

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA “ANTONIO NARRO”

DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS



Establecimiento de las condiciones para la obtención de micro celulosa a partir de fibras de lechuguilla (*Agave lechuguilla* Tor.) mediante tratamiento químico-mecánico

POR

ANIA GUADALUPE ISIDRO LUIS

T E S I S

Presentada como requisito parcial para obtener el título profesional de

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

Diciembre de 2019

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA “ANTONIO NARRO”

**DIVISIÓN EN CIENCIA ANIMAL
DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS**

**Establecimiento de las condiciones para la obtención de micro
celulosa a partir de fibras de lechuguilla (*Agave lechuguilla tor.*)
mediante tratamiento químico-mecánico.**

TESIS

Presentada por

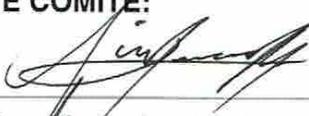
ANIA GUADALUPE ISIDRO LUIS

Presentada como requisito parcial para poder obtener el título profesional de:

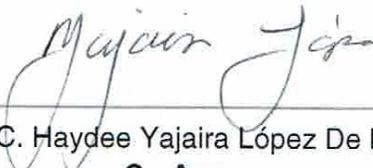
INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

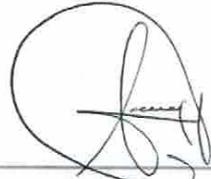
FUE DIRIGIDA POR EL SIGUIENTE COMITÉ:


Dra. María Hernández González
Asesor


Dra. Ana Margarita Rodríguez
Hernández
Asesor Externo


Ing. Ana María Ángel Sánchez
Co Asesor


MC. Haydee Yajaira López De la Peña
Co Asesor


MP. Francisco Hernández Centeno
Co Asesor

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

DEDICATORIAS

No ha sido sencillo el camino para llegar a concluir esta etapa de mi vida, pero gracias a su ayuda, su amor, su cariño, sus ánimos, su inmensa bondad, a su amor y sobre todo a su gran apoyo, lo complicado y difícil de concluir con esta meta ha sido menos complicada. Les agradezco y hago presente mi gran afecto hacia ustedes, mi hermosa familia que la conforman también mis amigos más cercanos.

Doy gracias a mis padres por el apoyo incondicional y por la oportunidad de poder haberme permitido tener esta parte de mi vida.

Dedico esta tesis a mis padres **Félix Isidro Domínguez y Petra Luis Hernández** por haberme educado y formarme como la persona que soy actualmente; muchos de mis logros se los debo a ustedes, así como se concluye este.

Me formaron con reglas y con algunas libertades, pero al final de cuentas, me motivaron constantemente para alcanzar mis metas, así como también lograron el objetivo de poder llegar hasta esta parte de mi vida, por lo que valoro cada esfuerzo que hicieron durante todo este tiempo, por querer lo mejor para mí.

También dedico este logro al apoyo incondicional de mi hermano y hermanas: **Martin, Nora Del Rosario, Miriam Jazmín y Caeli Hannani**, gracias por confiar siempre en mí, ustedes siempre fueron y serán parte de mi motivación para seguir día a día y ser mejor persona, valoro cada esfuerzo que han hecho por mi durante todo este tiempo en la Universidad.

AGRADECIMIENTOS

Gracias a **Dios** por darme esta oportunidad de completar esta etapa de preparación profesional y disfrutarlo al lado de las personas que me quieren.

También quiero agradecer a mis tíos, tías y a mi abue; **Fili, Jacobo Antonio, Aure, Adela**, gracias por el apoyo que me han brindado y a **María Hdez** por los momentos, pláticas y risas que me ha regalado, gracias hermosa abue.

Agradezco a la **Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro** por formarme profesionalmente y por darme unos buenos amigos durante el tiempo de mi educación profesional.

A la **Dra. María Hernández González** por el apoyo, conocimientos, habilidades, comprensión y paciencia brindados durante todo el proceso de mi formación hasta llegar a concluir este trabajo.

A **CIQA (Centro de Investigación en Química Aplicada)** por darme acceso al uso de sus equipos, así como a sus respectivos laboratorios.

A la M.C. **Haydee Yajaira López de la Peña** y al **M.C. Francisco Centeno** por permitirme trabajar con algunos de sus equipos y material en el laboratorio de Inocuidad y Empaques.

A el **Ing. Ana María Ángel Sánchez** por darme la oportunidad de trabajar con ella y compartirme sus conocimientos, así como también por la paciencia, comprensión y apoyo para concluir este trabajo.

A mis amigos: **Josué Esaú, Arais Azucena, Irma Graciela** por darme el apoyo moral e incondicional, por regalarme sonrisas, aventuras y momentos de felicidad y sobre

todo por sus palabras de aliento, para no dejar que me rindiera en los momentos difíciles, pero también gracias por compartir de sus conocimientos, durante todo este tiempo, gracias por su cariño y por tanto que me han regalado.

A **Luna Santes** por su afecto, cariño, su apoyo y por los ánimos en los momentos difíciles. Y es que a tu corta edad me has enseñado y me sigues enseñando muchas cosas de esta vida, viendo siempre las cosas buenas de mí y ayudando a corregirme en mis errores.

A el **Ing. Cesar Alarcón** por brindarme su amistad, sus conocimientos y apoyo en los momentos difíciles, por darme ánimos y recordar los motivos por los cuales tenía que concluir la universidad.

A el **M.C Israel Maceda Sánchez** por sus ánimos y apoyo incondicional, gracias por brindarme siempre tu amistad y estar en momentos complicados, por escucharme y por darme siempre tus mejores consejos, diseñado siempre lo mejor para mí y gracias, por tanto.

INDICE

Contenido

INDICE.....	vi
ÍNDICE DE FIGURAS	vii
ÍNDICE DE TABLAS	ix
ÍNDICE DE ECUACIONES	ix
ABREVIATURAS.....	x
RESÚMEN	xi
I.INTRODUCCIÓN.....	13
2. JUSTIFICACIÓN.....	15
3. HIPÓTESIS	17
4. OBJETIVOS	17
4.1 General.....	17
4.2 Específicos	17
5. MARCO DE REFERENCIA.....	18
5.1 BIOMATERIALES	18
5.2 APLICACIONES	18
5.3 Envases biobasados.....	19
5.4 Ventajas y Desventajas.....	19
5.5 Refuerzos para biomateriales (al final hablas sobre fibras).....	20
5.6 Celulosa:	21
5.7 Microcelulosa	25
6. MATERIALES Y MÉTODOS.....	28
6.1 Obtención de la Materia Prima	28
6.2 Obtención de Microcelulosa por tratamientos combinados	29
6.3 CARACTERIZACIÓN DE MICROCELULOSA.....	30
7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	36
8. CONCLUSIONES	50
9. LITERATURA CITADA.....	51
10. ANEXOS	54
Anexo 1.1.....	54
ANEXO 2.1	58

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura de celulosa.....	22
Tabla 1. Equipos, materiales y reactivos utilizados durante el experimento.....	28
Tabla 2. Tratamientos evaluados para microcelulosa.	30
Figura 2. Equipo is50 ATR (NICOLET).	31
Figura 3. Equipo equipo SIEMENS DR-X D-5000.	31
Ecuación 1. Ecuación de Segal (Segal et al; 1957).....	32
Ecuación 2. Ecuación de Scherrer. (Cullity, 1978)	33
Figura 4. Equipo TOPCON WET SM-510.	34
Figura 5. Equipo TGA.....	34
Figura 6. Equipo DSC.....	35
Tabla 3. Rendimientos de tratamientos de microcelulosa.	36
Figura 7. FTIR de tratamientos de microcelulosa.	38
Figura 8. FTIR tratamientos de microcelulosa.	39
Figura 9. Difractogramas de los tratamientos de microcelulosa.	40
Figura 10. Difractogramas de los tratamientos de microcelulosa.	41
Tabla 4. Grado de cristalinidad y tamaño de cristal.....	42
Figura 11. Gráfica de tamaño de cristal.	44
Figura 12. Gráfica de índice de cristalinidad.	44
Figura 13. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 100X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.....	45
Figura 14. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 2000X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.....	45

Figura 15. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 5000X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.....	46
Figura 16. Gráfica de análisis de elementos químicos.	46
Tabla 5. Análisis termogravimétrico (TGA) para la microcelulosa obtenida mediante tratamientos químico-mecánico.	48
Tabla 6. Calorimetría diferencial de barrido de los tratamientos de microcelulosa.	49

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Equipos, materiales y reactivos utilizados durante el experimento.	28
Tabla 2. Tratamientos evaluados para microcelulosa.....	30
Tabla 3. Rendimientos de tratamientos de microcelulosa.....	36
Tabla 4. Grado de cristalinidad y tamaño de cristal.	42
Tabla 5. Análisis termogravimétrico (TGA) para la microcelulosa obtenida mediante tratamientos químico-mecánico.....	48
Tabla 6. Calorimetría diferencial de barrido de los tratamientos de microcelulosa.	49

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Ecuación de Segal (Segal et al; 1957)	32
Ecuación 2. Ecuación de Scherrer. (Cullity, 1978).....	33

ABREVIATURAS

CIQA: Centro de Investigación en Química Aplicada	MCC: Celulosa Microcristalina
C: carbono	MC: Microcelulosa
Ca: Calcio	ML: Mililitros
Cu: Cobre	µM: Micras
ClO: Clorito	NaClO: Hipoclorito de sodio
°C: Grados Celsius	NaOH: Hidróxido de Sodio
DRX: Difracción de Rayos X	NM: Nanómetros
DSC: Calorimetría diferencial de barrido	O: oxígeno
DTG: Derivativa Termogravimétrico	Pa: Pascales
FTIR: Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier	PH: Potencial de Hidrógeno
FWHM: Full Width at Half Maximum ó en español la anchura a media altura que presenta un determinado pico de emisión.	RPM: Revoluciones por minuto
G: Gramos	SEM: Scanning Electron Microscopy ó en español Microscopía Electrónica de Barrido
H ₂ SO ₄ : Ácido Sulfúrico	TGA: Análisis termogravimétrico
HCL: Ácido Clorhídrico	UAAAN: Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro

RESÚMEN

Los polímeros son materiales amigables con el medio ambiente pero también son materiales sustentables.

Día con día realizan investigaciones que tienen como objetivo buscar nuevos materiales que aporten propiedades biodegradables para poder reemplazar a los materiales que sintéticos.

Uno de los materiales que se ha estado investigando es la celulosa que es un material natural y al que se le pueden dar más aplicaciones a su uso en la industria.

La celulosa proviene ampliamente de especies renovables que es una fuente natural y sobre todo renovable. Aporta grandes beneficios gracias a su forma estructural que es una característica benéfica, dando lugar a aportar estas propiedades a un biomaterial.

Se han descubierto distintos tipos de métodos para la extracción de celulosa, donde alguno de ellos son aptos de poder llegar a transformar su composición química y en otros casos son menos presentes este tipo modificaciones. Por lo que es necesario recopilar la información necesaria y obtener los conocimientos con respecto a lo que se desea buscar o realizar, así como también la particularidad con la especie que se pretende analizar, cómo se presenta en el caso de la fibra de lechuguilla (*Agave lechuguilla Tor.*).

En este estudio se realizó una hidrólisis ácida, la cual se basa al inicio en una hidrólisis con H_2SO_4 (ácido sulfúrico para hacer el rompimiento de la pared celular de las fibras y para poder eliminar las impurezas, una cloración con $NaClO$ (hipoclorito de sodio) para eliminar la lignina mediante una deslignificación), una extracción alcalina con $NaOH$ (Hidróxido de sodio) para disolver la lignina y la hemicelulosa presente en la celulosa. Esto para limpiar las moléculas completamente bien y por último una declaración con $NaClO$ (hipoclorito de sodio), que al combinarse con se lignina forma compuestos clorados que se disuelven en disoluciones de sosa. Es decir, el ClO (clorito) actúa oxidando las moléculas de lignina y rompiendo sus cadenas.

Las muestras obtenidas mediante los nueve tratamientos realizados fueron caracterizadas por medio de: Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

(FTIR) Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Análisis Químico Elemental por Rayos X (EDX), Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).

En función a los datos provenientes de los análisis realizados en los nueve tratamientos se pudieron determinar los atributos físico-químicos de las muestras obtenidas como son el índice de cristalinidad tamaño de partícula, y propiedades térmicas donde el tratamiento establecido como ocho mostró características de interés para su uso en el ámbito de los materiales destinados a empaques alimentarios.

I.INTRODUCCIÓN

En el campo de la agroindustria, los principales desarrollos de nuevas tecnologías han girado en torno a los empaques y envases para alimentos. Las aplicaciones son diversas, y van desde el diseño hasta el desarrollo de aditivos “a la medida” del consumidor. Particularmente en empaques, se incluyen los micro y nanomateriales inteligentes, que informan o alertan al consumidor sobre una probable contaminación del producto y/o de la presencia de agentes patógenos. (Méndez *et al*,2014)

La ciencia de los biomateriales estudia los parámetros que definen las interacciones entre un biomaterial con un sistema biológico; mientras que la ingeniería de biomateriales incluye la investigación y desarrollo de materiales con control de calidad, tanto en lo que se refiere a su estructura como a su superficie realizado a escala de micrómetros y nanómetros (micro y nanotecnologías). Esta naturaleza multidisciplinaria hace que la ciencia e ingeniería de los biomateriales comparta áreas temáticas pertenecientes a variados sectores del conocimiento. (Holgún *et al*, 2015)

Los envases con base biológica se definen como envases que contienen materias primas originarias de fuentes agrícolas, es decir, producidas a partir de materias primas biológicas renovables como el almidón y los monómeros bioderivados. Se deben abordar varias preocupaciones antes del uso comercial de los materiales de envasado de alimentos primarios de base biológica. Estas preocupaciones incluyen tasas de degradación en diversas condiciones, cambios en las propiedades mecánicas durante el almacenamiento, potencial de crecimiento microbiano y liberación de compuestos nocivos en el producto alimenticio envasado. Además, el bioenvasado debe funcionar como envasado de alimentos y cumplir los requisitos de cada producto alimenticio. Esta revisión evalúa la idoneidad de los envases de base biológica para alimentos. Además, identifica los desafíos involucrados cuando se utilizan envases de base biológica para diferentes alimentos. (Petersen *et al*, 1999)

El creciente interés por la utilización de fibras se debe a sus propiedades físicas y mecánicas, por lo que estas propiedades ayudan a mejorar a los materiales siendo aptos para ser aplicados en diversas áreas como son; la biomedicina, farmacéutica y recientemente en la ciencia de los alimentos. En el área de alimentos ha sido impulsado por la necesidad de crear sistemas de encapsulación con propiedades de

barrera y mecánicas mejoradas, y debido a las dimensiones que presentan las micro y nanofibras ofreciendo un gran potencial de mejorar significativamente la solubilidad y biodisponibilidad de muchos ingredientes funcionales. (Colin, 2013)

Hay un gran número de usos potenciales para la celulosa microcristalina o también conocida como celulosa fina en diferentes industrias. Por ello se ha despertado un gran interés entre diversos grupos de investigación. En este aspecto la producción de fibra de celulosa a partir de fibras naturales se ha vuelto realmente significativa. Usualmente esto se consigue por medio de tratamientos químicos de diversos tipos, cada método tiene sus ventajas y desventajas respecto a la cantidad, pureza y propiedades de la celulosa obtenida. (Moran, 2008)

Debido a estos antecedentes surge el creciente interés por seguir con estudios en relación con la obtención de microcelulosa a partir de fibras.

En este trabajo se realizó la obtención de fibras de lechuguilla (*Agave lechuguilla* Tor.) mediante un método de hidrólisis ácida para obtener la microcelulosa y que tiene como objetivo encontrar un tratamiento óptimo para mejorar las propiedades de microcelulosa mediante un tratamiento químico-mecánico.

2. JUSTIFICACIÓN

Día a día se hace más conciencia sobre los desechos que se generan y que no son biodegradables en nuestro medio ambiente, haciendo conciencia para poder reemplazar a los materiales sintéticos que causan daño al ecosistema. Con el tiempo se han realizado investigaciones con diferentes especies naturales con el objetivo de sustituir materiales que son a base de petróleo. Una de las esenciales desventajas que tiene un biomaterial en comparación de un material sintético es la falta de propiedades mecánicas. Por lo cual va creciendo el interés de incorporar los materiales que sean sostenibles y naturales como biomateriales con ciertas propiedades semejantes a los materiales sintéticos. Se encuentran diferentes estudios de especies naturales las cuales aún no son explotadas y que no se les ha dado un aprovechamiento como se debe por lo cual estas propiedades son desconocidas. Por lo tanto, es de gran importancia mostrar el interés en las especies que pueden aportar mejores propiedades a los materiales y así ir conociendo más sobre ellas como también buscar nuevas aplicaciones en la industria.

La industria alimentaria tiene mucho que ver en cuanto a la ciencia de los materiales ya que en base a esto se pueden mejorar y desarrollar nuevos empaques de alimentos, se están simplificando nuevos materiales orientados a los alimentos otorgando seguridad en sus aplicaciones, que sean biocompatibles y sobre todo biodegradables en exposición al medio ambiente.

El biomaterial de tipo compósito se desarrolló por medio de las Normas oficiales ATSM (American Society for Testing and Materials), por lo que son bastante significativas para dar apoyo a las propiedades del material y a su calidad físico-mecánica. Los nuevos materiales tienen que presentar seguridad, puesto que es un factor importante de cualquier material que tiene contacto con los alimentos ya sea de manera directa o indirecta siendo inocuo para evitar migración de algún componente hacia el alimento ya que a largo plazo podría dañar la salud de quien lo consume. Cabe mencionar que para estos sucesos la FAO está haciendo hincapié en la inocuidad alimentaria en la que no solo se mencionan los alimentos sino también los empaques con los que se resguardan los diferentes tipos de alimentos.

La celulosa es uno de los biopolímeros más abundantes en la tierra y que se encuentra en diferentes tipos de vegetación, este polímero tiene cadenas de celulosa y enlaces de hidrógeno intermoleculares fuertes, entre grupos hidroxilo de macromoléculas forman microfibrillas de celulosa. Los materiales celulósicos presentan dominios cristalinos y amorfos que se encuentran en las fibras de celulosa, por esta razón las propiedades de los nanocristales de celulosa dependen en gran medida de la fuente de esta misma.

Se encuentra una extensa variedad de procesos que han sido desarrollados para preparar micropartículas basadas en la interacción de polímeros naturales. Un método en el que se han demostrado mejores resultados de rendimiento de obtención de microfibras es mediante una hidrólisis ácida. El gran interés por la aplicación de este método se debe a que se obtienen microfibras con altos porcentajes de cristalinidad y debido a las propiedades físicas y mecánicas, que pueden proporcionar.

En los nueve tratamientos que se llevaron a cabo se busca como objetivo establecer las condiciones óptimas para mejorar las propiedades de la microcelulosa.

Todo esto es conforme a los estudios que se han realizado y diferentes áreas ya que las fibras no solo se pueden implementar en envases biobasados, sino que también en diferentes áreas como la de medicina que se recalca en sus investigaciones la incorporación de los biomateriales.

3. HIPÓTESIS

Es posible desarrollar un tratamiento óptimo para mejorar las propiedades de microcelulosa de fibras de agave de lechuguilla (Agave lechuguilla Tor.)

4. OBJETIVOS

4.1 General.

Establecer las condiciones para la obtención de microcelulosa mediante tratamiento químico-mecánico.

4.2 Específicos.

4.2.1 Establecer la relación de tratamiento químico-mecánico para la obtención de microcelulosa.

4.2.2 Caracterizar física, química y morfológicamente los productos obtenidos de los tratamientos establecidos previamente.

4.2.1 Adecuar y reproducir los tratamientos que permitan la mejor obtención de los productos de interés.

5. MARCO DE REFERENCIA

5.1 BIOMATERIALES

Los biomateriales se pueden describir como cualquier sustancia o combinación de sustancias que pueden ser de origen sintético o natural que se adhiere a otro compuesto, esta sustancia debe ser no viable, que se refiere a que sea incapaz de crecer y desarrollarse por sí sola. (Colin, 2013)

Estos materiales necesitan ciertas características como eficiencia y confiabilidad, para así poder proporcionar una combinación adecuada de sus propiedades químicas, físicas, mecánicas y biológicas para así ser combinados con algún otro material. Este término de biomateriales se a utilizado alternativamente para describir materiales derivados de fuentes biológicas o para describir materiales que son utilizados en el cuerpo humano.

El fin de un biomaterial es entrar en contacto con un sistema biológico, por lo que se deben poseer las propiedades y características tanto mecánicas como biológicas, y una de las características esenciales, y que se debe cumplir con todos los biomateriales, es la biocompatibilidad a lo que se refiere como no inducir efectos tóxicos o dañinos sobre los sistemas biológicos donde actúan, dando una respuesta apropiada y cumpliendo con el fin evaluar, tratar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo si se trata de un ser vivo.

5.2 APLICACIONES

Las aplicaciones de los biomateriales son muy amplias ya que esta naturaleza multidisciplinaria hace que la ciencia e ingeniería de los biomateriales comparta áreas temáticas pertenecientes a variados sectores del conocimiento como son; las ciencias básicas, las especialidades médicas, las ciencias biomédicas y la ingeniería. En sí, todas las especialidades de la medicina hacen uso de los biomateriales, donde en las ciencias biomédicas se destacan: en la cirugía, la fisiología y la anatomía, cabe mencionar que en el área de ingeniería sobresalen las de los materiales, la mecánica y química. (Holguín et al. 2015)

Los biomateriales comenzaron a usarse en todas las ramas de la medicina, pero conforme se realizaron nuevas investigaciones se han desarrollado en diversos usos, tal como es la industria alimentaria que también es una de las áreas más importantes en nuestra vida diaria.

5.3 Envases biobasados

Los envases biobasados se refiere a aquellos plásticos que son fabricados a partir de la biomasa; materia orgánica que compone a los seres vivos de recursos naturales renovables, comúnmente en plantas, algas y microorganismos, cabe mencionar que en algunas circunstancias es posible producirlos incluso por medio de residuos. A discrepancia de los biopolímeros que se originan directamente de la naturaleza como es el almidón, las proteínas, la lignina y el quitosano, los plásticos biobasados requieren de etapas de procesamiento químico antes de su utilización. (Vázquez *et al*, 2019)

Actualmente existen alternativas bioclásticas para casi todo material plástico convencional y su respectiva aplicación, una de las principales razones que hacen que los envases biobasados estén cada vez más llamando nuestra atención es por la reflexión de la sociedad hacia el cambio climático, ya que las restricciones hacia los productos de plástico convencionales suelen estar protegidas por la legislación, tal como es un caso de prohibición y disminución de las bolsas en los supermercados.

El uso creciente de nuevas tecnologías ha desarrollado cambios en la industria alimentaria, generando una demanda de nuevos empaques por la industria de envases tanto anteriormente como en la actualidad se han sujetado al uso de plástico y cada vez en mayor masa, por lo que se buscan soluciones de embalaje eficientes y efectivas, pero que también sean sostenibles tanto en la vida útil como en el medio ambiente.

5.4 Ventajas y Desventajas

El uso de materiales más amigables con el ambiente como los polímeros biodegradables, se ha visto como una de las muchas estrategias para minimizar el impacto ambiental. Los materiales biodegradables presentan características y campos

de aplicaciones muy prometedoras. Existen varios polímeros sintéticos que son biodegradables y compostables a la vez; sin embargo, algunos plásticos provenientes de un monómero natural pueden perder su propiedad de biodegradarse, debido a modificaciones químicas, como la polimerización.

No obstante, el uso de polímeros biodegradables se limita un poco debido a problemas que se relacionan con tratamiento, rendimiento (barrera de gas y humedad son muy pobres) y costosos. Mediante la aplicación de la nanotecnología se abren nuevas posibilidades para mejorar no sólo las propiedades del material sino también la relación costo-precio-eficiencia. Los nanocompuestos a base de biopolímeros son temas de investigación en el área de la ciencia de materiales, electrónica y ciencia biomédica. Un nanobiocompuesto es un material híbrido que consiste en una matriz biopolimérica reforzada con una fibra, una plaqueta o partícula que tiene una dimensión en la escala nanométrica. Debido a que las partículas de tamaño nanométrico y su dispersión en la matriz biopolimérica, permiten una notable mejora en las propiedades mecánicas, térmicas, ópticas y fisicoquímicas en comparación con el polímero puro o los convencionales (microscópico), estas están siendo fuertemente estudiadas y desarrolladas. Esas mejoras incluyen, por ejemplo, el aumento de módulos de elasticidad, fuerza y resistencia al calor, y la disminución de la permeabilidad a los gases y a la inflamabilidad.

Mediante nuevas tecnologías que se complementan con la nanotecnología y los materiales sostenibles, se pueden desarrollar empaques activos y bioactivos. Por lo tanto, la combinación adecuada de estos tres pilares tecnológicos proporcionará la innovación en el sector de empaque de los alimentos en los próximos años. (Camacho, 2011.)

5.5 Refuerzos para biomateriales (al final hablas sobre fibras)

Se ha implementado el uso de nuevas nanoestructuras y técnicas que permitan producir nanopartículas para su aplicación en diversos sectores con la finalidad de mejorar los procesos e incrementar la productividad. Las estructuras obtenidas poseen características únicas, entre ellas su gran área de contacto y alta porosidad. Debido a estas propiedades, las nanofibras presentan gran interés para ser aplicadas en

diferentes áreas, como son la biomédica, textil y de alimentos obteniendo resultados benéficos. (Robles, 2014)

5.6 Celulosa:

La celulosa es un biopolímero natural y es el principal componente de las paredes celulares de todas las plantas terrestres que se encuentran abundantemente en nuestro planeta; se estima una producción de celulosa de 100,000 millones de toneladas por año, cabe mencionar que este material es renovable y biodegradable, no es tóxico por lo que es de un uso seguro. (Chávez, 2018)

Este material es un polisacárido, una fibra insoluble en agua, pero soluble en ácidos, que está compuesta de miles de unidades de glucosa unidas entre sí por enlaces químicos (beta glucosídicos) que tienden a formar microfibras con diámetros que están entre 1 y 2, y de 4 a 10 nanómetros y con longitudes desde 25 nm. Esta celulosa está compuesta de partes amorfas, sin orden, y de partes cristalinas, las cadenas en la zona amorfa son susceptibles a bioconversión (celulosas). Esta celulosa se destaca en nuestra naturaleza como un componente de soporte en nuestra vida y que está presente en los árboles, arbustos, maguey, hierbas entre otras, su principal fuente de obtención es a partir de fuentes no maderables es utilizada como materia prima en las industrias de madera, papel y textil.

Hoy en día se buscan nuevas fuentes alternativas para la obtención de celulosa, considerando el cuidado al medio ambiente y el aspecto ecológico. (Muñoz, 2017)

5.6.1 Estructura química

La celulosa es un compuesto orgánico natural muy abundante y por ello se considera como materia prima en un alto potencial. La madera abarca de un 40 a un 60% de celulosa, más del 90% de la producción de la celulosa es proveniente de la madera y el 10% es restante a otras plantas. La celulosa es una parte principal de la pared de las células vegetales en plantas, madera y fibras naturales, se encuentran combinadas generalmente con elementos como es la lignina, hemicelulosas (carbohidratos más cortos que son principalmente pentosanos), pectinas y ácidos grasos.

La celulosa se forma por la unión de moléculas de β -glucopiranosas unidas mediante enlaces β -1,4-O-glucosídico, debido a este enlace cada molécula gira 180° con proporción a lo anterior, formando largas cadenas lineales que se estabilizan por medio de puentes de hidrógeno intracatenarios e intercatenarios, que se unen a cadenas más cortas. El enlace de unas 60 a 70 cadenas de celulosa forman la llamada micela de celulosa, así mismo la asociación de 20 a 30 micelas da lugar a microfibrillas que se reúnen en fibras de diferente grosor que conforman la estructura de la pared celular, la figura 1 muestra la estructura de la celulosa. Esto sucede a través de la hidrólisis de la glucosa, la celulosa es una larga cadena polimérica de un peso molecular variables. (Castaños, 2015)

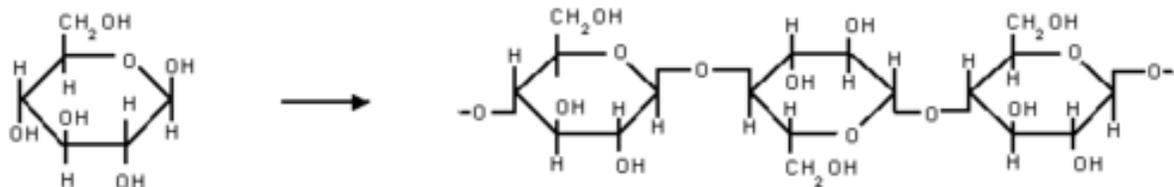


Figura 1. Estructura de celulosa.

Se puede observar en la parte izquierda la β -glucosa; a la derecha, varias β -glucosa unidas.

La celulosa tiene una estructura lineal o fibrosa, en la que se disponen de múltiples puentes de hidrógeno entre los grupos de hidroxilo de diversas cadenas expuestas de glucosas, haciéndolas inaccesibles al agua, lo que hace que sea insoluble al agua y producir fibras compactas que contribuyen en la pared celular de las células vegetales.

5.6.2 Propiedades físicas

Este material está compuesto de partes amorfas, de partes cristalinas, que tienen un ordenamiento y una forma de prisma rectangular, cuyas dimensiones varían según la fuente de la celulosa. (Castro y Delgado, 2016)

Su fórmula empírica es: $(C_6H_{10}O_5)_n$, con una densidad de $1.27 - 1.61 \text{ g/cm}^3$.

La celulosa se identifica por ser un polvo blanco y fino, inodoro, inerte, insoluble en agua, en solventes orgánicos y ácidos diluidos, y parcialmente soluble en álcalis diluidos. (Romero *et al*, 2014)

Una más de sus propiedades principalmente es su capacidad de enlace y de su comportamiento visco-elástico, es de suma importancia para proporcionar propiedades deseadas como grado de hinchamiento, rehidratación, plasticidad, flexibilidad, rigidez, dureza, etc. (Prinsen, 2010)

5.6.3 Principales fuentes

Se encuentra principalmente en fuentes maderables, sin embargo, hoy en día la tendencia de búsqueda es obtener la celulosa de nuevas fuentes, considerando el aspecto ecológico y el cuidado al medio ambiente. (Jiménez *et al*, 2017)

Se han realizado investigaciones a partir de fuentes no leñosas, esto se está llevando a cabo tanto a nivel nacional como a nivel mundial, con estudios de fuentes alternativas a la madera tal como es; el vástago de plátano, la cabuya, el cáñamo y el algodón, donde se han obtenido resultados satisfactorios utilizando fibras vegetales como pulpa. (González *et al*, 2016)

Por lo que se sigue investigando en nuevos cultivos no maderables que aún no encuentran dentro de la competencia de mercado para materias primas. Gracias a los estudios que se han realizado las plantas herbáceas han sobresalido por el interés en el sector de biomasa.

Las plantas herbáceas están clasificadas dentro de la división Spermatophyta y subdivisión Angiospermae, dentro de las clases Dicotyledoneae y Monocotyledoneae (Liliopsida). La mayoría pertenece a la familia de Poaceae (Gramineae (las gramíneas)), la familia de mayor importancia económica, además de que crecen en tiempos cortos. (Prinsen, 2010)

5.6.4 Métodos de obtención

Para la obtención de celulosa a nivel industrial, la celulosa se obtiene mediante un método de hidrólisis de la madera y del algodón de celulosa, utilizando ácidos minerales diluidos, para así obtener celulosa microcristalina.

Existen diferentes métodos de obtención para la celosa nanocelulosa, como son los siguientes:

(Biermann 1996, Hernández 2004) En el proceso termomecánico, el objetivo principal es mantener la longitud de las fibras después del proceso. En éste se introduce como variable principal a la temperatura. Aquí se obtiene pulpa con fibras de mayor longitud y altos rendimientos de 95 a 98%.

En el proceso químico termomecánico se utilizan algunos químicos como NaOH o NaHSO₃, con el objetivo de degradar las sustancias que unen a las fibras evitando que estas se acorten por el efecto del trabajo refinador. La pulpa obtenida presenta una moderada resistencia. Los rendimientos que se obtienen oscilan entre 88.95%.

En el proceso semiquímico, el primer paso utiliza un químico suave y posteriormente se aplica una etapa mecánica moderada de refinación. Principalmente se procesan maderas duras como robles y maderas blandas como abetos. Las fibras obtenidas de este proceso presentan buena rigidez y moldeabilidad con rendimientos de hasta 80%.

(Gumeta, 2007) En el procedimiento alcalino se emplea una solución que contiene 1-30% de NaOH, 1-2.5 % de Na₂CO₃ y 0.2-1% de Na₂ SO₄. En el proceso Organosolv se utiliza CH₃COOH como agente deslignificante y como catalizador HCl. La muestra de residuo de agave se coloca en una mezcla agua-disolvente-catalizador a reflujo durante 180 minutos a diferentes concentraciones de ácido acético (70, 80 y 90%) y HCl (0.5, 1 y 1.5%). (Jiménez et al. 2017)

Se utilizó un proceso adaptado por Abraham, et al. (2011) y Cherian, et al. (2008), que consistió en un tratamiento alcalino con 2% de hidróxido de sodio por 6 h a una temperatura de 30°C. Posteriormente la fibra mercerizada se procesó en una autoclave a una presión de 150 Pa por 1.5 h, a una temperatura de 125 °C. Finalmente la fibra se blanqueó con clorito de sodio al 1% a 75°C por 2 h, a un pH de 4. Posteriormente,

la celulosa se sometió a una hidrólisis parcial, utilizando ácido 3 oxálico al 5% y seguido de un segundo paso en autoclave a 150 Pa por 1.5 h a una temperatura de 125 °C. Una vez terminado el tratamiento se lavó con agua destilada y se centrifugó a 2500 rpm por 20 min. (González *et al*, 2016)

Estos métodos que se han realizado han mostrado eficacia para la obtención de celulosa y nanocelulosa y que se realicen de la diferente manera todos cumplen el objetivo, así como también podemos verificar que en algunos métodos se usan los mismos reactivos, pero haciendo cambios en la concentración y el tiempo.

5.7 Microcelulosa

La celulosa microcristalina (MCC) o también llamada microcelulosa fina, es un derivado de la α -celulosa despolimerizada, en la cual la pared celular de la fibra ha sido descompuesta en fragmentos de tamaños que varían de decenas a algunas centenas de micras. La microcelulosa se obtiene mediante una hidrólisis ácida controlada, resultando una fracción soluble en ácido y otra insoluble. Esta última fracción contiene más de 97 % (en base seca) de celulosa de alta cristalinidad (MCC) y se caracteriza por ser un polvo blanco y fino, inodoro, inerte, insoluble en agua, en solventes orgánicos y ácidos diluidos, y parcialmente soluble en álcalis diluidos. (Romero *et al*. 2014)

5.7.1 Propiedades

La celulosa presenta varias características que son muy sobresalientes como el ser ligera, fuerte, rígida y con un alto coeficiente de resistencia con respecto a su peso, es transparente y presenta un bajo peso de dilatación con la temperatura.

Estas características han impulsado su gran uso como refuerzo a diferentes tipos de polímeros para hacer cambios, aportando mejores propiedades mecánicas, así obteniendo mejores resultados y que son numerosamente sobresalientes. (Pulido *et al*, 2016).

Este es un compuesto estable a pesar de ser higroscópico, así como también tiene la capacidad de deformación plástica, por ello tiene buenas propiedades de aglutinación que es un factor importante en el área de alimentos.

5.7.2 Caracterización

La caracterización consta de varios análisis a través de los cuales se caracterizan las propiedades de cada material sintetizado, por lo cual es relevante en esta investigación.

5.7.2.1 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier.

Esta técnica de caracterización se basa en la absorción que presentan las moléculas con respecto a la radiación infrarroja. El FTIR arroja resultados del tipo cualitativo, lo cual permite identificar y/o determinar los grupos funcionales de una molécula para los que se observan bandas características en regiones específicas del espectro generado por la prueba, Esto permite poder identificar si existe alguna transformación o modificación de los grupos funcionales de la celulosa después de haberse sometido a los diversos tratamientos. La Difracción de Rayos X es uno de los fenómenos físicos que se producen al interaccionar un haz de Rayos X, de una determinada longitud de onda, con una sustancia cristalina.

5.7.2.2 La Difracción de Rayos X.

Se basa en la dispersión coherente del haz por parte de la materia, y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio. Con cada tratamiento se va reduciendo la cantidad de celulosa amorfa, por lo tanto, la cristalinidad de la muestra aumenta, lo cual ocasionará que en los difractogramas realizados se distinga una mayor cristalinidad después de los tratamientos realizados. A partir de los datos obtenidos, mediante esta técnica, y utilizando fórmulas como la de Sherrer y la cristalinidad, se puede obtener información como es el tamaño de las fibras y el grado de cristalinidad de la muestra.

5.7.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

Esta técnica explora la superficie de la muestra punto por punto. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones haciendo un barrido sobre la muestra, y genera la imagen a partir de los electrones dispersados sobre la misma. Este tipo de micrografías otorga información acerca de la morfología de la muestra, en el caso de esta investigación dará información acerca del tamaño de

las microfibras y se podrá identificar si aún se tienen algunos otros elementos indeseables en la celulosa, a partir del análisis químico elemental. (Pulido et al. 2016)

5.7.3 Usos Ventajas y Desventajas

La microcelulosa (también denominada, por ejemplo, celulosa DP nivelada y celulosa microcristalina) es un material versátil que tiene muchas aplicaciones industriales, como por ejemplo en el área de alimentos, en productos farmacéuticos, cosméticos, papel y cartón y entre muchas más aplicaciones. La microcelulosa también se puede usar en la producción de derivados de esta, como son la celulosa viscosa, CMC, nanocelulosa y diversos productos compuestos. (Dahl *et al*, 2015).

Una de las desventajas de los métodos a utilizar radica en su alto costo y los bajos rendimientos, por lo que es necesario estandarizar nuevas metodologías que ayuden a optimizar y dar mejores rendimientos para usos industriales ya que tienen un gran potencial.

Su principal ventaja es que posee propiedades mecánicas y de textura, al combinarse con otros materiales mejoran las propiedades mecánicas, además de que la mayoría de los beneficios que aporta son de tipo tecnológico en la industria alimentaria.

6. MATERIALES Y MÉTODOS

La presente investigación se llevó a cabo en el laboratorio de inocuidad y empaques del Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro y la caracterización en el Centro de Investigación en Química Aplicada.

Tabla 1. Equipos, materiales y reactivos utilizados durante el experimento.

Equipos	materiales	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> Balanza analítica (Biobase) Molino de alta potencia marca El crisol. Horno de secado Potenciómetro (pH) Espectro FTIR Equipo DRX Microscopio electrónico de Barrido Equipo TGA-DSC 	<ul style="list-style-type: none"> Embudos de vidrio Espátulas Matraz Erlen Meyer Agitadores magnéticos Vasos de precipitado diferentes tamaños Papel filtro Papel PH Termómetro de mercurio 	<ul style="list-style-type: none"> H₂SO₄ (Ácido sulfúrico) al 98% (J. T: Baker) NaOH (Hidróxido de sodio) Jalmek. NaClO (Hipoclorito de sodio) Analytyca Agua destilada

6.1 Obtención de la Materia Prima

Las fibras de Agave de Lechuguilla fueron proporcionadas por MC Héctor Darío González López del departamento de Forestal de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro. Los cogollos del maguey de *Lechuguilla Torrey* se recolectaron de diferentes zonas de Coahuila. Las fibras se encontraban limpias y separadas por manojos.

6.2 Obtención de Microcelulosa por tratamientos combinados

Los manojos de fibras que posteriormente fueron entregadas se encontraban limpias y parcialmente secas, para la obtención de la microcelulosa. La primera fase consiste en el acondicionamiento de las fibras poniendo a secar a 60°C por un lapso de 6 horas para eliminar la humedad residual, seguidamente se redujo el tamaño de partícula realizando un cortado con tijeras. A Continuación, la muestra fue pesada, con la finalidad de conocer el rendimiento final.

Una vez que las fibras fueron acondicionadas se pusieron en contacto con una solución de ácido sulfúrico al 98%, adicionando 20 ml de esta solución por cada gramo de fibra a procesar. Con ello se obtuvo una hidrólisis ligeramente ácida para eliminar las impurezas en las fibras de lechuguilla. Se mantuvieron en agitación constante durante una hora a una temperatura de 20-23°C. Posteriormente se realizaron lavados con agua destilada a través de un embudo de vidrio con papel filtro.

Posteriormente se llevó a cabo un proceso de cloración, empleando NaClO al 3.5 %, a la muestra dejando en contacto una proporción de 1 g de fibras por 20 ml de la solución de NaClO, durante una hora a una temperatura de 30°C. Finalmente se realizó un nuevo lavado con agua destilada hasta obtener las fibras en un estado de neutralidad.

A continuación, se llevó a cabo una extracción alcalina con NaOH. Se colocó una proporción de 20 ml de solución por g, manteniendo las fibras en agitación constante por 2 horas, a temperatura de entre 60-70°C seguido por un proceso de lavado. (4 Lavados con agua destilada). Una vez concluida esta extracción se procede al blanqueo mediante tratamiento con NaClO al 0.5%, para 10 gramos de fibras se agregó 1 ml de NaClO en 200 ml de agua destilada. Se mantuvo en agitación magnéticamente por 1 h, para así finalmente someter las fibras a lavados hasta alcanzar un pH neutro.

Las proporciones de H₂SO₄ y NaClO fueron variadas, como se presenta en la tabla 2, con la finalidad de evaluar la eficiencia de cada tratamiento en función a su rendimiento y caracterización física y química.

Las dos etapas finales consisten en el secado y la molienda de los productos obtenidos. Las fibras se disgregan en un recipiente de vidrio y se lleva a una estufa de secado a una temperatura de $70 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 16 horas para eliminar la humedad.

La molienda se realizó mediante en un molino de aspas “El Crisol”, para finalmente tamizar a través de una criba de malla número 150 con abertura de 140 micrones (0.012446 cm).

Tabla 2. Tratamientos evaluados para microcelulosa.

# Tratamiento	H_2SO_4	Tiempo/ Temperatura	NaClO	Tiempo/ Temperatura	NaOH	Tiempo/ Temperatura	NaClO	Tiempo/ Temperatura
		ra		ra		ra		ra
		1 hora/23- 25 °C	3.5 %	1 hora/30°C	5%	2 horas/ 60-70 °C	0.5%	1 hora/23- 25°C
1	0.2%		3.5 %		5%		0.5%	
2	0.2%		3.5%		7%		0.5%	
3	0.2%		3.5%		10%		0.5%	
4	0.4%		3.5 %		5 %		0.5%	
5	0.4%		3.5 %		7%		0.5%	
6	0.4%		3.5 %		10%		0.5%	
7	0.6%		3.5 %		5 %		0.5%	
8	0.6%		3.5 %		7%		0.5%	
9	0.6%		3.5 %		10%		0.5%	

6.3 CARACTERIZACIÓN DE MICROCELULOSA

6.3.1 Espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier (Ftir)

Se realizó la prueba de la composición química con Espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier con un equipo is50 ATR (NICOLET), presentado en figura 2.



Figura 2. Equipo is50 ATR (NICOLET).

6.3.2 Difracción de rayos X (Drx)

El análisis se llevó a cabo en el equipo SIEMENS DR-X D-5000 presentado en figura 3; con voltaje trabajado a 35 Kv y el amperaje en 25 mA en corriente, con un rango de análisis 2θ (dentro de 2 a 110°)($0.06^\circ/s$) en un tiempo de paso 3 segundos. Los análisis se realizan para conocer los difractogramas mismos que darán indicativo del índice de cristalinidad y tamaño de cristalito de las muestras.



Figura 3. Equipo equipo SIEMENS DR-X D-5000.

6.3.2.1 Ecuación de Segal para índice de cristalinidad

La importancia del grado de cristalinidad de la celulosa es necesaria para una comprensión del comportamiento de los materiales celulósicos que han suscitado un considerable interés. Por ello se desarrolló la ecuación 1, que es un método cuantitativo rápido y confiable para la determinación del índice cristalino.

$$\%ic = \left(\frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \times 100 \right)$$

Ecuación 1. Ecuación de Segal (Segal et al; 1957)

Donde:

$\%ic$: es porcentaje de índice de cristalinidad.

I_{200} : es el pico o reflexión o intensidad máxima en material cristalino.

I_{am} : es la intensidad mínima en la región de material amorfo.

Ambas intensidades en unidades arbitrarias.

6.3.2.2 Ecuación de Scherrer para estimar el tamaño del cristal.

El tamaño de un cristal está definido como el tamaño del dominio coherente donde se lleva a cabo la difracción de rayos-X, es decir, el volumen de material en donde es posible aplicar rigurosamente la operación de simetría de traslación en el sólido cristalino. Cada dominio tiene diferente orientación. El tamaño de cristal generalmente se determina empleando la ecuación de Debye-Scherrer, en el cual se debe tener en cuenta que el ensanchamiento del pico de difracción es originado por el tamaño del cristal de la muestra y por la óptica del instrumento de rayos-X. Es posible conocer el tamaño de cristal por medio de la ecuación de Debye-Scherrer por los siguientes parámetros.

El ancho a la altura media de un pico de difracción es una combinación del ensanchamiento originado por el tamaño de cristal en una muestra (FWHM(S)) y el ensanchamiento causado por el instrumento (FWHM(I)). El ensanchamiento originado

por el instrumento se debe a: i) el tamaño de la muestra irradiada, II) la anchura de las rejillas utilizadas en la medición, III) la penetración del haz de rayos-X en la muestra, IV) la monocromaticidad del haz, etc. La función instrumental caracteriza el ensanchamiento originado por el difractor en un intervalo angular de dos theta.

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta\cos\theta}$$

Ecuación 2. Ecuación de Scherrer. (Cullity, 1978)

D ó t: Tamaño del cristal (nm).

K: 0.9 Scherrer, el factor de forma del cristal

λ : 0.15406 nm es la longitud de onda de la radiación utilizada (Cu: Cobre)

β : FWHM (es el ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra en radianes).

θ : Posición del pico.

6.3.3 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se realizó la observación de la superficie de las muestras obtenidas mediante microscopía Electrónica de Barrido (SEM), y Análisis Químico Elemental (SEM-EDX), con un equipo TOPCON WET SM-510. Las muestras fueron preparadas previamente recubriéndolas con *oro palladium*. La figura 4 presenta la imagen del equipo.



Figura 4. Equipo TOPCON WET SM-510.

6.3.4 Caracterización Térmica

La caracterización térmica se llevó a cabo mediante dos evaluaciones el análisis termogravimétrico (TGA) y la calorimetría diferencial de barrido (DSC).

6.3.4.1 Análisis termogravimétrico TGA

El ensayo térmico (TGA) para la microcelulosa se realizó en el equipo TA Instruments modelo Discovery Series, mostrado en la Figura 5, bajo una atmósfera de nitrógeno de alta pureza en una rampa de calor de 5°C por minuto hasta 800°C situado en el Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA).

La figura 5 presenta la imagen del equipo TGA Instruments empleado en la presente investigación.



Figura 5. Equipo TGA.

6.3.4.2 Calorimetría Diferencial de barrido DSC.

Los tratamientos de la microcelulosa fueron sometidos a un calentamiento con incrementos de temperatura de 10°C por minuto hasta alcanzar 200°C, mediante un equipo de calentamiento TA Instrument Q600.

La figura 6 presenta la imagen del equipo DSC Instruments empleado en la presente investigación.



Figura 6. Equipo DSC.

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Obtención de la microcelulosa

Se realizaron nueve tratamientos para la extracción de la microcelulosa, basados en algunos métodos reportados para el mismo fin que han demostrado eficiencia a partir de materias primas que presenten similitud a las de las fibras de lechuguilla en cuanto a su consistencia, dureza y resistencia.

En la tabla 3 se muestran los respectivos rendimientos de cada uno de los tratamientos efectuados para la obtención de microcelulosa.

Tabla 3. Rendimientos de tratamientos de microcelulosa.

<u># Tratamientos</u>	<u>Cantidad en gramos tratada</u>	<u>Cantidad obtenida después de tratar</u>	<u>Pérdida de material en proceso</u>
1	10 g	6.74 g	3.26 g
2	10 g	6.85 g	3.15 g
3	10 g	6.09 g	3.91 g
4	10 g	6.55 g	3.45 g
5	10 g	7.15 g	2.85 g
6	10 g	6.27 g	3.73 g
7	10 g	6.56 g	3.44 g
8	10 g	6.54 g	3.46 g
9	10 g	6.80g	3.20 g

La microcelulosa o también microcelulosa fina obtenidas a partir de polisacáridos han demostrado tener un gran potencial en distintas áreas de aplicaciones entre ellas el área de alimentos. En la tabla 3 se muestran los tratamientos de pérdida de material dentro del proceso, considerando que se utilizaron 10 g de inicio en los 9 tratamientos de donde fue posible observar que las menores pérdidas se dieron con el tratamiento cinco con 2.85g, seguido del dos con 3. 15g y el nueve con 3. 80g. El tratamiento con mayor pérdida fue el 3, con 3.91 g.

Infrarrojos por Transformada de Fourier (FTIR)

Este análisis permitió evaluar en cuanto a la función de las vibraciones que presentan los átomos en una molécula para poder ser observada y permitiendo que los enlaces químicos puedan estirarse o contraerse mediante la absorción de la radiación infrarroja.

En la figura número 7 se muestran los espectros infrarrojos obtenidos de cada uno de los tratamientos de microcelulosa, así como sus respectivas escalas.

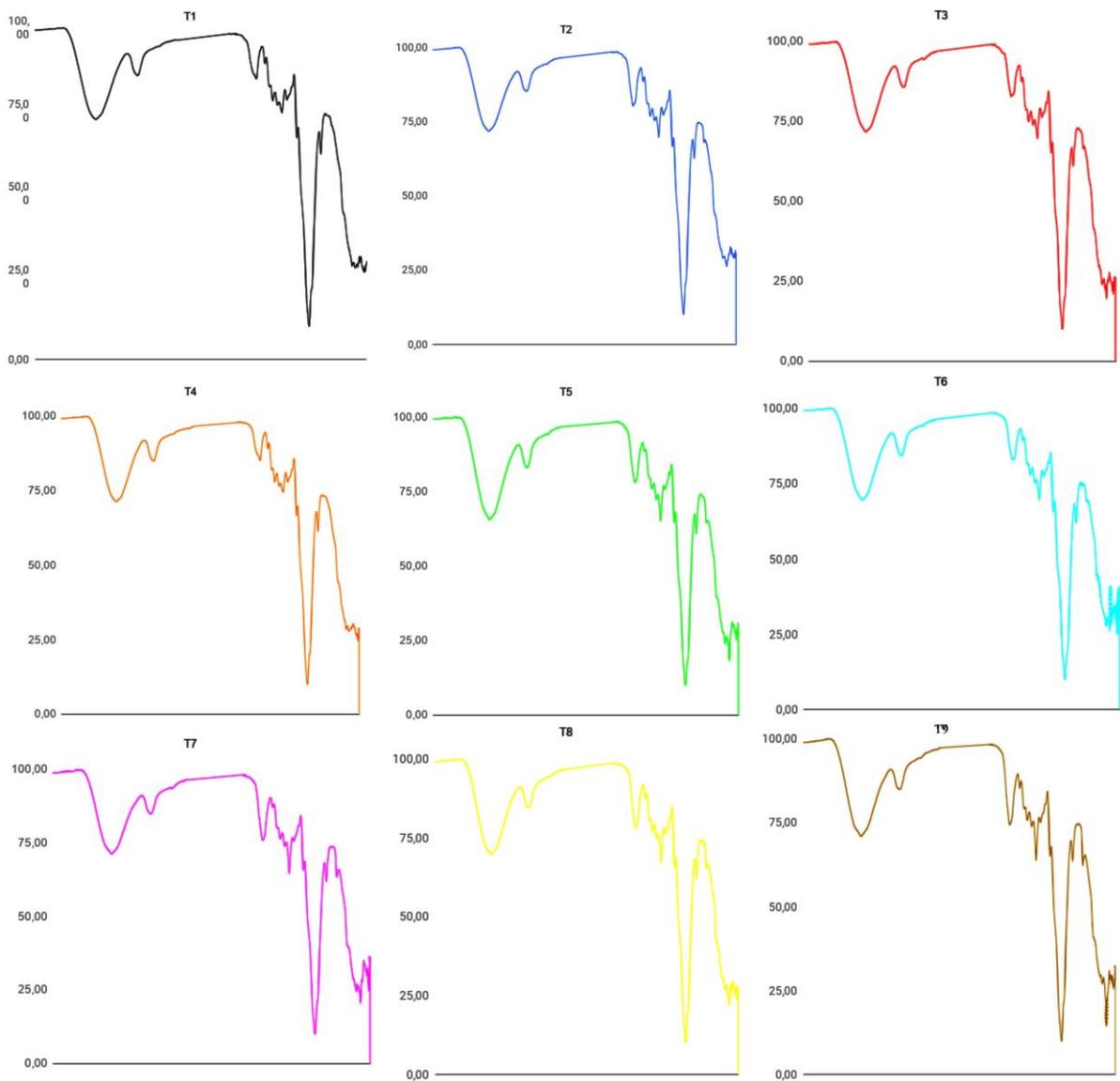


Figura 7. FTIR de tratamientos de microcelulosa.

En la figura número 8 se recopilaban los gráficos de los espectros obtenidos a partir de los tratamientos para microcelulosa; de donde es posible apreciar que existe una superposición de las bandas de absorción para las muestras de los nueve tratamientos, lo que indica que no hay corrimiento en la localización de las bandas de absorción características de los enlaces de la estructura química de las diferentes muestras de microcelulosa obtenidas.

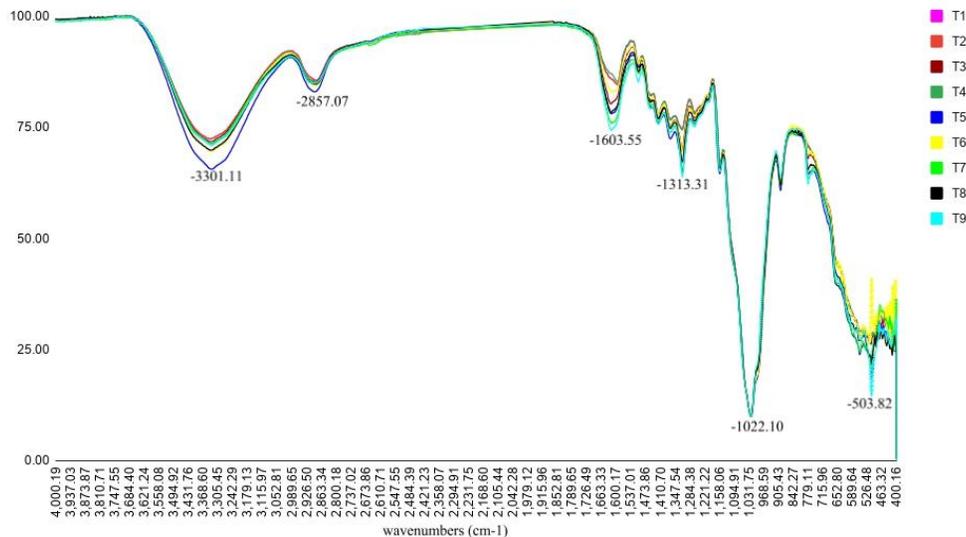


Figura 8. FTIR tratamientos de microcelulosa.

Las bandas localizadas se encuentran a los 3300 cm^{-1} , correspondiente a la tensión OH de los puentes de hidrógeno intermoleculares, donde el tratamiento 5 destaca al presentar la banda más pronunciada en comparación al resto de los tratamientos, esta intensidad es evidencia de un bajo nivel de cristalinidad de la muestra.

Una banda más a los 2857 cm^{-1} asociada al estiramiento de los grupos CH, propios de la celulosa, destacándose nuevamente el tratamiento 5 debido a lo pronunciado de la banda. La banda cercana a los 1603 cm^{-1} , corresponde a la vibración del esqueleto aromático, atribuible a los monómeros de lignina. Por otra parte, la señal a los 1313 cm^{-1} que corresponde a las flexiones de los enlaces C-H y C-O de los anillos aromáticos de la celulosa. Otra banda de importancia significativa es la presentada a los 1022 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de los estiramientos C-O, reportados para la mayoría de las fibras naturales.

Diversos autores entre ellos Moran (2008) han reportado espectros infra rojos para celulosa obtenida de diversas fuentes y comparándolas contra celulosa comercial que coinciden con las bandas aquí descritas, cabe mencionar que en ese trabajo se hace alusión a la presencia de la señal a los 1728 cm^{-1} , asociado a la presencia de pequeñas cantidades de hemicelulosa lo cual contiene mayor cantidad de grupos C=O.

ausente en la presente investigación, lo que evidencia la eficiencia de tratamiento aquí aplicado.

Difracción de Rayos X (DRX)

En las figuras 9 y 10 se muestran los difractogramas referentes a cada uno de los tratamientos de microcelulosa.

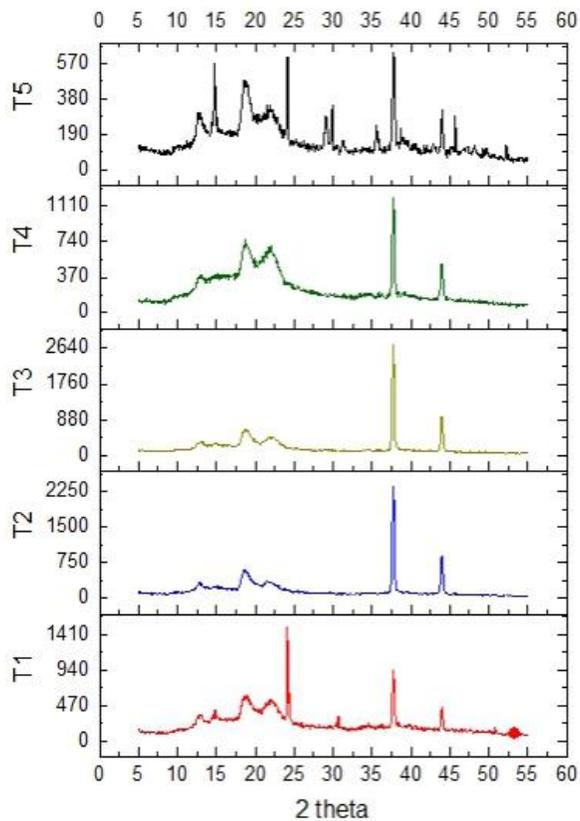


Figura 9. Difractogramas de los tratamientos de microcelulosa.

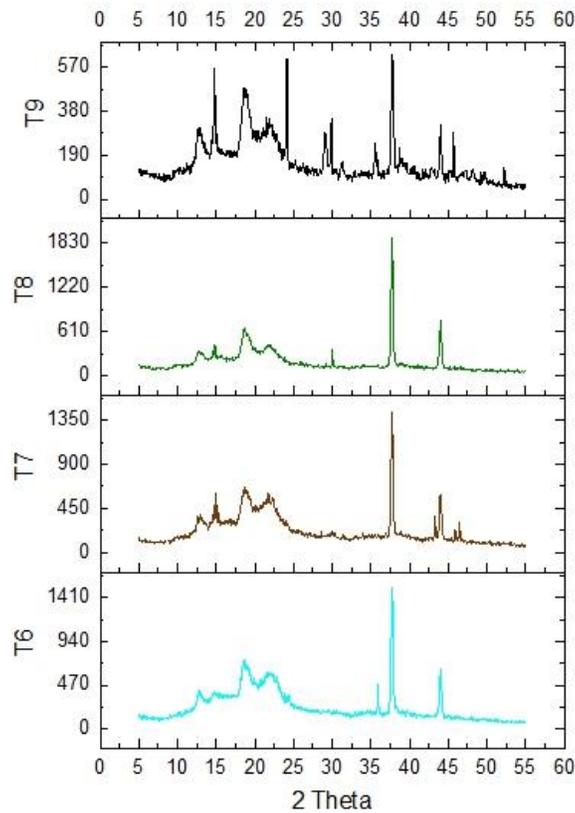


Figura 10. Difractogramas de los tratamientos de microcelulosa.

En los difractogramas las reflexiones hacen referencia al punto de cristalinidad en las figuras 9 y 10, encontrándose en los 22 y 24 grados.

Se pueden observar las reflexiones claramente en los tratamientos cuatro, cinco, siete y nueve mostrando la cristalinidad de los tratamientos que se realizaron.

En todos los tratamientos aparece un pico con alta intensidad en 37° el cual es correspondiente al disacárido celobiosa y surge del ordenamiento a lo largo de la dirección de la fibra. Es muy sensible a la alineación de las cadenas en fibrillas y se forma por la hidrólisis con H_2SO_4 de la celulosa. Es formada por dos glucosas unidas por grupos hidroxilo del carbono 1 en posición beta de una glucosa y del carbono 4 de la otra glucosa. (Ángel, 2019).

A partir de los datos arrojados por el análisis DRX, fue posible calcular tanto el grado de cristalinidad como el tamaño de cristal, dichos datos, así como el rendimiento, se presentan en la tabla 4 y la figura 11.

Tabla 4. Grado de cristalinidad y tamaño de cristal.

T. Celulosa	Tipo de Celulosa	Tamaño nm	% Índice C	Rendimiento
T1	Tipo I	104.16	46.91	6.74 g
T2	Tipo II	12.49	34.28	6.85 g
T3	Tipo II	12.00	41.21	6.09 g
T4	Tipo II	342.00	31.52	6.55 g
T5	Tipo I	20.75	47.08	7.15 g
T6	Tipo II	49.71	49.82	6.27 g
T7	Tipo I	47.24	40.55	6.56 g
T8	Tipo II	10.26	48.25	6.54 g
T9	Tipo I	270.67	46.96	6.80g

La ecuación de índice de cristalinidad es una medida empírica que ahorra tiempo para conocer una cristalinidad relativa en las muestras. (Segal et al; 1957).

Autores han utilizado este método con anterioridad para conocer el porcentaje contenido en sus respectivas muestras. Chen et al; (2011) preparó α -celulosa de diferentes especies entre ellas madera original, bambú y paja de trigo de las cuales obtuvo porcentajes de 46.4, 41.8 y 39.8% respectivamente. También utilizó la ecuación propuesta por Segal. Por lo cual se observó que dichos porcentajes son parecidos a los obtenidos con los nueve tratamientos de microcelulosa de lechuguilla.

Se realizó el procedimiento de la ecuación de Scherrer para cada uno de los tratamientos con la identificación de cada una de sus intensidades en 2θ . Se cálculo la FWHM que es indicativo del tamaño y la tensión del cristal. Cuanto menor sea el

tamaño, mayor será el valor de FWHM, y lo mismo se aplica a la tensión. El ensanchamiento del tamaño de cristalita es más pronunciado en ángulos grandes 2θ .

Se recopilaron dichos resultados en la tabla 4, cabe mencionar que se encontraron diversos tamaños en el mismo tratamiento por el área bajo la curva por lo cual se tomó un promedio de tamaño.

En un estudio similar al presente, a partir de bagazo de caña de azúcar reportó también el tamaño de cristal por medio de la ecuación de Scherrer en un promedio de 2 nm (López et al;2016). En dicho estudio se agregó NaOH al 20%, pudiendo ser esto un agente de afinación de áreas amorfas y permitiendo a la especie *Saccharum spp* presentar los cristales más pequeños. (Ángel 2019)

De modo que, el tratamiento con mayor índice de cristalinidad fue el tratamiento T5 con 47.80% y con celulosa obtenida de tipo I por las reflexiones obtenidas en las zonas correspondientes a celulosa I.

Por lo tanto, los tratamientos de celulosa tipo I son los tratamientos uno, cinco, siete y nueve, y los demás siendo de celulosa tipo II. Los ángulos característicos de la celulosa cristalina tipo I se encuentran entre 16° , 23° y 35° . La celulosa tipo II se encuentra en las reflexiones 12° - 13° y 18° - 19° .

Como se puede apreciar en la figura 11, los tratamientos con un tamaño pequeño se presentaron mediante los tratamientos dos, tres, ocho, ocupando el menor tamaño el tratamiento ocho con un tamaño de $10.26 \mu\text{m}$ por lo que se considera uno de los tratamientos con mejor resultados.

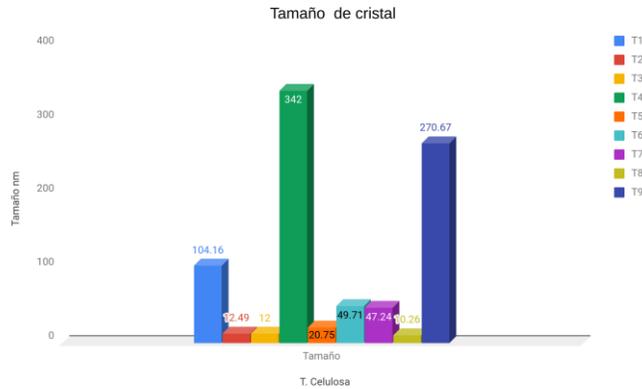


Figura 11. Gráfica de tamaño de cristal.

En la figura 12 se encuentra el índice de cristalinidad en porcentajes, de los tratamientos realizados en el análisis de DRX se muestra que los tratamientos uno, cinco, seis, ocho y nueve presentan alta cristalinidad, teniendo que el tratamiento seis presenta el índice de cristalinidad más alto con un 49.82%. Por lo que se puede apreciar que el tratamiento ocho sobresale, al presentar tanto el menor tamaño de partícula como uno de los índices de cristalinidad más altos

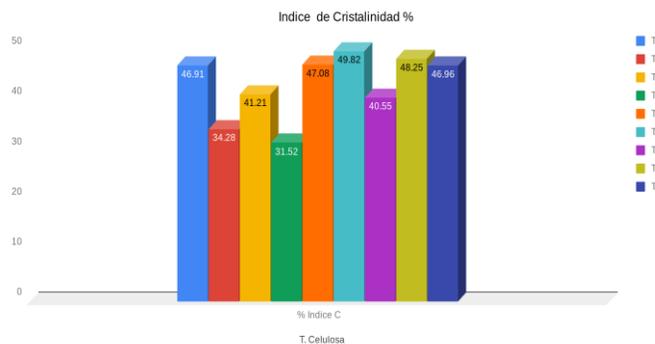


Figura 12. Gráfica de índice de cristalinidad.

SEM

En las figuras 13, 14 y 15 se muestran las micrografías de SEM magnificadas a 100X, 2000X y 5000X, respectivamente a 15 KW, para las muestras de microcelulosa obtenidas a partir de fibras de lechuguilla.

En la figura 13 se puede apreciar la estructura del material con un aspecto rugoso y enroscado.

Del acercamiento mostrado en la figura 14 se aprecia claramente el material acomodado en forma de espiral característica de la fuente de donde fue obtenido el producto.

Finalmente, de la muestra 15 donde se observa el material como una estructura acomodada de forma espiral con un grosor de entre 40 y 60 nm de espesor, de acuerdo con las mediciones realizados del comparativo con la barra de magnificación. Dicha morfología concuerda con lo descrito por Moran en 2008 para microcelulosa obtenida a partir de fibras de sisal.

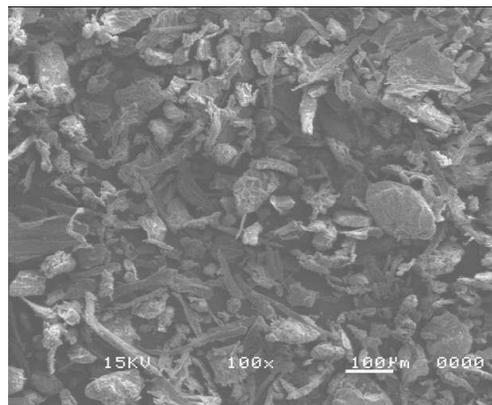


Figura 13. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 100X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.

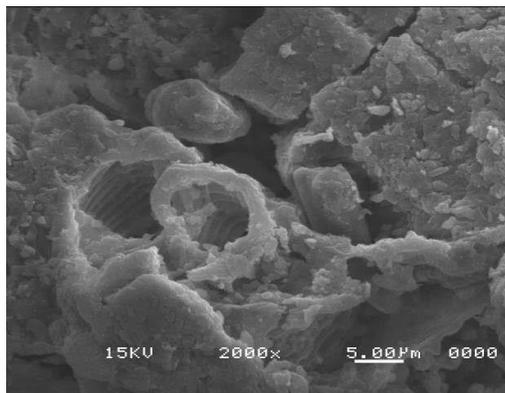


Figura 14. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 2000X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.

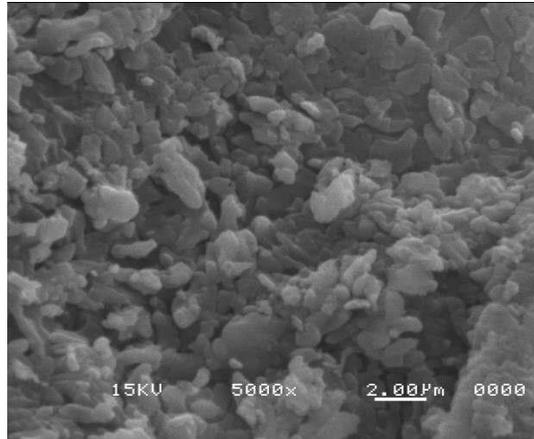


Figura 15. Micrografía para fibras de lechuguilla magnificadas 5000X a 15KV, mediante microscopía electrónica de barrido de electrones secundarios.

Análisis Químico Elemental por Rayos X (EDX)

Mediante el análisis químico elemental fue posible conocer los elementos presentes en las muestras de los tratamientos para la obtención de microcelulosa, la figura 16 presenta el gráfico más representativo de todos los tratamientos, mismos que coinciden los elementos presentes en la muestra y variando ligeramente en el porcentaje de los mismos.

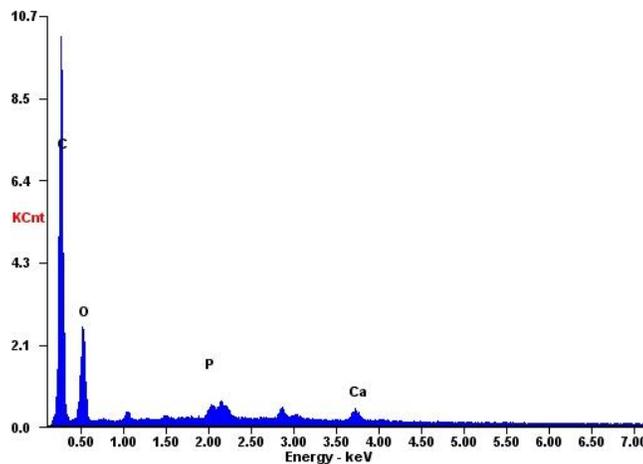


Figura 16. Gráfica de análisis de elementos químicos.

De dicha gráfica es posible apreciar que los elementos constitutivos en mayor porcentaje son el carbono (C) y el (O), propios de los compuestos orgánicos de la microcelulosa. Se hacen presentes además pequeñas proporciones de Calcio (Ca), mismas que provienen de cristales propios de la planta origen, lechuguilla, mismos que cumplen funciones de defensa en la misma planta. (Carmona *et al*, 2017) Así mismo la presencia de Fósforo (P) resultante de trazas presentes en el H₂SO₄ utilizado como reactivo para la hidrólisis ácida.

De los datos anteriores es posible apreciar que no existe contaminación por agentes indeseables, en las muestras obtenidas, como algún metal pesado o contaminante, que altere su idoneidad para el uso en diversas áreas vinculadas al consumo humano. (Laurichesse *et al*, 2014;2013).

Análisis Térmico

En la tabla 5, se muestran los datos correspondientes a los procesos de degradación térmica (TGA) de la microcelulosa obtenida por diferentes tratamientos.

El porcentaje en la pérdida es más pronunciada en las temperaturas de entre 150°C y 500°C, arriba de esta temperatura se presentan las pérdidas de los elementos residuales. Sin embargo, autores han demostrado que esta fase las primeras pérdidas son por la humedad que presenta la celulosa. En la curva TGA la caída de mayor degradación de porcentaje de microcelulosa también es representativa de la temperatura de transición vítrea (Tg) para celulosa en base seca, esto sucede entre 220 y 250 °C aproximadamente. En el termograma de la microcelulosa obtenida se encuentra dicha caída entre estas temperaturas (Ángel, 2019).

Tabla 5. Análisis termogravimétrico (TGA) para la microcelulosa obtenida mediante tratamientos químico-mecánico.

TIPO		TGA				
Tratamiento	Tem °C 1	Perdida % 1	Tem°C 2	Perdida % 2	Tem °C 3	Perdida % 3
T1	200	6.56	317.57	71.89	599.64	19.91
T2	180	5.90	316.50	63.29	599.47	27.00
T3	180	6.31	317.45	66.95	600.00	22.29
T4	200	6.24	321.58	72.86	599.65	19.42
T5	140	7.35	318.36	62.50	600.00	18.41
T6	N/P	N/P	315.00	78.28	600.00	20.04
T7	170	7.92	318.36	63.91	600.00	19.50
T8	180	9.35	312.00	61.21	600.00	18.67
T9	200	6.30	314.70	61.80	600.00	21.21

La mayor pérdida de masa se encuentra alrededor de los 320°C tal y como está reportada para la celulosa comercial (Moran *et al* 2008) y en diversos estudios para celulosa de diferentes fuentes como la obtenida a partir de fibras de algodón. (Cabrales *et al*, 2010)

Otro dato importante a conocer, en la caracterización de la microcelulosa es la temperatura de transición vítrea, es decir, cuando se cambia de un estado vítreo duro, a uno gomoso. El análisis por calorimetría diferencial de barridos (DSC) realizado a las

diversas muestras de microcelulosa permitió obtener esta información. La tabla 6 muestra dichos resultados.

Tabla 6. Calorimetría diferencial de barrido de los tratamientos de microcelulosa.

TIPO		DSC				
Tratamiento	T _{on set trans. vitreaTe} °C	Entalpía J/g 1	Fusión °C 1	Tem °C2	Entalpía J/g 2	Fusión °C 2
T1	32.19	182.58	78.13	N/P	N/P	N/P
T2	35.52	150.22	79.34	140.42	23.63	161.46
T3	37.61	130.05	79.30	125.00	0.39	131.91
T4	35.54	174.54	82.04	143.84	1.79	153.05
T5	30.99	164.26	76.47	139.41	13.67	155.55
T6	22.49	155.23	70.59	137.14	5.97	147.92
T7	47.73	160.32	95.58	158.54	18.11	177.68
T8	35.29	162.69	80.19	142.64	12.98	159.17
T9	31.68	131.69	75.35	137.73	20.50	160.71

Como es posible apreciar de la tabla XXX el inicio de la fase de transición vítrea T_{on set trans. vitreaTe} se da en alrededor de los 35°C. Otro dato de suma relevancia para el procesamiento de los materiales es el punto de fusión o disolución mismo que varía entre 95.58 y 70.59 para las diversas muestras obtenidas a partir de los tratamientos aquí realizados.

8. CONCLUSIONES

Fue posible obtener microcelulosa mediante tratamientos químico mecánico, con diferentes características físico-químicas, que le permitan ser empleado en diversas áreas de la tecnología.

Las muestras obtenidas mediante los diferentes tratamientos no presentaron diferencias en los grupos funcionales presentes, destacando la ausencia de restos de hemicelulosa en las muestras analizadas, por lo que los métodos aquí presentados resultaron eficientes.

De los resultados del análisis químico elemental, se destaca solo la presencia de C y O como elementos principales y trazas de Ca y P, provenientes de la propia materia prima, por lo que el material obtenido es inocuo y apto para su uso en las diversas áreas industriales para el consumo humano.

Los datos obtenidos de la caracterización térmica concuerdan con los presentados para celulosa comercial y micro celulosas obtenidas de diversas fuentes naturales como el algodón y el banano, con temperaturas de descomposición rondando los 320 °C y el inicio de la de transición vítrea alrededor de los 35°C y fusión variando desde los 75 y hasta los 95°C.

9. LITERATURA CITADA

Ángel A, (2019) Síntesis, caracterización y optimización de las propiedades mecánicas de un biomaterial activo de tercera generación para el envasado alimentario. Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro, Coahuila.

Camacho M, Vega J, Campos A (2011) Uso de nanomateriales en polímeros para la obtención de bioempaques en aplicaciones alimentarias. Revista de la Sociedad Química del Perú, <http://www.scielo.org.pe>

Castaños E, (2016) Los polisacáridos-Celulosa. Bloglidia con la química. <https://lidiakonlaquimica.wordpress.com/tag/celulosa/>

Castro C, Delgado F, (2016) La nanocelulosa: propiedades y aplicaciones. Boletín IIE. Disponible en: <https://www.ineel.mx/boletin022016/divulga.pdf>

Chávez L, (2018) Aplicaciones de la nanocelulosa obtenida del maguey. Universitarios Potosinos. Universidad Autónoma de Nuevo León, P. 12.

Chávez L, (2018) Obtención de la nanocelulosa obtenida del maguey. Disponible en: <http://www.uaslp.mx/Comunicacion-Social/Documents/Divulgacion/Revista/Quince/223/223-03.pdf>

Christoph R, Muñoz R, (2015) Nanocelulosa- Primeros pininos en el salvador. Instituto de ciencias tecnología e innovación. www.researchgate.net

Colin J, (2013) Síntesis de nanofibras a partir de nanomateriales por electrospinning como acarreadores de componentes activos. Ciencia de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada del instituto tecnológico nacional.

Dahl, O., Vanhatalo, K., Parviainen, K., & Svedman, M. (2015). U.S. Patent No. 9,096,692. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

González R, Reyes J, Gutiérrez F, Pacheco G, (2016) Nanocelulosa Obtenida de Residuos Agroindustriales del Cultivo de Plátano Macho (*Musa paradisiaca* L.). Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos, Vol. 1, No. 2

González, Daza, Caballero y Martínez, (2016) Evaluación de las Propiedades Físicas y Químicas de Residuos Sólidos Orgánicos a Emplearse en la Elaboración de Papel Luna Azul ISSN 1909-2474, No. 43, <http://www.scielo.org.co/pdf/luaz/n43/n43a21.pdf>

Holguín Tristancho J, Peña D (2015) Determinación de la resistencia a la corrosión de los biomateriales Ti6Al4V y 316L, mediante análisis gravimétrico. *Scientia et Technica* Año XX, Vol. 20, No. 2.

Jiménez E, Prieto F, Prieto J, Acevedo O, Rodríguez R , (2017) Obtaining pulp from waste of Agave salmiana B. Otto ex Salm. *Optimization, Dyna*, vol. 84, no. 200, <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49>

Jiménez E, Prieto F, Prieto J, Acevedo O, Rodríguez R, (2017) Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de Agave salmiana B. Otto ex Salm. *Optimización. Dyna*, 84(200), Disponible en: <https://www.redalyc.org>

Laurichesse, S; Averous, L. (2014;2013). "Chemical modification of lignings: Towards biobased polymers" *Progress in polymer science*, vol. 39, No. 7, pp.1266-1290.

Méndez K, Caicedo M, Bedoya S, Ríos A, Zuluaga R, Giraldo D, (2014). Tendencias investigativas de la nanotecnología en empaques y envases para alimentos. *Revista Lasallista de Investigación*. ISSN: 1794-4449. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=695/69539788003>.

Moran J, (2008) Extracción de celulosa y obtención de nanocelulosa a partir de fibra sisal - caracterización. Asociación Argentina de Materiales. Universidad Nacional de Mar del Plata.

Petersen K, Nielsen V, Bertelsen G, Lawther M, Olsen M, Nilsson N, Mortensen G, (1999) Potential of biobased materials for food packaging. *Trends in Food Science & Technology*. Volume 10, Issue 2, páginas 52-68. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0924224499000199>.

Prinsen P, (2010) Composición química de diversos materiales lignocelulósicos de interés industrial y análisis estructural de sus ligninas. Memoria del proyecto

desarrollado durante el período de investigación del Máster en “Estudios Avanzados en Química”

Pulido E, Morales B, Zamudio M, Lugo F, (2016) Obtención y caracterización de nanocelulosa a partir de tule (*Typha domingensis*). Revista de Energía Química y Física, Vol.3 No.6 31-38

Robles M, Rodríguez F, Márquez E, Barrera A, Aguilar J y Del-Toro C (2014) Aplicaciones biomédicas, textiles y alimentarias de nanoestructuras elaboradas por electrohilado. Revista de Ciencias Biológicas y de la Salud, www.biocetecnia.uson.mx

Romero P, Marfisi S, Oliveros P, Rojas B, Peña G, (2014) Obtención de Celulosa Microcristalina a Partir de Desechos Agrícolas del Cambur (*Musa sapientum*). Síntesis de Celulosa Microcristalina. Revista Iberoamericana de Polímeros, Volumen 15(6).

Vázquez A, Espinosa R, Beltrán M, Velasco M (2019) Bioplásticos y plásticos degradables. Asociación Nacional de Industrias de Plástico. <https://anipac.com/wp-content/uploads/2018/09/bioplasticos.pdf>

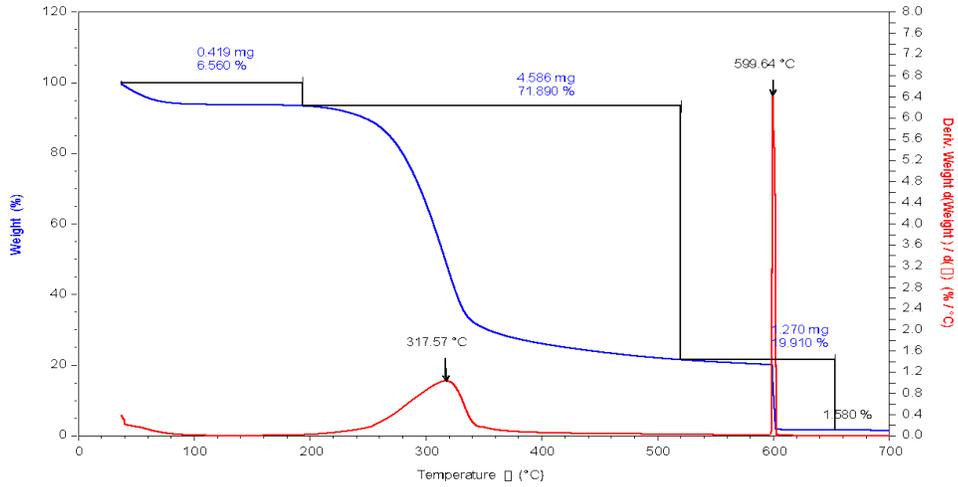
10. ANEXOS

Anexo 1.1

M193 T-1
RAMPA 10C/MIN ATM N2 O2 UAP
G. MENDEZ
c:\2019 tga\m193 t-1.tri

TGA5500,6/25/2019 12:24:01 PM
6.37839 mg
Platinum HT
INTERNO

M193 T-1

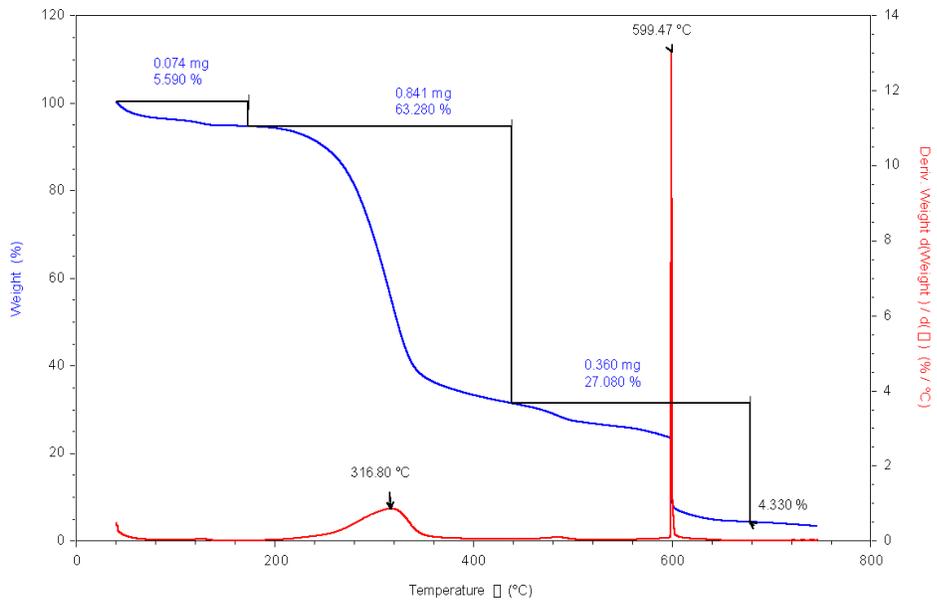


Termograma T-1

M193 T-2
RAMPA 10C/MIN ATM N2 O2 UAP
G. MENDEZ
c:\2019 tga\m193 t-2.tri

TGA5500,6/25/2019 1:36:42 PM
1.32905 mg
Platinum HT
INTERNO

M193 T-2

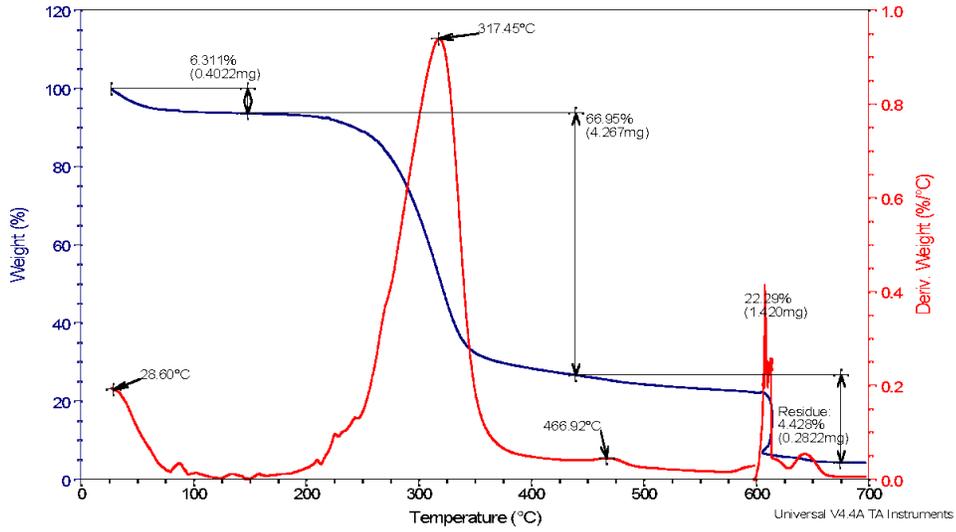


Termograma T-2

Sample: M193-M3
 Size: 6.3730 mg
 Method: M244.5
 Comment: RAMP 10C/MIN ATM - O2 UAP

TGA

File: C:\TA\Data\TGA\2019 TGA\M193-M3.100
 Operator: B. HUERTA
 Run Date: 06-Aug-2019 10:17
 Instrument: TGA Q500 V6.7 Build 203



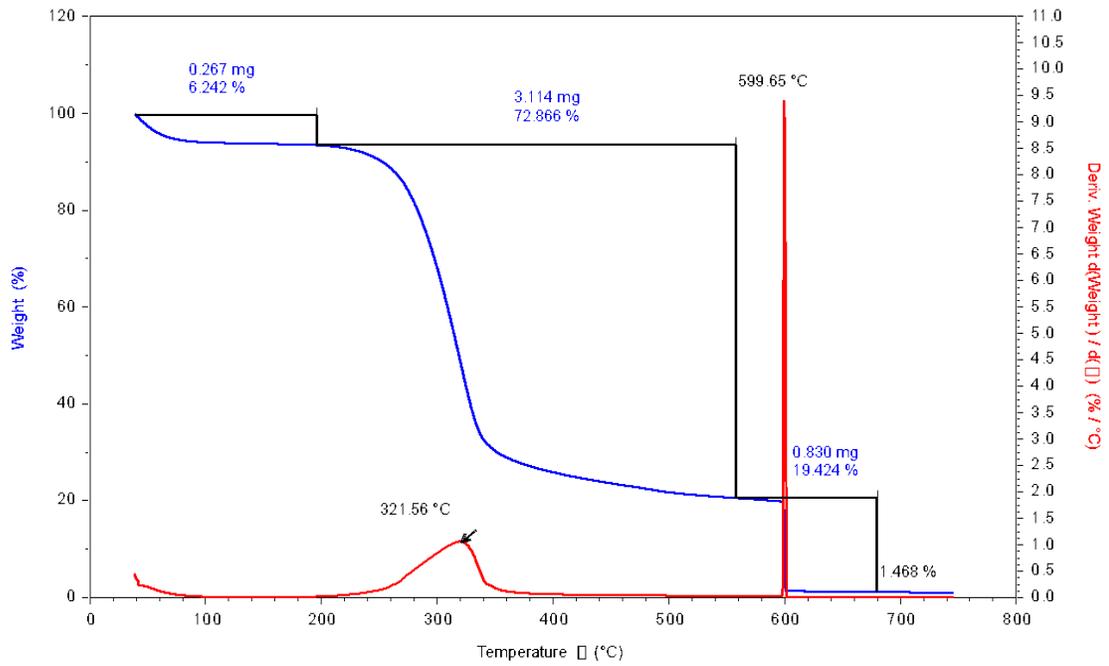
Termograma T-3

M193 T-4
 RAMPA 10C/MIN ATM N2 O2 UAP

TGA5500,6/25/2019 2:48:38 PM
 4.27322 mg
 Platinum HT
 INTERNO

G. MENDEZ
 c:\2019 tga\m193 t-4.tri

M193 T-4

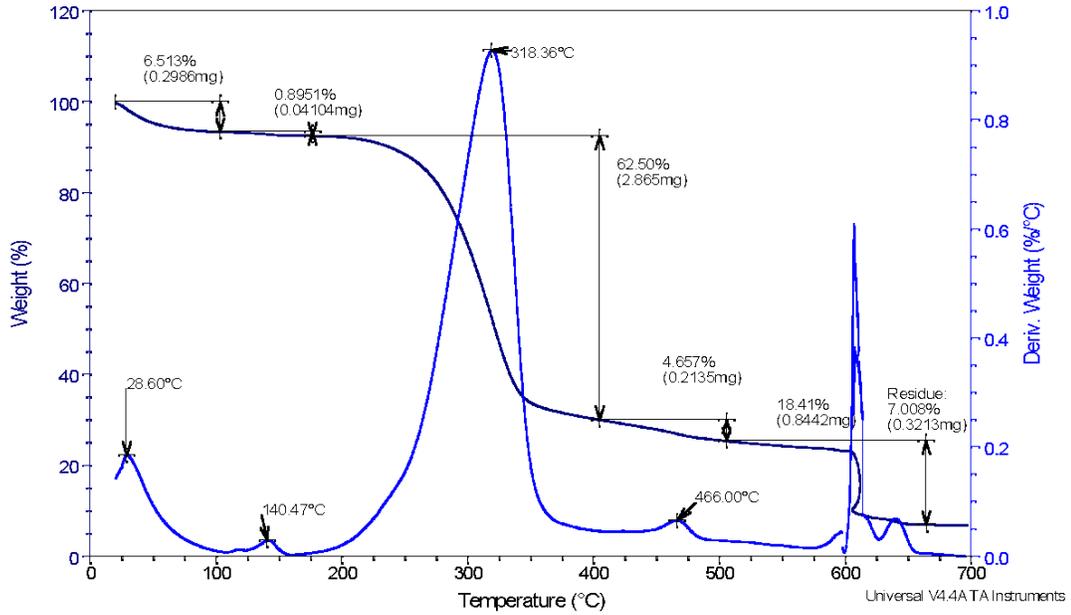


Termograma T-4

Sample: M193-T5
 Size: 4.5850 mg
 Method: M244.5
 Comment: RAMP 10C/MIN ATM- O2, UAP

TGA

File: C:\TAData\TGA\2019 TGA\M193-T5.100
 Operator: G. MENDEZ
 Run Date: 05-Aug-2019 11:34
 Instrument: TGA Q500 V6.7 Build 203

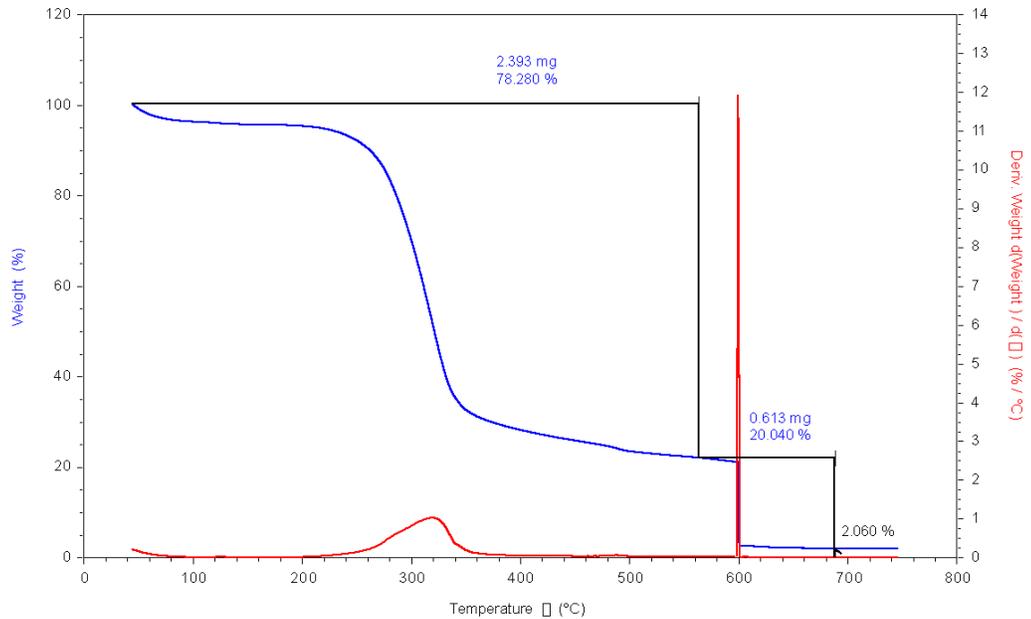


Termograma T-5

M193 T-6
 RAMP 10C/MIN ATM N2 O2 UAP
 G. MENDEZ
 c:\2019 tga\m193 t-6.tri

TGA5500,6/25/2019 5:13:00 PM
 3.05611 mg
 Platinum HT
 INTERNO

M193 T-6

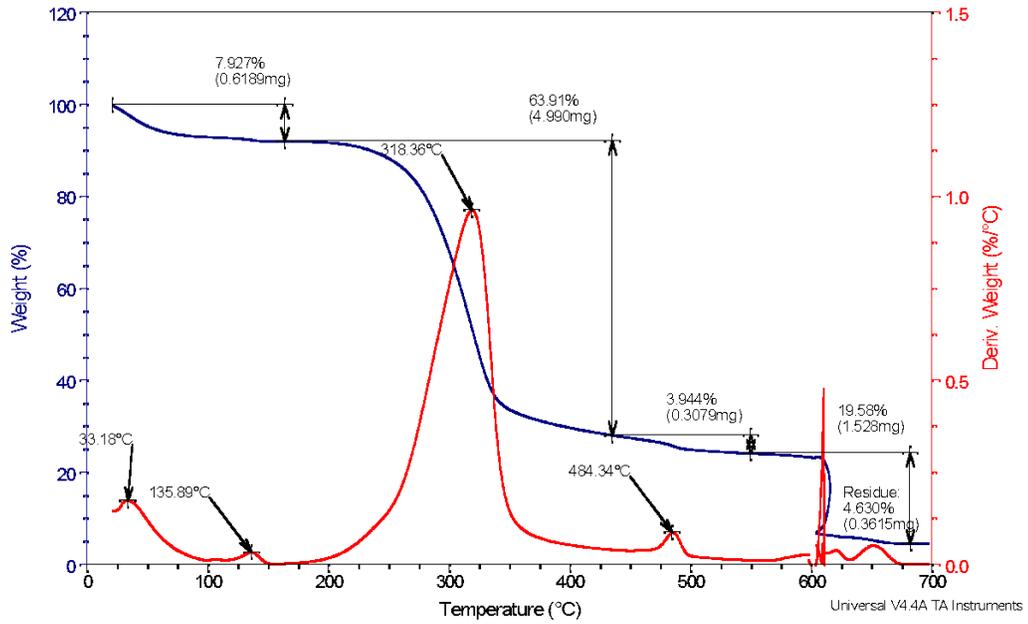


Termograma T-6

Sample: M193-T7
 Size: 7.8070 mg
 Method: M244.5
 Comment: RAMP 10C/MIN ATM - O2 UAP

TGA

File: C:\TAIData\TGA\2019 TGAM\193-T7.200
 Operator: B. HUERTA
 Run Date: 07-Aug-2019 17:25
 Instrument: TGA Q500 V6.7 Build 203

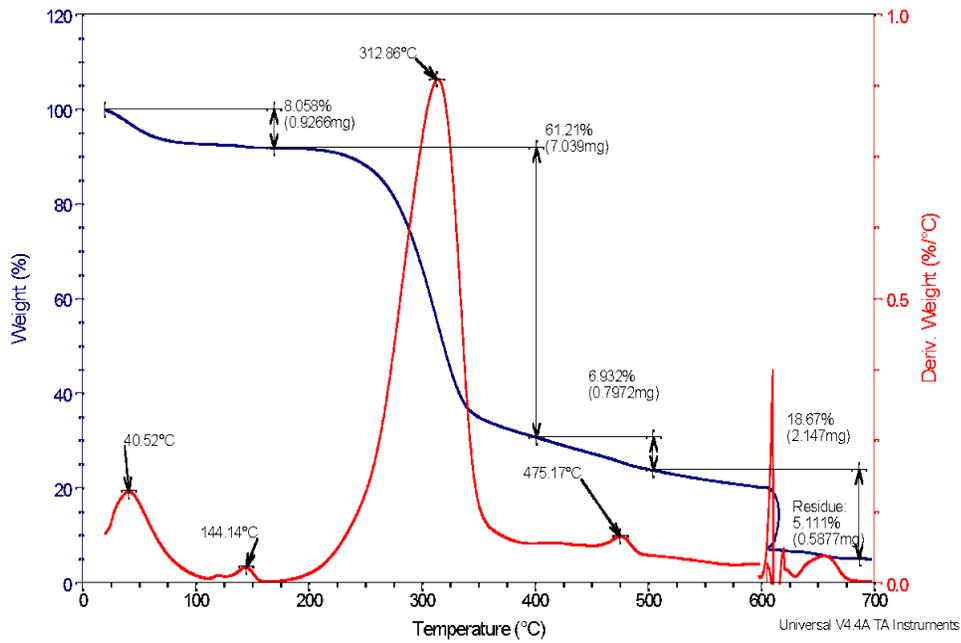


Termograma T-7

Sample: M193-T8
 Size: 11.4990 mg
 Method: M244.5
 Comment: RAMP 10C/MIN ATM - O2 UAP

TGA

File: C:\TAIData\TGA\2019 TGAM\193-T8.100
 Operator: B. HUERTA
 Run Date: 07-Aug-2019 09:16
 Instrument: TGA Q500 V6.7 Build 203

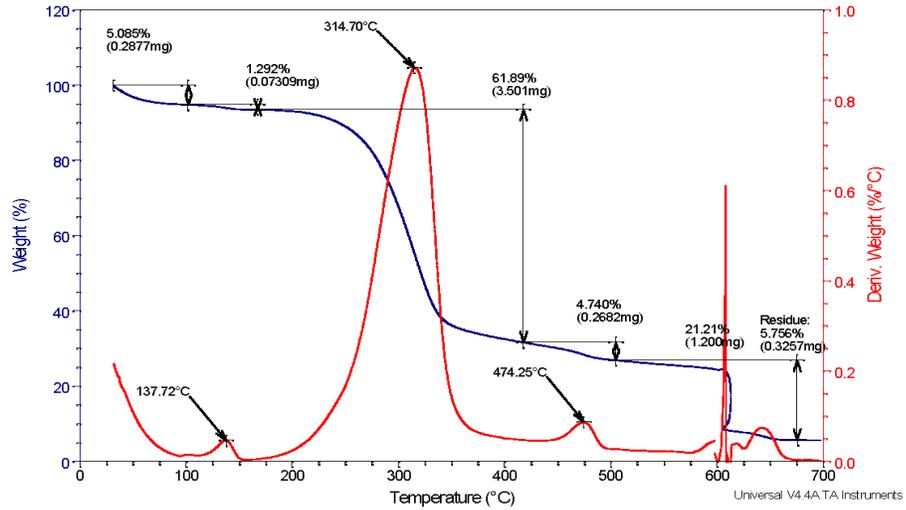


Termograma T-8

Sample: M193-T9
 Size: 5.6580 mg
 Method: M244.5
 Comment: RAMP 10C/MIN ATM - O2, UAP

TGA

File: C:\ATAData\TGA\2019 TGA\M193-T9.100
 Operator: B. HUERTA
 Run Date: 06-Aug-2019 11:39
 Instrument: TGA C800 V6.7 Build 203



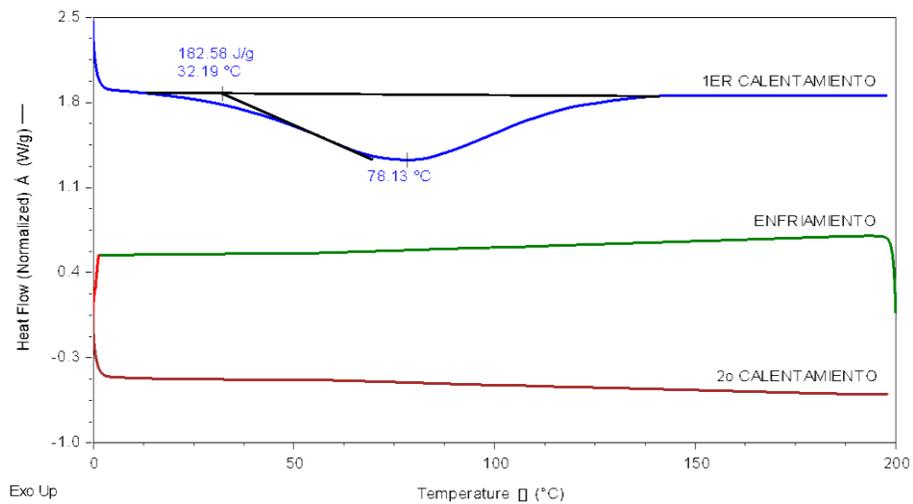
Termograma T-9

ANEXO 2.1

M193 T1
 RAMP 10C/MIN ATM N2, UAP
 B HUERTA
 C:\2019 DSC\M193 T1.tri

DSC2500, 7/3/2019 2:00:15 PM
 5.00000 mg
 Tzero Aluminum
 ANA RDZ

M193 T1

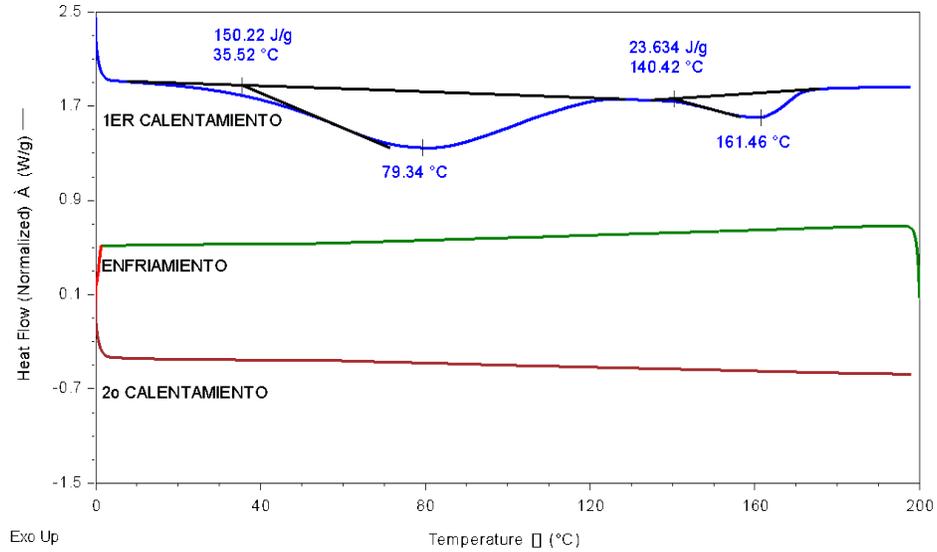


Calorimetría diferencial de barrido T-1

M193 T2
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T2.tri

DSC2500,7/3/2019 3:11:39 PM
5.20000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T2

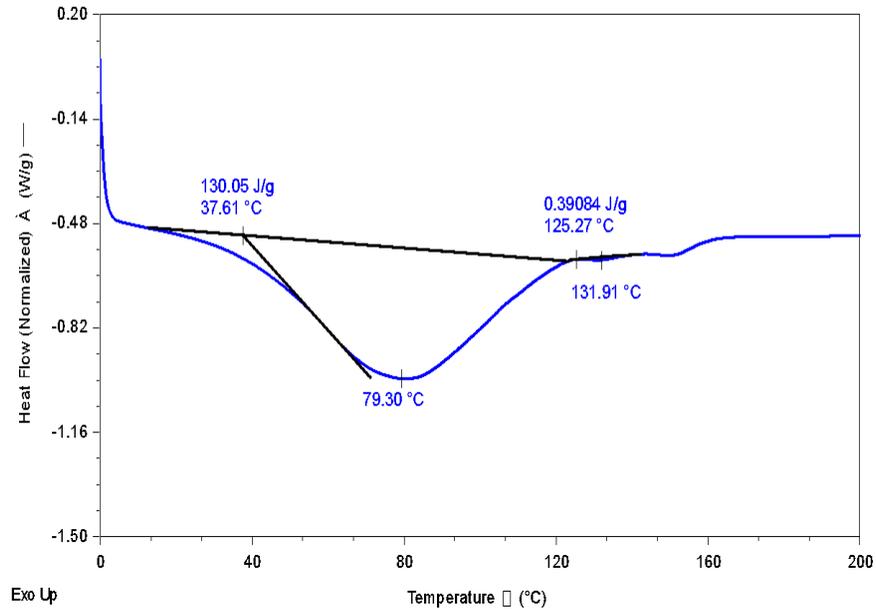


Calorimetría diferencial de barrido T-2

M193 T3
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T3.tri

DSC2500,7/3/2019 4:23:02 PM
4.70000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T3

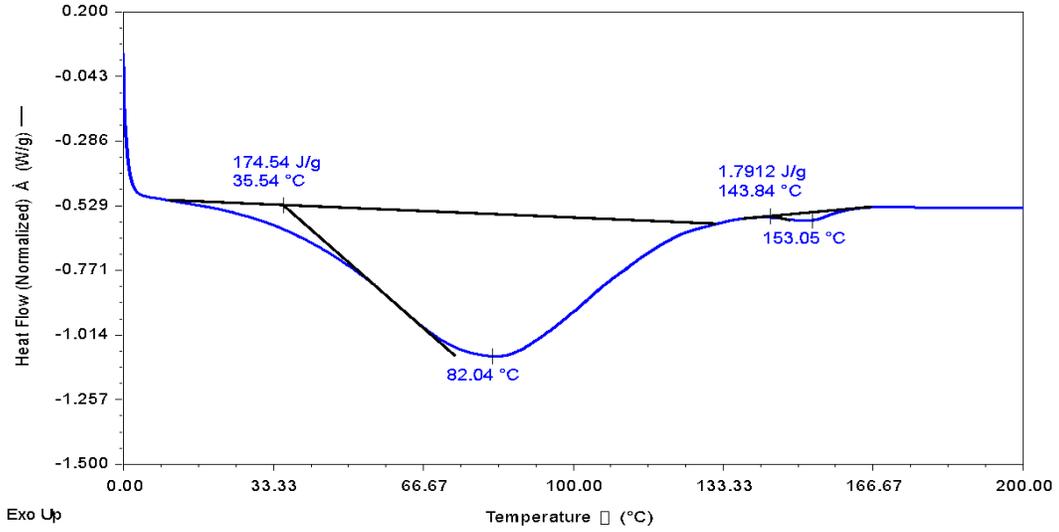


Calorimetría diferencial de barrido T-3

M193 T4
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T4.tri

DSC2500,7/3/2019 4:52:05 PM
5.20000 mg
Tzero Aluminum
AN RDZ

M193 T4

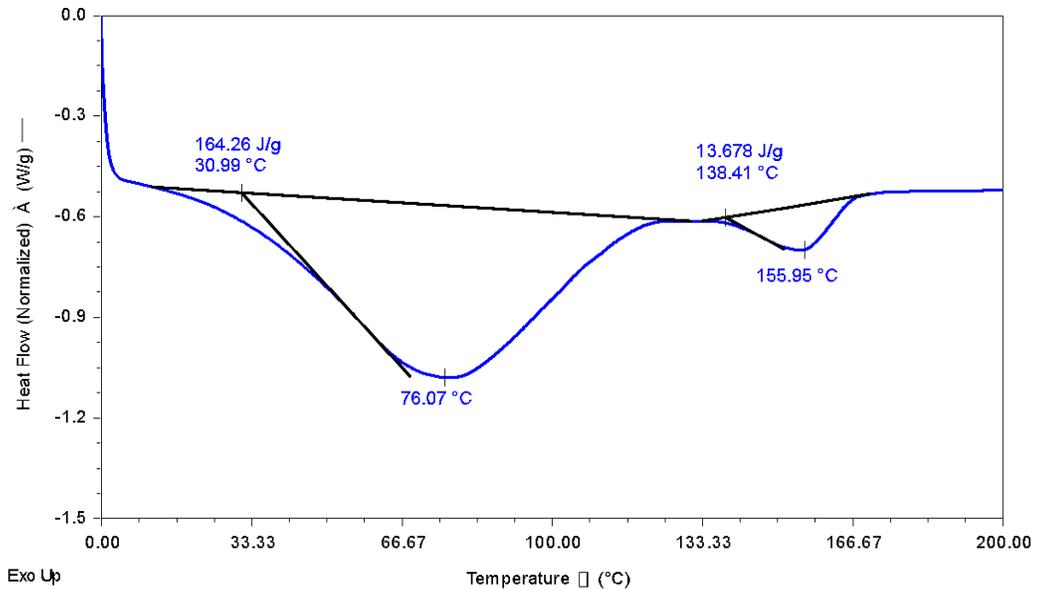


Calorimetría diferencial de barrido T-4

M193 T5
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T5.tri

DSC2500,7/4/2019 9:11:31 AM
5.00000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T5

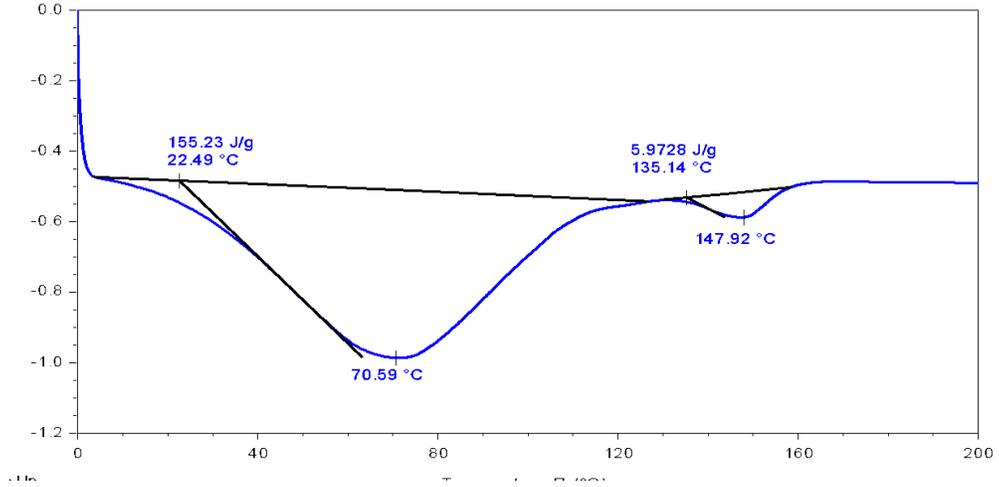


Calorimetría diferencial de barrido T-5

93 T6
MPA 10C/MIN ATM N2, UAP
IUERTA
2019 DSC\M193 T6.tri

DSC2500,7/4/2019 9:56:57 AM
5.30000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T6

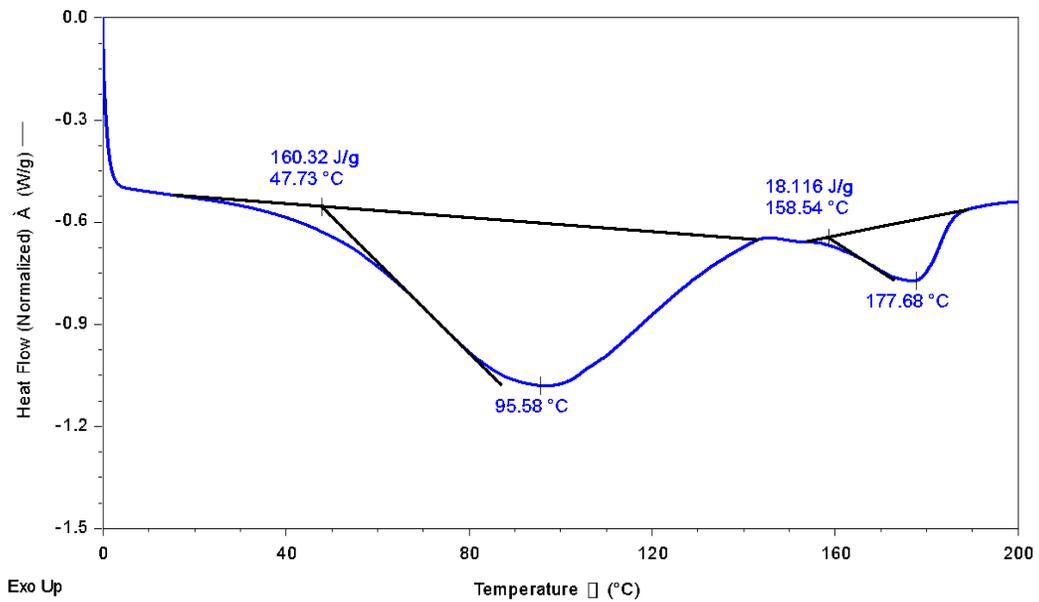


Calorimetría diferencial de barrido T-6

M193 T7
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T7.tri

DSC2500,7/4/2019 10:26:01 AM
4.90000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T7

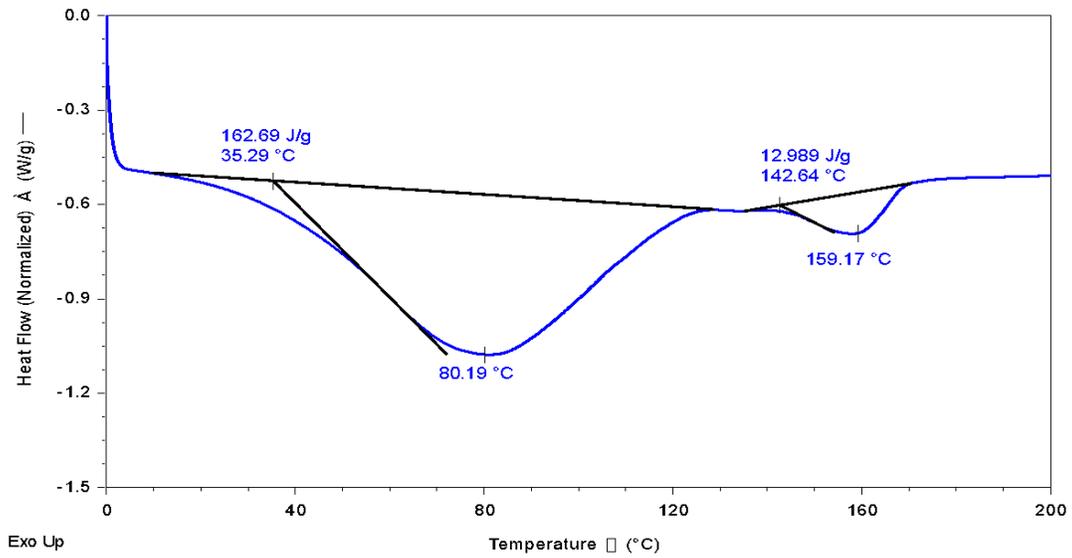


Calorimetría diferencial de barrido T-7

M193 T8
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T8.tri

DSC2500,7/4/2019 10:55:05 AM
5.20000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T8

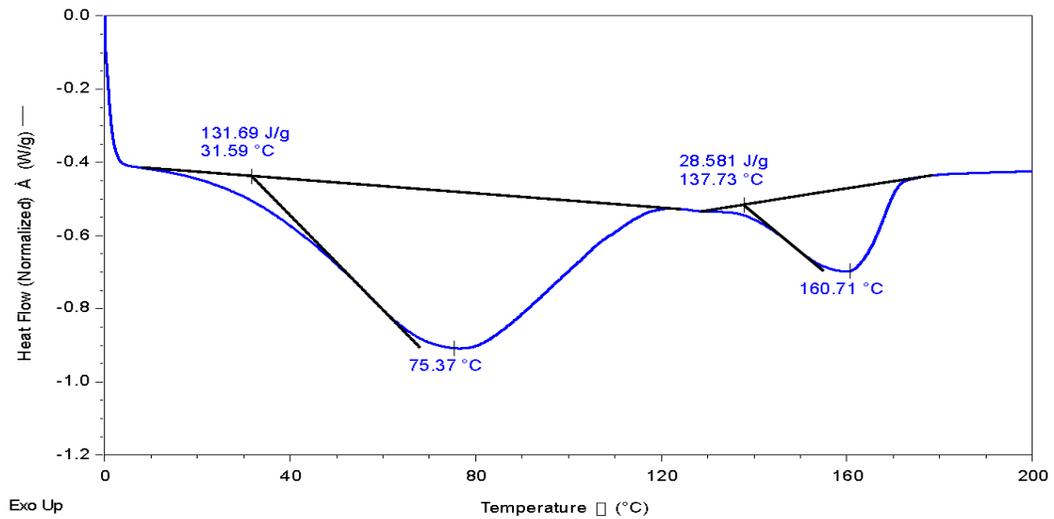


Calorimetría diferencial de barrido T-8

M193 T9
RAMPA 10C/MIN ATM N2, UAP
B HUERTA
C:\2019 DSC\M193 T9.tri

DSC2500,7/4/2019 11:24:10 AM
5.10000 mg
Tzero Aluminum
ANA RDZ

M193 T9



Calorimetría diferencial de barrido T-9