agregar unas gotas de almidón al 0.2%. Por último, a la nueva solución en agitación se titula con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.2N hasta que la solución llegue a una apariencia incoloro.

Para el cálculo de la lignina residual se usó la siguiente formula la cual está contemplada en la norma, donde:

$$\log K = \log \frac{p}{w} + 0.00093(p - 50)$$

w: peso seco de la muestra (pulpa)

p: gasto de la solución de tiosulfato de potasio

K: variable Klasson determinará

$$K \times 0.13 = \% \text{ de Lignina Klason}$$

8.2.Determinación química del contenido de extractivos en etanol

	PM	PME	W EXTR	W MUESTRA	CH ME	W SECO	Ren (%)
A1	126.65	126.73	0.09	5.24	17.28	4.33	1.99
M1	181.00	181.10	0.10	5.28	21.07	4.17	2.30
B1	110.17	110.39	0.22	5.85	28.34	4.19	5.26
A2	113.55	113.61	0.06	5.46	19.67	4.38	1.33
M2	133.71	133.86	0.15	5.50	23.26	4.22	3.51
B2	181.00	181.07	0.07	6.29	24.43	4.75	1.44
A3	127.43	127.52	0.09	6.10	20.33	4.86	1.79
M3	110.14	110.24	0.09	6.33	20.99	5.00	1.88
B3	113.53	113.61	0.08	6.16	26.93	4.50	1.87

8.3.Determinación química del contenido de Holocelulosa

	CH	WHMSE	WSMSE	W vaso	W vaso con Hol.	W holo	W impurezas	% Holo
A1	42.60	2.03	1.16	42.05	42.98	0.93	0.05	75.98
M1	40.85	2.00	1.19	41.62	42.55	0.94	0.05	75.07
B1	54.20	2.02	0.92	24.54	25.29	0.74	0.05	75.33
A2	44.44	2.00	1.11	24.20	25.12	0.91	0.05	77.80
M2	50.66	2.01	0.99	24.30	25.09	0.80	0.05	76.14
B2	34.11	2.01	1.32	39.16	40.24	1.08	0.05	78.18
A3	45.42	2.00	1.09	23.72	24.63	0.90	0.05	78.66
M3	40.69	2.01	1.19	42.05	43.03	0.97	0.05	77.89
B3	42.89	2.01	1.15	41.64	42.58	0.94	0.05	78.02

8.4.Determinación química del contenido de Lignina

	CH	WHMSE	WSMSE	W vaso	W vaso con lig.	W Lignina	% Lignina
A1	42.60	1.00	0.57	39.16	39.30	0.13	23.50
M1	34.14	1.00	0.66	42.06	42.21	0.15	22.92
B1	54.20	1.02	0.47	39.16	39.27	0.11	23.53
A2	46.44	1.01	0.54	23.72	23.85	0.13	23.22
M2	50.66	1.01	0.50	24.21	24.32	0.11	22.62
B2	64.59	1.01	0.36	42.05	42.13	0.08	22.84
A3	45.42	1.00	0.55	41.62	41.74	0.12	22.61
M3	40.69	1.00	0.60	42.12	42.26	0.13	22.51
B3	42.89	1.00	0.57	41.62	41.75	0.13	22.47

8.5.Determinación química del contenido de alfa- celulosa

	CH	WHMSE	WSMSE	W vaso	W vaso con celulosa	W Celulosa	% Celulosa
A1	42.60	1.01	0.58	41.99	42.30	0.30	52.86
M1	34.14	1.00	0.66	39.16	39.51	0.35	52.58
B1	54.20	1.00	0.46	36.85	37.09	0.24	52.09
A2	46.44	1.01	0.54	23.73	24.02	0.29	53.79
M2	50.66	1.01	0.50	24.23	24.48	0.26	52.02
B2	64.59	1.01	0.36	24.31	24.50	0.19	53.02
A3	45.42	1.00	0.55	37.34	37.63	0.29	53.26
M3	40.69	1.01	0.60	39.16	39.48	0.32	53.20
B3	42.89	1.01	0.58	36.78	37.08	0.30	52.51

8.6.Determinación química del contenido de cenizas

	CH	WHM	WSm	W vaso	W vaso + tapa	W vaso + tapa + cenizas	W CENIZAS	% CENIZAS
A1	23.28	1.00	0.77	48.61	66.29	66.30	0.01	0.73
M1	21.07	1.01	0.79	36.68	57.01	57.02	0.01	0.81
B1	20.34	1.00	0.80	39.19	50.91	50.92	0.01	0.78
A2	22.67	1.00	0.77	37.98	52.30	52.30	0.01	0.82
M2	23.26	1.00	0.77	30.30	46.42	46.43	0.01	0.81
B2	24.43	1.00	0.76	30.88	49.23	49.23	0.01	0.74
A3	20.33	1.00	0.80	37.96	55.13	55.13	0.01	0.75
M3	20.99	1.01	0.80	35.30	52.15	52.16	0.01	0.80
B3	26.93	1.00	0.73	38.68	56.44	56.45	0.01	0.77

8.7.Determinación química del contenido de sílice

	CH	WHM	WSm	W vaso	W vaso + tapa + cenizas	W CENIZAS	% CENIZAS	W vaso + Sílice	W Sílice	% Sílice
A1	23.28	2.00	1.54	39.27	39.29	0.02	1.17	39.28	0.00	0.20
M1	21.07	2.00	1.58	39.41	39.43	0.02	1.15	39.41	0.00	0.20
B1	20.34	2.00	1.59	40.67	40.70	0.03	1.66	40.67	0.00	0.21
A2	22.67	2.00	1.55	35.52	35.54	0.02	1.39	35.53	0.00	0.27
M2	23.26	2.00	1.54	37.73	37.75	0.02	1.04	37.74	0.00	0.21
B2	24.43	2.00	1.51	33.07	33.10	0.03	1.98	33.07	0.00	0.32
A3	20.33	2.00	1.60	35.19	35.21	0.02	1.15	35.20	0.00	0.30
M3	20.99	1.99	1.58	39.97	39.98	0.01	0.36	39.97	0.00	0.19
B3	26.93	2.00	1.46	38.67	38.69	0.03	1.79	38.67	0.00	0.21

8.8. Resultados obtenidos del proceso de Cocción

			Pulpa química				
			W seco de chips	w húmedo	CH	w seco	Rendimiento (%)
ÁRBOL 1	Base	1	150	223	68.78	69.62	46.41
		2	150	202	72.1	56.36	37.57
		3	150	226	72.92	61.20	40.80
		4	150	209	70.59	61.47	40.98
	Medio	1	150	224	67.31	73.23	48.82
		2	150	240	70.67	70.39	46.93
		3	150	234	69.38	71.65	47.77
		4	150	243	71.61	68.99	45.99
	Alto	1	150	233	72	65.24	43.49
		2	150	248	72	69.44	46.29
		3	150	253	73.31	67.53	45.02
		4	150	243	73.76	63.76	42.51
ÁRBOL 2	Base	1	150	218	65.7	74.77	49.85
		2	150	251	64.48	89.16	59.44
		3	150	258	67.02	85.09	56.73
		4	150	237	67.25	77.62	51.75
	Medio	1	150	217	72.21	60.30	40.20
		2	150	254	71.67	71.96	47.97
		3	150	257	70.41	76.05	50.70
		4	150	235	73.76	61.66	41.11
	Alto	1	150	173	70.64	50.79	33.86
		2	150	266	69.62	80.81	53.87
		3	150	268	72.76	73.00	48.67
		4	150	279	72.91	75.58	50.39
ÁRBOL 3	Base	1	150	213	73.82	55.76	37.18
		2	150	194	67.31	63.42	42.28
		3	150	196	68.71	61.33	40.89
		4	150	225	71.61	63.88	42.59
	Medio	1	150	245	70.95	71.17	47.45
		2	150	264	71.39	75.53	50.35
		3	150	253	71.29	72.64	48.42
		4	150	262	72.26	72.68	48.45
	Alto	1	150	274	72.45	75.49	50.32
		2	150	231	74.11	59.81	39.87
		3	150	242	70.54	71.29	47.53
		4	150	253	70.64	74.28	49.52

8.9. Resultados obtenidos del proceso de blanqueamiento

			Pulpa química		Pulpa química blanqueada			
			W seco de chips	Rendimiento (%)	w húmedo	CH	w seco	Rendimiento (%)
ÁRBOL 1	Base	1	150	46.41	175.00	68.60	54.95	78.93
		2	150	37.57	166.00	68.72	51.93	92.15
		3	150	40.80	192.00	68.72	60.07	98.15
		4	150	40.98	187.00	68.72	58.50	95.18
	Medio	1	150	48.82	182.00	67.93	58.36	79.70
		2	150	46.93	208.00	68.46	65.60	93.19
		3	150	47.77	195.00	69.72	59.04	82.40
		4	150	45.99	197.00	71.33	56.48	81.86
	Alto	1	150	43.49	195.00	69.70	59.08	90.56
		2	150	46.29	181.00	69.60	55.02	79.24
		3	150	45.02	196.00	68.66	61.42	90.95
		4	150	42.51	181.00	67.53	58.76	92.16
ÁRBOL 2	Base	1	150	49.85	172.00	67.58	55.77	74.59
		2	150	59.44	200.00	67.48	65.05	72.96
		3	150	56.73	189.00	67.94	60.59	71.21
		4	150	51.75	192.00	68.07	61.31	79.00
	Medio	1	150	40.20	190.00	70.59	55.88	92.66
		2	150	47.97	195.00	66.27	65.78	91.41
		3	150	50.70	189.00	66.32	63.66	83.71
		4	150	41.11	206.00	70.45	60.88	98.73
	Alto	1	150	33.86	137.00	71.46	39.09	76.97
		2	150	53.87	190.00	68.99	58.91	72.90
		3	150	48.67	186.00	67.90	59.70	81.78
		4	150	50.39	212.00	67.29	69.35	91.76
ÁRBOL 3	Base	1	150	37.18	170.00	71.39	48.64	87.23
		2	150	42.28	156.00	67.96	49.98	78.81
		3	150	40.89	159.00	66.32	53.55	87.32
		4	150	42.59	173.00	66.79	57.45	89.94
	Medio	1	150	47.45	189.00	67.04	62.29	87.52
		2	150	50.35	189.00	68.32	59.88	79.28
		3	150	48.42	187.00	66.47	62.70	86.32
		4	150	48.45	209.00	67.45	68.03	93.60
	Alto	1	150	50.32	191.00	65.85	65.22	86.40
		2	150	39.87	185.00	68.35	58.55	97.90
		3	150	47.53	185.00	66.65	61.70	86.54
		4	150	49.52	186.00	67.89	59.72	80.40

8.10. Datos biométricos de las fibras de pulpa blanca

	Longitud de Fibras			Ancho de Fibras		
	S. Alta	S. Media	S. basal	S. Alta	S. Media	S. basal
1	0.780	0.707	0.878	0.019	0.019	0.019
2	0.829	0.756	1.024	0.019	0.019	0.019
3	0.927	0.878	1.049	0.024	0.019	0.019
4	0.951	0.902	1.122	0.024	0.019	0.019
5	0.951	0.902	1.171	0.024	0.024	0.019
6	1.000	0.902	1.171	0.029	0.024	0.019
7	1.000	0.902	1.171	0.029	0.024	0.019
8	1.000	0.951	1.195	0.029	0.024	0.019
9	1.024	0.951	1.220	0.029	0.024	0.021
10	1.024	0.951	1.244	0.029	0.029	0.024
11	1.049	0.976	1.268	0.029	0.029	0.024
12	1.049	0.976	1.268	0.029	0.029	0.024
13	1.049	1.000	1.268	0.029	0.029	0.024
14	1.073	1.000	1.317	0.029	0.029	0.024
15	1.073	1.049	1.341	0.029	0.029	0.024
16	1.098	1.098	1.366	0.029	0.029	0.029
17	1.098	1.098	1.366	0.029	0.029	0.029
18	1.122	1.122	1.366	0.029	0.029	0.029
19	1.122	1.122	1.390	0.029	0.034	0.029
20	1.146	1.122	1.390	0.029	0.034	0.029
21	1.171	1.146	1.390	0.029	0.034	0.029
22	1.171	1.171	1.415	0.029	0.034	0.029
23	1.171	1.171	1.415	0.034	0.034	0.029
24	1.171	1.171	1.415	0.034	0.034	0.029
25	1.195	1.171	1.439	0.034	0.034	0.029
26	1.195	1.220	1.488	0.039	0.039	0.029
27	1.195	1.244	1.512	0.039	0.039	0.034
28	1.195	1.244	1.537	0.039	0.039	0.039
29	1.366	1.366	1.659	0.039	0.039	0.039
30	1.415	1.488	1.805	0.039	0.039	0.039

8.11. Resultados obtenidos del Ensayo de viscosidad intrínseca y GP

Sección Alta								
Repetición	Masa NCF real	CH	masa seca (gr)	Concentración(gr/ml)	Tiempo(s)	Visc. Relativa	Visc. Específica	Visc. Reducida
Solución	---	---	---	solución	4.048	-----	-----	-----
1	0.0506	8.93	0.046	0.0009	4.69	1.159	0.159	170.865
2	0.0506	8.93	0.046	0.0009	4.7	1.161	0.161	174.919
3	0.0506	8.93	0.046	0.0009	4.7	1.161	0.161	174.919
4	0.0506	8.93	0.046	0.0009	4.64	1.146	0.146	158.835
1	0.101	8.93	0.092	0.0018	5.09	1.258	0.258	140.011
2	0.101	8.93	0.092	0.0018	5.11	1.263	0.263	142.697
3	0.101	8.93	0.092	0.0018	5.12	1.265	0.265	144.040
4	0.101	8.93	0.092	0.0018	5.11	1.263	0.263	142.697
1	0.1503	8.93	0.137	0.0027	6.87	1.697	0.697	254.732
2	0.1503	8.93	0.137	0.0027	6.9	1.705	0.705	257.439
3	0.1503	8.93	0.137	0.0027	6.9	1.705	0.705	257.439
4	0.1503	8.93	0.137	0.0027	6.91	1.707	0.707	258.342
1	0.2004	8.93	0.183	0.0037	8.54	2.110	1.110	304.087
2	0.2004	8.93	0.183	0.0037	8.57	2.117	1.117	306.118
3	0.2004	8.93	0.183	0.0037	8.54	2.110	1.110	304.087
4	0.2004	8.93	0.183	0.0037	8.5	2.100	1.100	301.380

Sección Media								
Repetición	Masa NCF real (gr)	CH	masa seca (gr)	Concentración(gr/ml)	Tiempo (s)	Visc. Relativa	Visc. Específica	Visc. Reducida
Solución	---	---	---	solución	4.048	-----	-----	-----
1	0.0503	9.06	0.046	0.0009	4.53	1.119	0.119	130.304
2	0.0503	9.06	0.046	0.0009	4.52	1.117	0.117	127.603
3	0.0503	9.06	0.046	0.0009	4.54	1.122	0.122	133.005
4	0.0503	9.06	0.046	0.0009	4.56	1.127	0.127	138.406
1	0.1	9.06	0.091	0.0018	5.44	1.344	0.344	189.157
2	0.1	9.06	0.091	0.0018	5.39	1.332	0.332	182.365
3	0.1	9.06	0.091	0.0018	5.41	1	0.337	185.082
4	0.1	9.06	0.091	0.0018	5.43	1.342	0.342	187.799
1	0.1509	9.06	0.137	0.0027	6.29	1.554	0.554	201.870
2	0.1509	9.06	0.137	0.0027	6.22	1.537	0.537	195.568
3	0.1509	9.06	0.137	0.0027	6.23	1.539	0.539	196.469
4	0.1509	9.06	0.137	0.0027	6.27	1.549	0.549	200.069
1	0.2001	9.06	0.182	0.0036	7.6	1.878	0.878	241.166
2	0.2001	9.06	0.182	0.0036	7.62	1.883	0.883	242.523
3	0.2001	9.06	0.182	0.0036	7.6	1.878	0.878	241.166
4	0.2001	9.06	0.182	0.0036	7.6	1.878	0.878	241.166

Sección Baja								
Repetición	Masa NCF real	CH	masa seca	Concentración(gr/ml)	Tiempo	Visc. Relativa	Visc. Específica	Visc. Reducida
Solución	---	---	---	solución	4.048	-----	-----	-----
1	0.0502	8.74	0.046	0.0009	4.76	1.176	0.176	192.125
2	0.0502	8.74	0.046	0.0009	4.8	1.186	0.186	202.911
3	0.0502	8.74	0.046	0.0009	4.75	1.174	0.174	189.428
4	0.0502	8.74	0.046	0.0009	4.77	1.179	0.179	194.821
1	0.1009	8.74	0.092	0.0018	5.52	1.364	0.364	197.545
2	0.1009	8.74	0.092	0.0018	5.54	1.369	0.369	200.228
3	0.1009	8.74	0.092	0.0018	5.5	1	0.359	194.862
4	0.1009	8.74	0.092	0.0018	5.56	1.374	0.374	202.912
1	0.1501	8.74	0.137	0.0027	7.31	1.806	0.806	294.220
2	0.1501	8.74	0.137	0.0027	7.31	1.806	0.806	294.220
3	0.1501	8.74	0.137	0.0027	7.29	1.801	0.801	292.417
4	0.1501	8.74	0.137	0.0027	7.3	1.804	0.804	293.318
1	0.2009	8.74	0.183	0.0037	9.08	2.243	1.243	339.083
2	0.2009	8.74	0.183	0.0037	9.05	2.236	1.236	337.062
3	0.2009	8.74	0.183	0.0037	9.06	2.238	1.238	337.736
4	0.2009	8.74	0.183	0.0037	8.99	2.221	1.221	333.019

Sección Alta					
Repetición	Concentración	Visc. Reducida	Ecuación	R ²	GP
1	0.0009	170.865	$y = 56059x + 89.547$	$R^2 = 0.7655$	213.207
	0.0018	140.011			
	0.0027	254.732			
	0.0037	304.087			
2	0.0009	174.919	$y = 55847x + 92.559$	$R^2 = 0.7647$	220.379
	0.0018	142.697			
	0.0027	257.439			
	0.0037	306.118			
3	0.0009	174.919	$y = 55030x + 94.255$	$R^2 = 0.7676$	224.417
	0.0018	144.040			
	0.0027	257.439			
	0.0037	304.087			
4	0.0009	158.835	$y = 59704x + 78.756$	$R^2 = 0.8298$	187.514
	0.0018	142.697			
	0.0027	258.342			
	0.0037	301.380			

Sección Media					
Repetición	Concentración	Visc. Reducida	Ecuación	R ²	GP
1	0.0009	130.304	$y = 37910x + 104.21$	$R^2 = 0.9412$	248.119
	0.0018	189.157			
	0.0027	201.870			
	0.0036	241.166			

2	0.0009	127.603	$y = 39294x + 97.449$	$R^2 = 0.9533$	232.021
	0.0018	182.365			
	0.0027	195.568			
	0.0036	242.523			
3	0.0009	133.005	$y = 36866x + 104.9$	$R^2 = 0.9493$	249.762
	0.0018	185.082			
	0.0027	196.469			
	0.0036	241.166			
4	0.0009	138.406	$y = 35189x + 111.65$	$R^2 = 0.9542$	265.833
	0.0018	187.799			
	0.0027	200.069			
	0.0036	241.166			

Sección Baja					
Repetición	Concentración	Visc. Reducida	Ecuación	R ²	GP
1	0.0009	192.125	$y = 58656x + 121.36$	$R^2 = 0.9081$	288.952
	0.0018	197.545			
	0.0027	294.220			
	0.0037	339.083			
2	0.0009	202.911	$y = 54161x + 134.52$	$R^2 = 0.8813$	320.286
	0.0018	200.228			
	0.0027	294.220			
	0.0037	337.062			
3	0.0009	189.428	$y = 59193x + 117.99$	$R^2 = 0.908$	280.929
	0.0018	194.862			
	0.0027	292.417			
	0.0037	337.736			
4	0.0009	194.821	$y = 55104x + 129.77$	$R^2 = 0.9154$	308.976
	0.0018	202.912			
	0.0027	293.318			
	0.0037	333.019			

8.12. Resultados obtenidos del Ensayo DRX

NCF-A		NCF-M		NCF-B	
2θ	Intensidad	2θ	Intensidad	2θ	Intensidad
5.00	64.06	5.00	60.44	5.00	59.29
5.49	59.17	5.49	57.92	5.49	58.00
5.51	58.46	5.51	56.88	5.51	55.94
5.99	58.58	5.99	57.13	5.99	54.00
6.01	59.21	6.01	57.42	6.01	56.54
6.50	57.27	6.50	55.54	6.50	53.96
6.52	57.79	6.52	55.13	6.52	55.77
6.98	57.54	6.98	54.77	6.98	51.88
7.00	56.77	7.00	54.54	7.00	53.02
7.49	57.15	7.49	52.79	7.49	52.81
7.51	57.85	7.51	52.98	7.51	53.35

8.00	60.00	8.00	52.29	8.00	52.10
8.02	57.08	8.02	52.06	8.02	51.60
8.50	58.79	8.50	50.48	8.50	50.40
8.52	59.92	8.52	51.31	8.52	48.44
8.99	59.44	8.99	51.25	8.99	52.23
9.01	58.65	9.01	49.79	9.01	49.17
9.50	57.33	9.50	48.31	9.50	50.54
9.51	56.54	9.51	47.79	9.51	49.98
10.00	58.42	10.00	46.69	10.00	48.67
10.02	58.33	10.02	48.60	10.02	48.33
10.49	61.88	10.49	47.13	10.49	48.90
10.51	60.35	10.51	48.13	10.51	47.65
10.99	62.48	10.99	48.33	10.99	47.81
11.01	65.06	11.01	49.08	11.01	48.38
11.50	63.44	11.50	46.25	11.50	48.65
11.52	64.58	11.52	48.15	11.52	48.85
12.01	64.71	12.01	46.42	12.01	48.94
12.02	64.29	12.02	46.88	12.02	48.08
12.49	67.35	12.49	47.69	12.49	48.46
12.51	68.35	12.51	44.92	12.51	47.25
13.00	64.08	13.00	43.88	13.00	47.60
13.02	66.06	13.02	45.17	13.02	46.56
13.50	62.60	13.50	46.71	13.50	46.25
13.52	64.52	13.52	45.38	13.52	46.85
13.99	61.94	13.99	47.81	13.99	44.50
14.01	60.25	14.01	49.88	14.01	44.69
14.50	60.85	14.50	52.10	14.50	46.85
14.52	60.50	14.52	53.10	14.52	46.90
15.00	56.83	15.00	55.02	15.00	49.83
15.02	55.79	15.02	54.79	15.02	49.02
15.49	53.81	15.49	54.81	15.49	46.92
15.51	54.56	15.51	54.35	15.51	45.46
15.99	50.50	15.99	53.08	15.99	44.21
16.01	51.10	16.01	54.31	16.01	45.35
16.48	49.96	16.48	52.81	16.48	43.25
16.50	48.67	16.50	53.50	16.50	42.69
16.99	45.65	16.99	49.77	16.99	39.23
17.01	43.77	17.01	49.33	17.01	40.42
17.49	39.08	17.49	43.08	17.49	38.02
17.51	40.19	17.51	43.60	17.51	37.77
17.98	36.19	17.98	39.71	17.98	34.60
18.00	36.75	18.00	40.90	18.00	32.79
18.49	35.71	18.49	39.50	18.49	32.23
18.51	35.42	18.51	39.81	18.51	32.31
18.99	36.15	18.99	39.50	18.99	33.60
19.01	34.69	19.01	39.00	19.01	33.25

19.48	35.73	19.48	42.25	19.48	35.23
19.50	36.81	19.50	39.56	19.50	35.06
20.00	36.90	20.00	43.40	20.00	37.79
20.02	37.54	20.02	47.63	20.02	38.90
20.49	40.23	20.49	51.19	20.49	42.21
20.51	39.69	20.51	50.27	20.51	42.71
20.98	47.23	20.98	58.06	20.98	46.48
21.00	45.92	21.00	59.23	21.00	45.85
21.48	52.13	21.48	64.54	21.48	49.79
21.50	50.50	21.50	66.67	21.50	48.13
21.99	57.02	21.99	77.31	21.99	59.54
22.01	59.60	22.01	79.23	22.01	58.13
22.49	59.96	22.49	84.04	22.49	63.79
22.51	59.46	22.51	86.98	22.51	59.48
22.98	53.63	22.98	76.60	22.98	56.92
23.00	55.94	23.00	74.71	23.00	53.23
23.49	43.23	23.49	56.02	23.49	43.00
23.51	42.10	23.51	59.38	23.51	42.56
23.99	33.56	23.99	45.75	23.99	34.33
24.01	35.10	24.01	45.00	24.01	35.33
24.48	28.96	24.48	36.98	24.48	31.60
24.50	29.83	24.50	37.00	24.50	32.19
24.99	25.69	24.99	35.65	24.99	27.31
25.00	26.42	25.00	35.00	25.00	27.85
25.49	24.69	25.49	32.77	25.49	27.17
25.51	24.96	25.51	32.77	25.51	27.46
25.98	25.19	25.98	33.25	25.98	28.81
26.00	25.15	26.00	32.40	26.00	29.27
26.48	27.33	26.48	37.50	26.48	34.19
26.50	27.52	26.50	36.29	26.50	34.90
26.99	22.23	26.99	33.13	26.99	26.88
27.01	23.31	27.01	32.81	27.01	27.79
27.48	21.85	27.48	30.44	27.48	25.81
27.50	22.69	27.50	32.27	27.50	24.56
27.98	21.04	27.98	31.54	27.98	25.35
28.00	22.58	28.00	30.67	28.00	24.90
28.49	21.58	28.49	32.15	28.49	24.85
28.51	21.71	28.51	31.17	28.51	25.13
28.99	21.81	28.99	31.79	28.99	27.02
29.01	22.75	29.01	33.77	29.01	27.17
29.48	24.63	29.48	35.02	29.48	30.46
29.50	23.58	29.50	35.27	29.50	29.58
29.99	21.81	29.99	31.50	29.99	26.42
30.01	21.88	30.01	32.48	30.01	27.58
30.49	21.73	30.49	31.02	30.49	26.65
30.51	22.52	30.51	33.10	30.51	25.33

30.98	22.21	30.98	33.27	30.98	25.10
31.00	22.19	31.00	31.58	31.00	25.75
31.48	22.10	31.48	33.35	31.48	24.54
31.50	20.98	31.50	32.02	31.50	26.21
31.99	22.88	31.99	31.90	31.99	24.19
32.01	23.17	32.01	29.77	32.01	25.27
32.48	21.44	32.48	31.50	32.48	23.77
32.50	22.71	32.50	31.33	32.50	27.10
32.98	21.77	32.98	31.04	32.98	25.83
33.00	22.67	33.00	31.33	33.00	26.35
33.49	20.21	33.49	30.83	33.49	25.73
33.51	21.98	33.51	31.96	33.51	26.56
33.99	23.60	33.99	32.06	33.99	27.29
34.01	23.02	34.01	31.81	34.01	26.46
34.48	23.77	34.48	32.75	34.48	26.42
34.50	23.77	34.50	32.08	34.50	26.81
34.99	22.69	34.99	31.98	34.99	25.98
35.01	22.67	35.01	32.15	35.01	25.27
35.49	21.00	35.49	29.27	35.49	25.27
35.51	23.21	35.51	29.56	35.51	24.94
35.98	21.67	35.98	29.65	35.98	24.04
36.00	21.67	36.00	28.48	36.00	24.69
36.49	20.73	36.49	29.67	36.49	24.58
36.51	21.75	36.51	29.56	36.51	25.08
36.99	21.67	36.99	28.71	36.99	23.65
37.01	20.85	37.01	27.77	37.01	23.88
37.48	21.17	37.48	26.33	37.48	23.29
37.50	20.96	37.50	27.52	37.50	23.21
37.98	21.54	37.98	26.63	37.98	23.56
38.00	19.73	38.00	25.04	38.00	23.15
38.49	21.44	38.49	26.81	38.49	23.83
38.51	21.52	38.51	26.88	38.51	24.00
38.98	20.54	38.98	28.06	38.98	24.85
39.00	21.56	39.00	26.79	39.00	24.06
39.48	23.17	39.48	27.48	39.48	23.71
39.50	21.92	39.50	27.67	39.50	25.92
39.99	22.60	39.99	26.40	39.99	23.83
40.01	22.69	40.01	25.27	40.01	22.85

8.13. Reporte del Servicio de Ensayo TGA



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA
LABORATORIO DE ENERGÍAS RENOVABLES
Unidad de Biomasa Energética

REPORTE DE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO – TGA (PROXIMAL)
LER – BIOMASA 008 - 2022

Solicitante : UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA
RUC : 20147897406
Descripción : Servicio de análisis termogravimétrico (TGA) para la obtención de 15 resultados de nanocelulosa, como parte del desarrollo de las actividades del contrato N° 187-2018-FONDECYT-BM-IADT-AV
Tipo de muestra : Nanocelulosa liofilizada
Procedencia : Lima
Fecha Recepción : 26 / 10 / 2021
Fecha Reporte : 15 / 03 / 2022
Norma : ASTM D7582

N. LABORATORIO	CÓDIGO DE CAMPO	BASE HÚMEDA			
		CONTENIDO DE HUMEDAD (%)	MATERIA VOLÁTIL (%)	CENIZAS (%)	CARBONO FIJO (%)
UBE-(01/2022)-0001	A1A	8.57	75.60	10.29	5.54
UBE-(01/2022)-0002	A2A	8.93	75.59	12.26	3.22
UBE-(01/2022)-0003	A3A	8.69	73.46	14.21	3.64
UBE-(01/2022)-0004	A1B	7.59	76.32	14.5	1.59
UBE-(01/2022)-0005	A2B	8.74	74.25	13.93	3.08
UBE-(01/2022)-0006	A3B	8.56	75.96	13.8	1.68
UBE-(01/2022)-0007	A1M	8.43	77.44	10.03	4.1
UBE-(01/2022)-0008	A2M	9.06	75.07	12.55	3.32
UBE-(01/2022)-0009	A3M	8.66	76.72	11.28	3.34

NOTA:

- El análisis se realizó con la muestra en base húmeda (como se recibió).



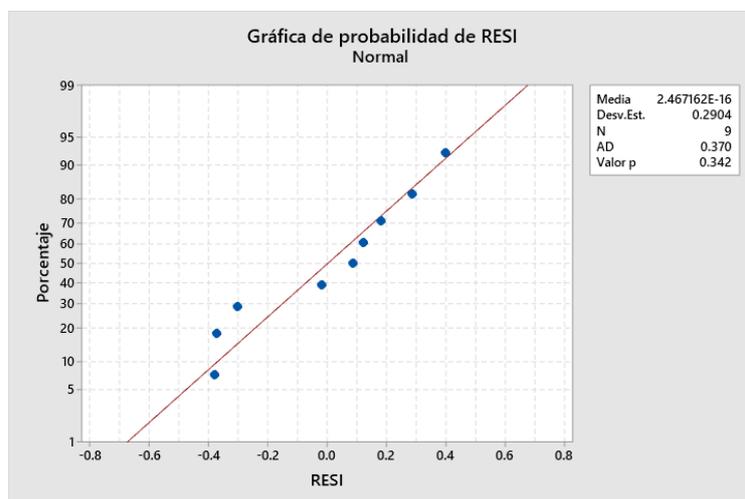
Laboratorio de
Energías Renovables

José Calle Maraví, Ph. D.
Jefe del Laboratorio de
Energías Renovables

8.14. Análisis Estadístico de Contenido de extractivos

8.14.1. Análisis de Residuales

8.14.1.1. Prueba de normalidad (Anderson -Darling)



8.14.1.2. Prueba de homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.24	0.886

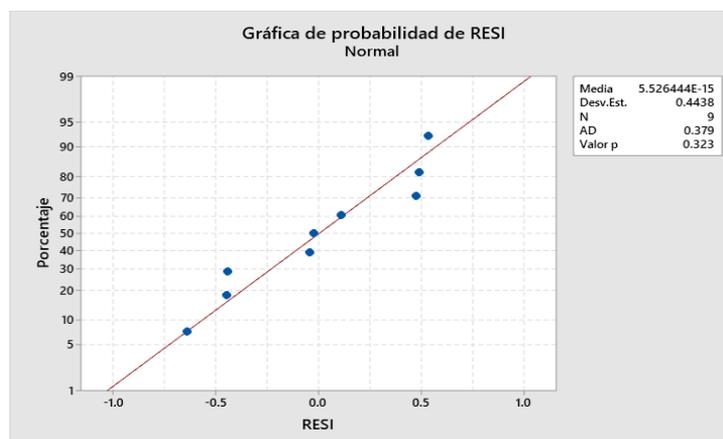
8.14.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	0.05929	0.02964	0.26	0.777
Error	6	0.67487	0.11248		
Total	8	0.73416			

8.15. Análisis estadístico de contenido de celulosa

8.15.1. Análisis de Residuales

8.15.1.1. Prueba de normalidad (Anderson – Darling)



8.15.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.14	0.934

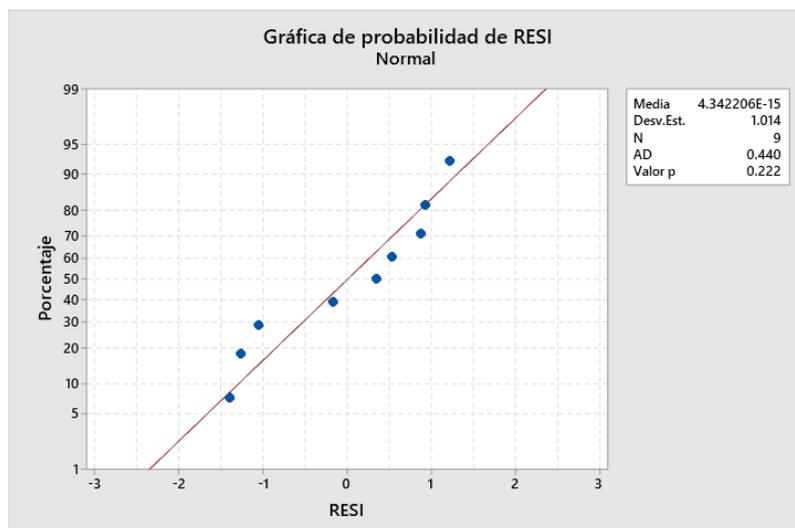
8.15.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	1.003	0.5013	1.91	0.228
Error	6	1.576	0.2626		
Total	8	2.578			

8.16. Análisis estadístico de contenido de Hemicelulosa

8.16.1. Análisis de Residuos

8.16.1.1. Prueba de normalidad (Anderson – Darling)



8.16.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.01	0.995

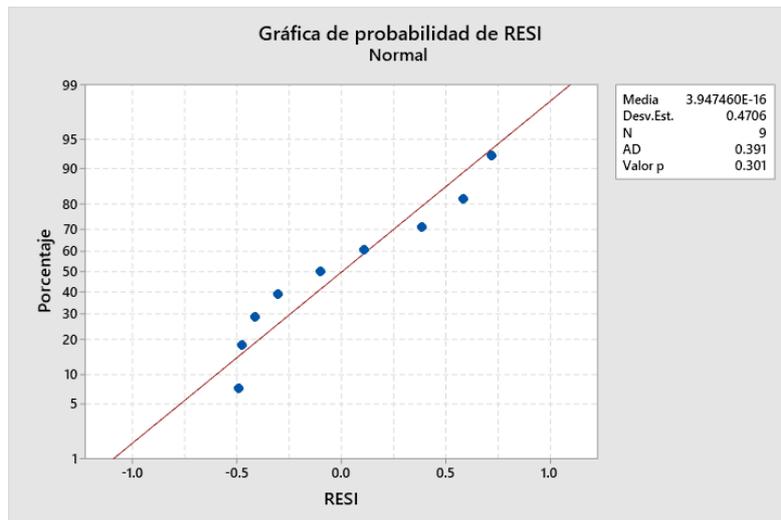
8.16.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	1.152	0.5761	0.42	0.675
Error	6	8.220	1.3700		
Total	8	9.372			

8.17. Análisis estadístico de contenido de Lignina

8.17.1. Análisis de Residuos

8.17.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.17.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.17	0.917

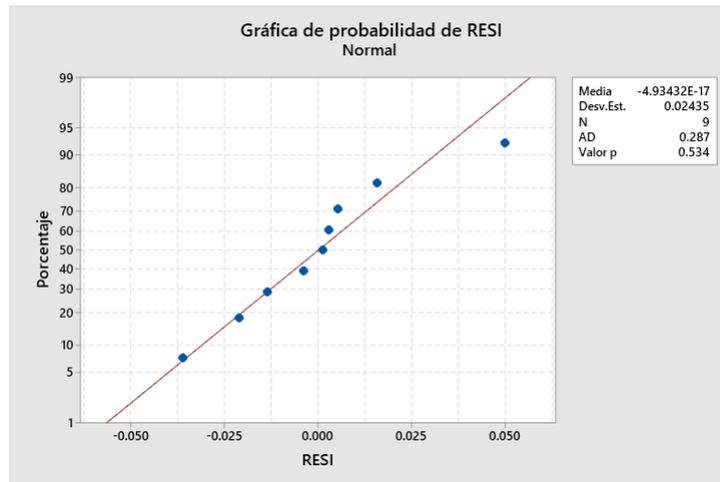
8.17.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	0.05992	0.02996	0.10	0.905
Error	6	1.77159	0.29526		
Total	8	1.83151			

8.18. Análisis estadístico contenido de Cenizas

8.18.1. Análisis de Residuos

8.18.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.18.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	6.53	0.038

No cumple el supuesto de Homogeneidad de Varianza.

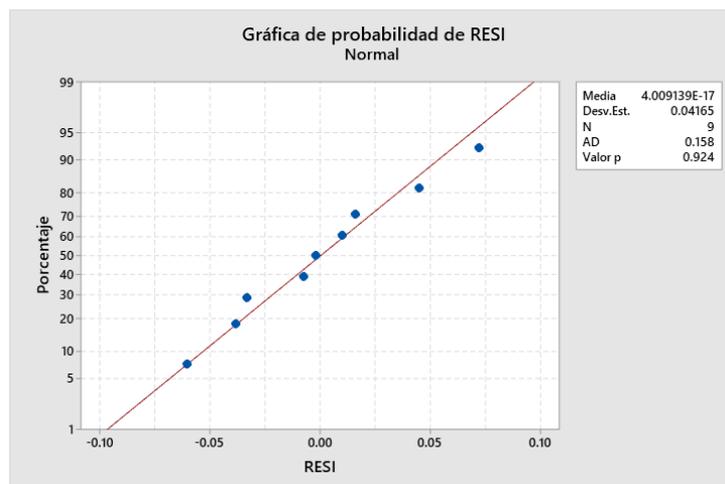
8.18.2. Prueba No Paramétrica Kruskal- Wallis

Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z
S. Alta	3	0.751782	4.3	-0.52
S. Basal	3	0.765365	3.7	-1.03
S. Media	3	0.805777	7.0	1.55
General	9		5.0	

8.19. Análisis estadístico contenido de Sílice

8.19.1. Análisis de Residuos

8.19.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.19.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

<u>Método</u>	<u>Estadística de prueba</u>	<u>Valor p</u>
Bartlett	4.26	0.119

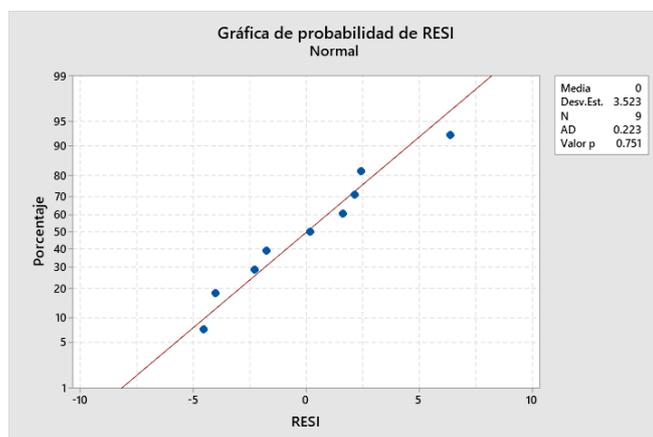
8.19.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

<u>Fuente</u>	<u>GL</u>	<u>SC Ajust.</u>	<u>MC Ajust.</u>	<u>Valor F</u>	<u>Valor p</u>
Sección	2	0.005565	0.002782	1.20	0.364
Error	6	0.013875	0.002313		
Total	8	0.019440			

8.20. Análisis estadístico del proceso de Digestión entre árboles y secciones

8.20.1. Análisis de Residuos

8.20.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.20.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	1.89	0.389

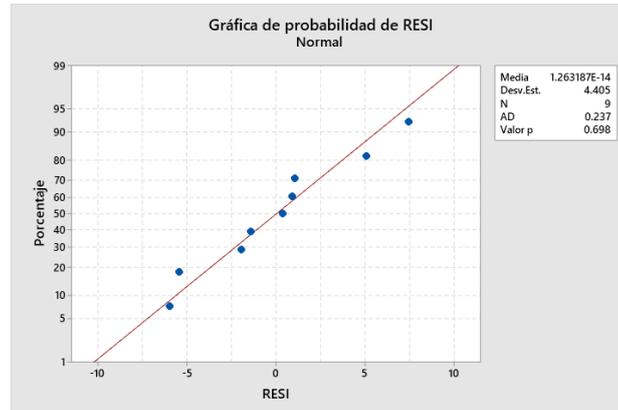
8.20.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Árbol	2	30.722	15.361	0.62	0.583
Sección	2	3.488	1.744	0.07	0.933
Error	4	99.277	24.819		
Total	8	133.486			

8.21. Análisis estadístico del proceso de blanqueo

8.21.1. Análisis de Residuos

8.21.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.21.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	3.29	0.193

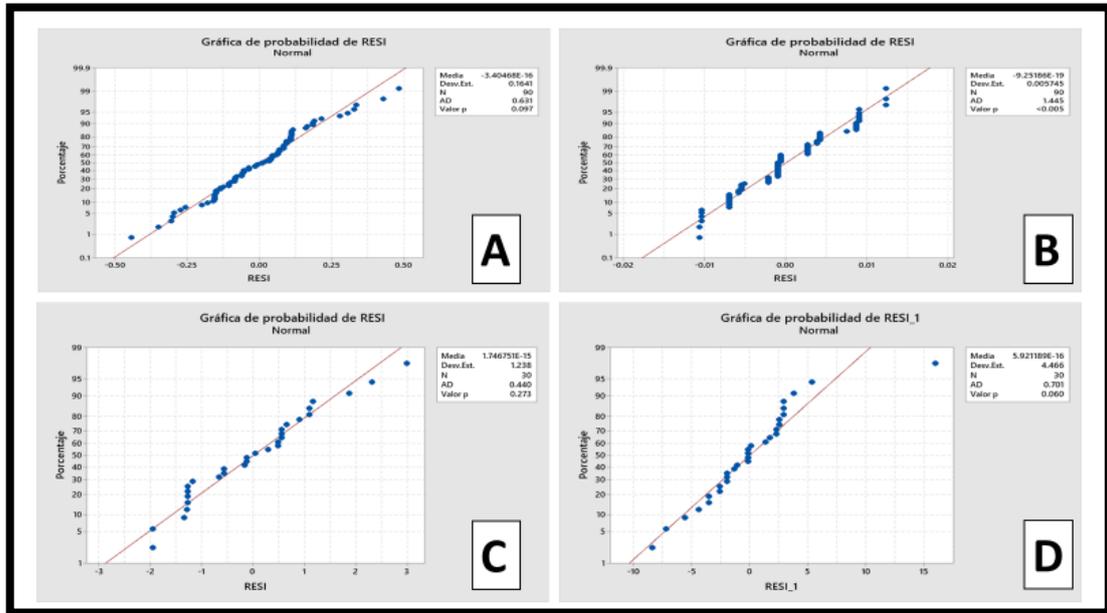
8.21.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Árbol	2	52.16	26.08	0.67	0.560
Sección	2	21.03	10.52	0.27	0.776
Error	4	155.23	38.81		
Total	8	228.43			

8.22. Análisis estadístico Medición de los elementos anatómicos de las fibras

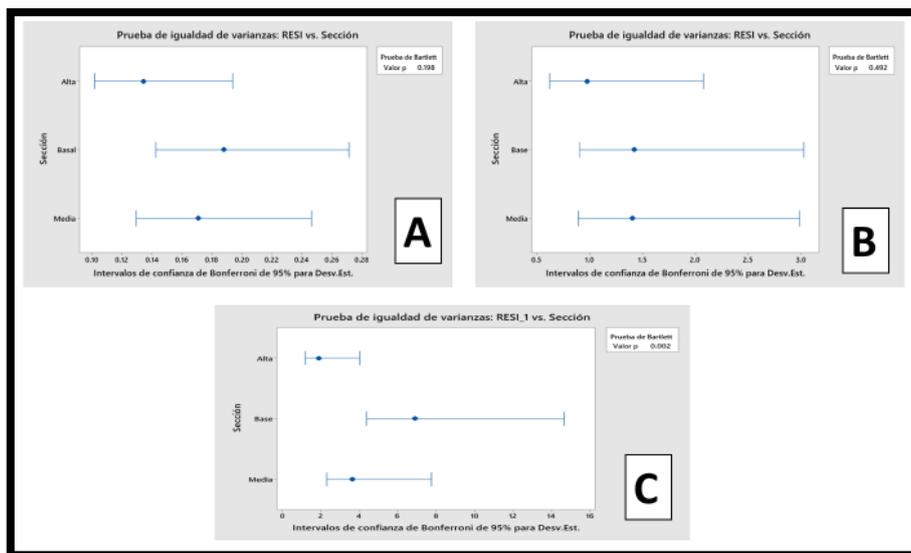
8.22.1. Análisis de Residuos

8.22.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



A) Longitud de fibra (Dist. normal), B) Diámetro de Fibra (Dist. No Normal), C) Espesor de Pared (Dist. Normal) y D) Lumen de fibra (Dist. Normal)

8.22.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)



A) Longitud de Fibra (Si cumple homogeneidad), B) Espesor de Pared (Si cumple homogeneidad) y C) Lumen de Fibra (No cumple homogeneidad)

8.22.2. Análisis de Varianza (ANOVA) y Prueba No- Paramétrica (Kruskal – Wallis)

<p>Análisis de Varianza</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Fuente</th> <th>GL</th> <th>SC Ajust.</th> <th>MC Ajust.</th> <th>Valor F</th> <th>Valor p</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Sección</td> <td>2</td> <td>1.254</td> <td>0.62701</td> <td>22.76</td> <td>0.000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>87</td> <td>2.397</td> <td>0.02755</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>89</td> <td>3.651</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">A</p>	Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p	Sección	2	1.254	0.62701	22.76	0.000	Error	87	2.397	0.02755			Total	89	3.651				<p>Prueba</p> <p>Hipótesis nula H_0: Todas las medianas son iguales Hipótesis alterna H_1: Al menos una mediana es diferente</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Método</th> <th>GL</th> <th>Valor H</th> <th>Valor p</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>No ajustado para empates</td> <td>2</td> <td>6.76</td> <td>0.034</td> </tr> <tr> <td>Ajustado para empates</td> <td>2</td> <td>7.36</td> <td>0.025</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">B</p>	Método	GL	Valor H	Valor p	No ajustado para empates	2	6.76	0.034	Ajustado para empates	2	7.36	0.025
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p																																
Sección	2	1.254	0.62701	22.76	0.000																																
Error	87	2.397	0.02755																																		
Total	89	3.651																																			
Método	GL	Valor H	Valor p																																		
No ajustado para empates	2	6.76	0.034																																		
Ajustado para empates	2	7.36	0.025																																		
<p>Análisis de Varianza</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Fuente</th> <th>GL</th> <th>SC Ajust.</th> <th>MC Ajust.</th> <th>Valor F</th> <th>Valor p</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Sección</td> <td>2</td> <td>3.556</td> <td>1.778</td> <td>1.08</td> <td>0.354</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>27</td> <td>44.442</td> <td>1.646</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>29</td> <td>47.998</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">C</p>	Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p	Sección	2	3.556	1.778	1.08	0.354	Error	27	44.442	1.646			Total	29	47.998				<p>Prueba</p> <p>Hipótesis nula H_0: Todas las medianas son iguales Hipótesis alterna H_1: Al menos una mediana es diferente</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Método</th> <th>GL</th> <th>Valor H</th> <th>Valor p</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>No ajustado para empates</td> <td>2</td> <td>0.20</td> <td>0.907</td> </tr> <tr> <td>Ajustado para empates</td> <td>2</td> <td>0.20</td> <td>0.904</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">D</p>	Método	GL	Valor H	Valor p	No ajustado para empates	2	0.20	0.907	Ajustado para empates	2	0.20	0.904
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p																																
Sección	2	3.556	1.778	1.08	0.354																																
Error	27	44.442	1.646																																		
Total	29	47.998																																			
Método	GL	Valor H	Valor p																																		
No ajustado para empates	2	0.20	0.907																																		
Ajustado para empates	2	0.20	0.904																																		

A) ANOVA para datos de longitud de Fibra, B) P. Kruskal-Wallis para datos de diámetro de fibra, C) ANOVA para datos de espesor de pared y D) P. Kruskal-Wallis para datos de lumen de fibra

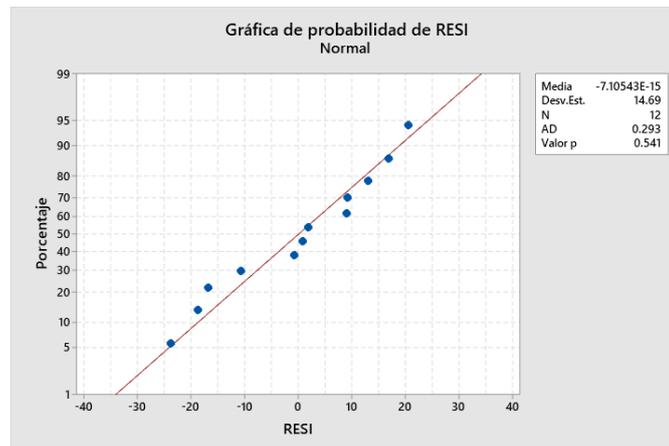
<p>Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Sección</th> <th>N</th> <th>Media</th> <th>Agrupación</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Basal</td> <td>30</td> <td>1.32195</td> <td>A</td> </tr> <tr> <td>Alta</td> <td>30</td> <td>1.08699</td> <td>B</td> </tr> <tr> <td>Media</td> <td>30</td> <td>1.05854</td> <td>B</td> </tr> </tbody> </table> <p><i>Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.</i></p> <p style="text-align: right;">A</p>	Sección	N	Media	Agrupación	Basal	30	1.32195	A	Alta	30	1.08699	B	Media	30	1.05854	B	<p>Estadísticas descriptivas</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Sección</th> <th>N</th> <th>Mediana</th> <th>Clasificación de medias</th> <th>Valor Z</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Alta</td> <td>30</td> <td>0.0291262</td> <td></td> <td>51.1 1.45</td> </tr> <tr> <td>Basal</td> <td>30</td> <td>0.0266990</td> <td></td> <td>35.4 -2.59</td> </tr> <tr> <td>Media</td> <td>30</td> <td>0.0291262</td> <td></td> <td>50.0 1.14</td> </tr> <tr> <td>General</td> <td>90</td> <td></td> <td></td> <td>45.5</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">B</p>	Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z	Alta	30	0.0291262		51.1 1.45	Basal	30	0.0266990		35.4 -2.59	Media	30	0.0291262		50.0 1.14	General	90			45.5
Sección	N	Media	Agrupación																																							
Basal	30	1.32195	A																																							
Alta	30	1.08699	B																																							
Media	30	1.05854	B																																							
Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z																																						
Alta	30	0.0291262		51.1 1.45																																						
Basal	30	0.0266990		35.4 -2.59																																						
Media	30	0.0291262		50.0 1.14																																						
General	90			45.5																																						
<p>Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Sección</th> <th>N</th> <th>Media</th> <th>Agrupación</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Media</td> <td>10</td> <td>4.39024</td> <td>A</td> </tr> <tr> <td>Base</td> <td>10</td> <td>3.71951</td> <td>A</td> </tr> <tr> <td>Alta</td> <td>10</td> <td>3.61220</td> <td>A</td> </tr> </tbody> </table> <p><i>Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.</i></p> <p style="text-align: right;">C</p>	Sección	N	Media	Agrupación	Media	10	4.39024	A	Base	10	3.71951	A	Alta	10	3.61220	A	<p>Estadísticas descriptivas</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Sección</th> <th>N</th> <th>Mediana</th> <th>Clasificación de medias</th> <th>Valor Z</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Alta</td> <td>10</td> <td>17.0732</td> <td></td> <td>15.9 0.18</td> </tr> <tr> <td>Base</td> <td>10</td> <td>17.6829</td> <td></td> <td>16.1 0.26</td> </tr> <tr> <td>Media</td> <td>10</td> <td>16.4634</td> <td></td> <td>14.5 -0.44</td> </tr> <tr> <td>General</td> <td>30</td> <td></td> <td></td> <td>15.5</td> </tr> </tbody> </table> <p style="text-align: right;">D</p>	Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z	Alta	10	17.0732		15.9 0.18	Base	10	17.6829		16.1 0.26	Media	10	16.4634		14.5 -0.44	General	30			15.5
Sección	N	Media	Agrupación																																							
Media	10	4.39024	A																																							
Base	10	3.71951	A																																							
Alta	10	3.61220	A																																							
Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z																																						
Alta	10	17.0732		15.9 0.18																																						
Base	10	17.6829		16.1 0.26																																						
Media	10	16.4634		14.5 -0.44																																						
General	30			15.5																																						

A) Y C) pruebas Tukey para datos de Longitud de fibra y espesor de pared, respectivamente; B) y D) pruebas no paramétricas de comparación para datos de diámetro de fibra y lumen de fibra, respectivamente

8.23. Análisis estadístico del Ensayo de GP

8.23.1. Análisis de Residuos

8.23.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.23.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianza (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.19	0.910

8.23.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	15749	7874.6	29.85	0.000
Error	9	2374	263.8		
Total	11	18124			

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

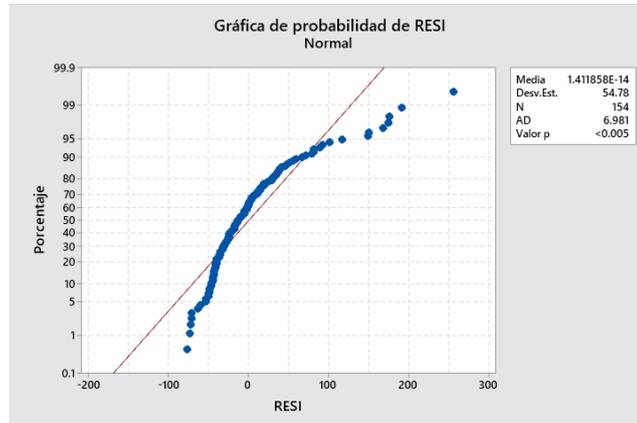
Sección	N	Media	Agrupación
baja	4	299.786	A
media	4	248.934	B
alta	4	211.379	C

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

8.24. Análisis estadístico para la medida de diámetro (nm) de la NCF

8.24.1. Análisis de Residuos

8.24.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



No cumple el supuesto de Normalidad.

8.24.2. Prueba no Paramétrica Kruskal- Wallis

Sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z
Alta	62	84.2535	89.2	2.67
Baja	48	68.9140	68.6	-1.67
Media	44	74.5010	70.7	-1.19
General	154		77.5	

Hipótesis nula H_0 : Todas las medianas son iguales

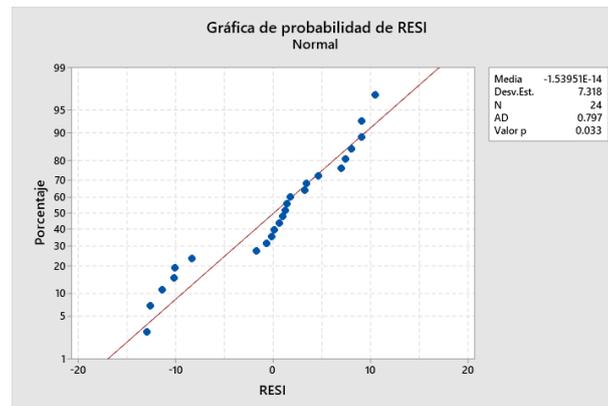
Hipótesis alterna H_1 : Al menos una mediana es diferente

GL	Valor H	Valor p
2	7.19	0.028

8.25. Análisis estadístico del Ensayo de Adsorción

8.25.1. Análisis de Residuos

8.25.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



No cumple supuesto de normalidad

8.25.2. Prueba no Paramétrica Kruskal Wallis

sección	N	Mediana	Clasificación de medias	Valor Z
alta	8	64.9209	15.0	1.22
baja	8	60.9988	10.4	-1.04
media	8	62.1759	12.1	-0.18
General	24		12.5	

Hipótesis nula H_0 : Todas las medianas son iguales

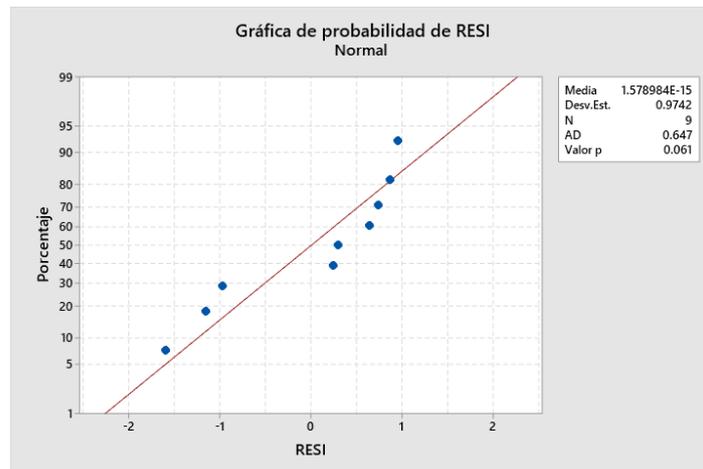
Hipótesis alterna H_1 : Al menos una mediana es diferente

GL	Valor H	Valor p
2	1.74	0.418

8.26. Análisis estadístico del Ensayo TGA (materia volátil)

8.26.1. Análisis de Residuos

8.26.1.1. Prueba de Normalidad (Anderson – Darling)



8.26.1.2. Prueba de Homogeneidad de Varianzas (Bartlett)

Método	Estadística de prueba	Valor p
Bartlett	0.36	0.836

8.26.2. Análisis de Varianza (ANOVA)

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Sección	2	4.717	2.358	1.86	0.235
Error	6	7.592	1.265		
Total	8	12.309			