UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

TEMA:

"OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO"

AUTORES:

ALVARADO FIGUEROA JAMILETH CAROLINA

PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL

TUTOR:

ING. DESIREÉ ALEJANDRA ÁLVAREZ MACÍAS, MSC.

GUAYAQUIL - ECUADOR

OCTUBRE 2020

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TITULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

TEMA:

"OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO"

AUTORES:

ALVARADO FIGUEROA JAMILETH CAROLINA

PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL

TUTOR:

ING. DESIREÉ ALEJANDRA ÁLVAREZ MACÍAS, MSC.

GUAYAQUIL - ECUADOR

OCTUBRE 2020

REPOSITORIO NACIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA

FICHA DE REGISTRO DE TRABAJO DE TITULACIÓN

TÍTULO Y SUBTÍTULO:	"OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO"		
AUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Alvarado Figueroa Jamileth Carolina Palmiro Yumbo Erick Miguel		
REVISOR(ES)/TUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Ing. Desireé Alejandra Álvarez Macías		
INSTITUCIÓN:	Universidad de Guayaquil		
UNIDAD/FACULTAD:	Ingeniería Química		
MAESTRÍA/ESPECIALIDAD:			
GRADO OBTENIDO:	Ingeniero Químico		
FECHA DE PUBLICACIÓN:		**No. DE PÁGINAS:**	109
ÁREAS TEMÁTICAS:	Tecnologías, procesos y desarrollo industrial.		
PALABRAS CLAVES/ KEYWORDS:	Cáscara de plátano, celulosa, carboximetilcelulosa, grado de sustitución, FTIR.		

RESUMEN/ABSTRACT: El presente trabajo de titulación detalla el proceso de fabricación y caracterización de carboximetilcelulosa (CMC) a partir de fibras de celulosa obtenidas de la cáscara de plátano *Musa AAB* variedad dominico, mediante los procesos de alcalinización y eterificación. Para la obtención de celulosa se realizó los procesos de cocción con NaOH para la remoción de lignina, blanqueo con NaClO y tratamiento con $NaHSO_4$ para eliminar hemicelulosa. Se varió las concentraciones de NaOH al 5 y 10% en el procedimiento.

Se caracterizaron las muestras de celulosa mediante FTIR obteniendo mejores resultados con 10% de NaOH. Las bandas que pertenecen la identificación de celulosa son la tensión de OH entre 3343.96 a 3338.38 cm^{-1}, tensión CH a 2919.63 cm^{-1} para presencia de lignina y flexión C=O a 1729.91 cm^{-1} para presencia de hemicelulosa. También se estudió el efecto de la concentración de NaOH en la elaboración de CMC, obteniendo 69.36% de pureza para una concentración de NaOH en CMC al 20% con celulosa al 10% y 70.43% de pureza en CMC al 25% con celulosa al 10%. La CMC obtenida es parcialmente soluble en agua, se realizaron soluciones al 1% y las viscosidades obtenidas fueron de 1.98 y 2.39 cSt respectivamente. El grado de sustitución dio como resultado 0.41 en la muestra 4 y 0.45 en la muestra 2. Se obtuvo mejores resultados en la muestra 2 teniendo concentraciones de NaOH al 10% en celulosa y 25% en CMC, permitiendo conseguir CMC de grado crudo con características similares a la comercial.

ADJUNTO PDF:	SI **X**	NO
CONTACTO CON AUTOR/ES:	**Teléfono:** **Jamileth Alvarado:** 0993478631 **Erick Palmiro:** 0969168743	**E-mail:** jamy-alfi@hotmail.com erick.palmiro@gmail.com
CONTACTO CON LA INSTITUCIÓN:	**Nombre: Universidad de Guayaquil**	
	Teléfono: (04) 228-7072, 228-7258, 222-8695, 228-4505	
	E-mail: ugrector@ug.edu.ec	

INFORME DEL DOCENTE REVISOR

Guayaquil, 14 de octubre del 2020

Ing.
Luis Alberto Bonilla Abarca
DIRECTOR DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la **REVISIÓN FINAL** del Trabajo de Titulación **"Obtención de Carboximetilcelulosa sódica a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico."** de los estudiantes **Alvarado Figueroa Jamileth Carolina** y **Palmiro Yumbo Erick Miguel.** Las gestiones realizadas me permiten indicar que el trabajo fue revisado considerando todos los parámetros establecidos en las normativas vigentes, en el cumplimento de los siguientes aspectos:

Cumplimiento de requisitos de forma:
El título tiene un máximo de 15 palabras.
La memoria escrita se ajusta a la estructura establecida.
El documento se ajusta a las normas de escritura científica seleccionadas por la Facultad.
La investigación es pertinente con la línea y sublíneas de investigación de la carrera.
Los soportes teóricos son de máximo 5 años.
La propuesta presentada es pertinente.

Cumplimiento con el Reglamento de Régimen Académico:
El trabajo es el resultado de una investigación.
El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se indica que fue revisado, el certificado de porcentaje de similitud, la valoración del tutor, así como de las páginas preliminares solicitadas, lo cual indica el que el trabajo de investigación cumple con los requisitos exigidos.

Una vez concluida esta revisión, considero que los estudiantes **Alvarado Figueroa Jamileth Carolina** y **Palmiro Yumbo Erick Miguel** están aptos para continuar el proceso de titulación. Particular que comunicamos a usted para los fines pertinentes.

Atentamente,

Ing. Carmen Llerena R. MSc.
DOCENTE TUTOR REVISOR
C.I. 0913777058
FECHA: 14 de octubre 2020

LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS

Nosotros, ALVARADO FIGUEROA JAMILETH CAROLINA con C.I. No. 095587921-8 y PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL con C.I. No. 120585342-5 certificamos que los contenidos desarrollados en este trabajo de titulación, cuyo título es **"**OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO**"** son de nuestra absoluta propiedad y responsabilidad, en conformidad al Art. 114 del CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN*, autorizamos la utilización de una licencia gratuita intransferible para el uso no comercial de la presente obra a favor de la Universidad de Guayaquil.

Jamileth Carolina Alvarado Figueroa
C.I. 095587921-8

Erick Miguel Palmiro Yumbo
C.I. 120585342-5

*CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN (Registro Oficial n. 899 - Dic./2016) Artículo 114.- De los titulares de derechos de obras creadas en las instituciones de educación superior y centros educativos.- En el caso de las obras creadas en centros educativos, universidades, escuelas politécnicas, institutos superiores técnicos, tecnológicos, pedagógicos, de artes y los conservatorios superiores, e institutos públicos de investigación como resultado de su actividad académica o de investigación tales como trabajos de titulación, proyectos de investigación o innovación, artículos académicos, u otros análogos, sin perjuicio de que pueda existir relación de dependencia, la titularidad de los derechos patrimoniales corresponderá a los autores. Sin embargo, el establecimiento tendrá una licencia gratuita, intransferible y no exclusiva para el uso no comercial de la obra con fines académicos.

CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD

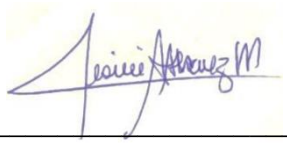
Habiendo sido nombrada **ING. ALVAREZ MACIAS DESIREE ALEJANDRA MSc**., tutor(a) del trabajo de titulación certifico que el presente trabajo de titulación ha sido elaborado por **ALVARADO FIGUEROA JAMILETH CAROLINA, C.I: 095587921-8** y **PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL, C.I: 120585342-5**, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de INGENIERO QUÍMICO. Se informa que el trabajo de titulación: **"OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO",** ha sido orientado durante todo el periodo de ejecución en el programa antiplagio (URKUND) quedando el 2% de coincidencia.

URKUND

Document Information

Analyzed document	Urkund-Trabajo-de-Titulacion-Alvarado-Palmiro.docx (D80974558)
Submitted	10/7/2020 9:18:00 PM
Submitted by	
Submitter email	desiree.alvarezm@ug.edu.ec
Similarity	2%
Analysis address	desiree.alvarezm.ug@analysis.urkund.com

https://secure.urkund.com/view/77460772-641479-141532#/details/findings/matches/12



ING. DESIREÉ ALEJANDRA ÁLVAREZ MACÍAS
C.I. 092199620-3

FECHA: 7 de octubre del 2020

CERTIFICADO DEL DOCENTE-TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

Guayaquil, 7 de octubre del 2020

Sr.
Ing. Luis Alberto Bonilla Abarca
DIRECTOR DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-

De mis consideraciones:

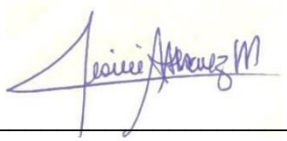
Envío a Ud. el Informe correspondiente a la tutoría realizada al Trabajo de Titulación denominado: "**OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO**" de los estudiantes ALVARADO FIGUEROA JAMILETH CAROLINA C.I: 095587921-8 y PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL, C.I: 120585342-5, indicando que cumplido con todos los parámetros establecidos en la normativa vigente:

- El trabajo es el resultado de una investigación.
- El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
- El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
- El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se adjunta el certificado de porcentaje de similitud y la valoración del trabajo de titulación con la respectiva calificación.

Dando por concluida esta tutoría de trabajo de titulación, **CERTIFICO**, para los fines pertinentes, que los estudiantes están aptos para continuar con el proceso de revisión final.

Atentamente,



Ing. Desireé Alejandra Álvarez Macías
C.I. 092199620-3
FECHA: 7 de octubre de 2020

DEDICATORIA

Este trabajo de titulación se lo dedico a mis abuelitos Miguel y Emilia quienes me criaron durante mi niñez, a mi mamá Silvana y mi papá Alfredo quienes me han apoyado moral y económicamente durante mis estudios universitarios, a mi hermana Andrea quien me ha apoyado moralmente durante mi carrera, a mi enamorada Adamary por darme ánimos cuando no obtenía un resultado deseado durante el proceso de titulación y a mi tutora Desireé Álvarez quien nos supo dirigir de la mejor manera para concluir este trabajo.

ERICK PALMIRO YUMBO

DEDICATORIA

Te lo dedico a ti Diosito, porque sin ti no sería nada, sin ti no podría haber llegado hasta este punto. “Todo lo puedo en Cristo que me fortalece”

A mis padres, Wilson y Angela, ustedes que con sus enseñanzas me han hecho una mujer decidida a conseguir todo lo que me proponga, por su infinito amor, el apoyo que me han dado siempre a lo largo de mi vida. Los amo eternamente.

A dos de las personas más importantes de mi vida, las que han sido mi ejemplo a seguir siempre, Johanna y María José, nada sería igual sin las dos.

Le dedico esto a mis ángeles que están en el cielo, a los que hubiera querido tanto que me vean lograr otro de mis objetivos de vida, los extraño demasiado abuelitos, pero yo sé que están felices y orgullosos de mí.

A todas las personas que de una u otra forma me han ayudado a ser quien soy y que han contribuido en algún punto de mi vida para que pueda salir adelante.

JAMILETH ALVARADO FIGUEROA

AGRADECIMIENTO

En primer lugar agradezco a Dios por darme sabiduría y guiar mi camino en todo momento de mi vida; a mis padres por apoyarme en todo momento y por ayudarme a culminar con éxito esta etapa de mi vida, agradezco a mi hermana por todo su apoyo y por sus consejos brindados, a mis abuelitos quienes son mi inspiración y mi ejemplo a seguir; a mi enamorada por prestarme los materiales que necesitábamos para realizar el proyecto de titulación, agradezco a William quien ha sido como un segundo padre y me ha aconsejado en todo momento, a mi compañera de tesis por afrontar conmigo cada percance que se presentó durante la realización de este proyecto y a mi tutora por haber impartido sus conocimientos, los mismos que me han ayudado a la elaboración de este trabajo de titulación.

GRACIAS

ERICK PALMIRO YUMBO

AGRADECIMIENTO

Quiero agradecerle a Dios, que es el pilar fundamental de mi vida, que me sigue manteniendo de pie para que cumpla día a día mis objetivos y me ha dado la fortaleza de seguir adelante a pesar de los obstáculos que se me han venido presentando.

A mi mami, que nunca ha dejado de cuidarme, acompañarme en los días que me desvelaba, por su gran apoyo y amor que me ha brindado cada día, hasta hoy. Gracias por ser el ángel de mi vida.

A mi papi, que gracias a su apoyo incondicional he podido culminar mis estudios, el que me apoyó desde siempre para estudiar lo que me gusta y siempre aconsejarme para que no me rinda. Gracias por todo mi viejito.

A mis hermanas, con sus palabras y ayuda también he podido salir adelante, infinitas gracias por estar conmigo en las buenas y malas. También a mi hermanito de cuatro patas, Tobby, también estás incluido aquí, a pesar de que no hables, durante mis años de estudio universitario me has acompañado, aunque sea solo viéndome.

Muchísimas gracias a mi tutora, Ing. Desireé Álvarez, por guiarnos en este proceso, ella más que nadie supo de los apuros que se tuvo a lo largo de la realización de este trabajo e hizo todo lo posible por ayudarnos.

Les agradezco a todos mis amigos y personas especiales, porque con ellos aprendí mucho durante mis años de estudio, y se volvieron personas muy importantes de mi vida.

Infinitas gracias a mi compañero de tesis y amigo Erick, por tu paciencia, por tus consejos y por no dejar que decaiga en los momentos difíciles. También a tu familia por acogerme en su hogar durante este tiempo a pesar de haber llegado como una extraña. Una última cosa si te puedo decir… ¡LO LOGRAMOS!

JAMILETH ALVARADO FIGUEROA

RESUMEN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN (ESPAÑOL)

"OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA SÓDICA A PARTIR DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB*) VARIEDAD DOMINICO"

Autores: Jamileth Carolina Alvarado Figueroa
Erick Miguel Palmiro Yumbo

Tutor: Ing. Desireé Alejandra Álvarez Macías

Resumen

El presente trabajo de titulación detalla el proceso de fabricación y caracterización de carboximetilcelulosa (CMC) a partir de fibras de celulosa obtenidas de la cáscara de plátano *Musa AAB* variedad dominico, mediante los procesos de alcalinización y eterificación.
Para la obtención de celulosa se realizó los procesos de cocción con NaOH para la remoción de lignina, blanqueo con NaClO y tratamiento con $NaHSO_4$ para eliminar hemicelulosa. Se varió las concentraciones de NaOH al 5 y 10% en el procedimiento.
Se caracterizaron las muestras de celulosa mediante FTIR obteniendo mejores resultados con 10% de NaOH. Las bandas que pertenecen la identificación de celulosa son la tensión de OH entre 3343.96 a 3338.38 cm^{-1}, tensión CH a 2919.63 cm^{-1} para presencia de lignina y flexión C=O a 1729.91 cm^{-1} para presencia de hemicelulosa.
También se estudió el efecto de la concentración de NaOH en la elaboración de CMC, obteniendo 69.36% de pureza para una concentración de NaOH en CMC al 20% con celulosa al 10% y 70.43% de pureza en CMC al 25% con celulosa al 10%. La CMC obtenida es parcialmente soluble en agua, se realizaron soluciones al 1% y las viscosidades obtenidas fueron de 1.98 y 2.39 cSt respectivamente. El grado de sustitución dio como resultado 0.41 en la muestra 4 y 0.45 en la muestra 2. Se obtuvo mejores resultados en la muestra 2 teniendo concentraciones de NaOH al 10% en celulosa y 25% en CMC, permitiendo conseguir CMC de grado crudo con características similares a la comercial.

Palabras Claves: Cáscara de plátano, celulosa, carboximetilcelulosa, grado de sustitución, FTIR.

RESUMEN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN (INGLÉS)

"OBTAINMENT SODIUM CARBOXIMETHYL CELLULOSE FROM THE BANANA SHELL (*Musa AAB*) DOMINIC VARIETY"

Authors: Jamileth Carolina Alvarado Figueroa
Erick Miguel Palmiro Yumbo
Advisor: Ing. Desiree Alejandra Álvarez Macías

Abstract

The present degree work details the process of manufacture and characterization of carboxymethylcellulose (CMC) from cellulose fibers obtained from the plantein peel (*Musa AAB*) Dominican variety, through the processes of alkalinization and etherification.

To obtain cellulose, the processes of cooking with NaOH to remove lignin, whitening with NaClO and treatment with $NaHSO_4$ to eliminate hemicellulose were carried out. NaOH concentrations were varied to 5 and 10% in the procedure.

The cellulose samples were characterized by FTIR obtaining better results with 10% NaOH. The bands that belong to the cellulose identification are OH tension between 3343.96 and 3338.38 cm^{-1}, CH tension at 2919.63 cm^{-1} for the presence of lignin and C=O bending at 1729.91 cm^{-1} for the presence of hemicellulose.

It was also studied the effect of NaOH concentration in CMC elaboration, obtaining 69.36% of purity for a NaOH concentration in CMC at 20% with cellulose at 10% and 70.43% of purity in CMC at 25% with cellulose at 10%. The CMC obtained is partially soluble in water, 1% solutions were elaborated, and the viscosities obtained were 1.98 and 2.39 cSt respectively. The degree of substitution gave as a result 0.41 in sample 4 and 0.45 in sample 2. Better results were obtained in sample 2 having concentrations of NaOH at 10% in cellulose and 25% in CMC, allowing to obtain crude grade CMC with similar characteristics to the commercial.

Keywords: Plantein peel, cellulose, carboxymethylcellulose, degree of substitution, FTIR

TABLA DE CONTENIDO

FICHA DE REGISTRO DE TRABAJO DE TITULACIÓN iii
INFORME DEL DOCENTE REVISOR.....iv
LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS.....v
CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD.....vi
CERTIFICADO DEL DOCENTE-TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN vii
DEDICATORIA..... viii
DEDICATORIA.....ix
AGRADECIMIENTO.....x
AGRADECIMIENTO.....xi
RESUMEN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN (ESPAÑOL).....xii
RESUMEN DEL TRABAJO DE TITULACIÓN (INGLÉS)..... xiii
Introducción.....1
Capítulo I.....2
1. Generalidades.....2
1.1. Tema 2
1.2. Planteamiento del problema.....2
1.3. Formulación y sistematización de la investigación 4
1.3.1. Formulación del problema de investigación.....4
1.3.2. Sistematización del problema de investigación.....4
1.4. Justificación 4
1.4.1. Justificación teórica 4
1.4.2. Justificación metodológica 5
1.4.3. Justificación práctica 5
1.5. Objetivos.....6
1.5.1. Objetivo general 6
1.5.2. Objetivos específicos.....6
1.6. Delimitación de la investigación.....7
1.6.1. Delimitación temporal 7
1.6.2. Delimitación espacial 7
1.6.3. Delimitación del contenido.....8

1.7. Hipótesis 8
1.8. Variables 9
1.8.1. Variable independiente 9
1.8.2. Variable dependiente 9
1.9. Operacionalización de las variables 10
CAPITULO II 13
2. MARCO DE REFERENCIA 13
2.1. Antecedentes 13
2.2. Marco teórico 14
2.2.1. Plátano 14
2.2.2. Cáscara de plátano 17
2.2.3. Materiales lignocelulósicos 19
2.2.4. Celulosa 22
2.2.5. Derivados de la celulosa 25
2.2.6. Carboximetilcelulosa 26
2.3. Marco conceptual 32
2.3.1. Material lignocelulósico 32
2.3.2. Celulosa 32
2.3.3. Hemicelulosa 33
2.3.4. Lignina 33
2.3.5. Desechos orgánicos 33
2.3.6. Polímero 33
2.3.7. Grado de sustitución (DS) 34
2.3.8. Hidrólisis 34
2.3.9. Eterificación 34
2.3.10. Agente espesante 35
2.3.11. Espectroscopia FTIR 35
2.3.12. Pureza 35
2.4. Marco contextual 36
CAPITULO III 37
3. MARCO METODOLOGICO 37
3.1. Metodología de diseño 37
3.1.1. Enfoque de la investigación 37

3.1.2. Modalidad de investigación 37
3.2. Diseño de la investigación 37
3.2.1. Recolección, selección y tratamiento de la materia prima 38
3.2.2. Obtención de celulosa a partir de la cáscara da plátano (*Musa AAB*) variedad dominico 40
3.2.3. Caracterización de la celulosa mediante Espectroscopia de Infrarrojos con Transformada de Fourier (FTIR). 42
3.2.4. Obtención de carboximetilcelulosa mediante alcalinización y eterificación de la celulosa. 43
3.2.5. Caracterización de carboximetilcelulosa 44
CAPITULO IV 48
4. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS 48
4.1. Tratamiento de cáscara de plátano (*Musa AAB)* variedad dominio 48
4.1. Obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad dominico 49
4.2. Caracterización de Celulosa por medio de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier 51
4.3. Obtención de Carboximetilcelulosa 53
4.3.1. Rendimiento de Muestra 1 54
4.3.2. Rendimiento de Muestra 2 54
4.3.3. Rendimiento Muestra 3 54
4.3.4. Rendimiento Muestra 4 55
4.4. Caracterización de carboximetilcelulosa 56
4.4.1. Grado de sustitución 56
4.4.2. Determinación de grado de pureza 57
4.4.3. Viscosidad 58
CAPITULO V 59
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES 59
5.1. Conclusiones 59
5.2. Recomendaciones 60
Bibliografía 62
ANEXOS 74

INDICE DE TABLAS

Tabla 1 *Operacionalización de variables* 10

Tabla 2 *Composición química de la cáscara de plátano* 18

Tabla 3 *Principales fibras agrupadas por su localización en la planta* 21

Tabla 4 *Aplicaciones para la carboximetilcelulosa, según el grado de pureza.* 28

Tabla 5 *Usos de CMC según su industria* 29

Tabla 6 *Diseño de metodología por etapas* 38

Tabla 7 *Materiales, equipos y sustancias para tratamiento de cáscaras de plátano con agua destilada hirviendo* 39

Tabla 8 *Equipos y materiales para obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano* 40

Tabla 9 *Materiales y sustancias para obtener carboximetilcelulosa a partir de la cáscara de plátano* 43

Tabla 10 *Materiales y sustancias para determinación de grado de pureza en carboximetilcelulosa.* 45

Tabla 11 *Materiales y sustancias para determinación de grado de pureza en carboximetilcelulosa* 46

Tabla 12 *Resultado de muestras de tratamiento de cáscara de plátano* 48

Tabla 13 *Resultado de muestras obtenidas de celulosa al 5% de NaOH* 49

Tabla 14 *Resultado de muestras obtenidas de celulosa al 10% de NaOH* 50

Tabla 15 *Resultado de FTIR para muestras de celulosa con concentraciones del 5% y 10%* 52

Tabla 16 *Resultado de obtención de CMC al 25% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH* 53

Tabla 17 *Resultado de obtención de CMC al 25% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH* 54

Tabla 18 *Resultado de obtención de CMC al 20% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH* 54

Tabla 19 *Resultado de obtención de CMC al 20% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH* 55

Tabla 20 *Resultados de determinación de grado de sustitución para las diferentes muestras de CMC* 56

Tabla 21 *Resultado de determinación de pureza para las distintas muestras de CMC* 57

Tabla 22 *Resultado de viscosidad para las diferentes muestras de CMC* 58

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Ubicación del Laboratorio de Análisis Instrumental *7*

Figura 2. Ubicación de UBA Laboratorios *8*

Figura 3. Racimos de plátano A) Barraganete y B) Dominico *15*

Figura 4. Porcentaje de producción nacional de plátano.....*16*

Figura 5. Partes del plátano.....*17*

Figura 6. Derivados de la celulosa *26*

Figura 7. Estructura de la celulosa y formación de carboximetilcelulosa.....*27*

Figura 8. Diagrama de bloque de tratamiento de materia prim*a*.....*39*

Figura 9. Diagrama de bloques para elaboración de Celulosa a partir de cáscara de plátano (Musa AAB) variedad dominico.....*40*

Figura 10. Diagrama de bloques para elaboración de Carboximetilcelulosa.....*43*

Figura 11. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) para celulosa con NaOH al 5%.....*51*

Figura 12. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) para celulosa con NaOH al 10%.....*51*

Figura 13. Recolección de cáscaras de plátano variedad dominico. *74*

Figura 14. Selección de cáscaras de plátano adecuadas para uso como materia prima. *74*

Figura 15. Lavado de las cáscaras de plátano *74*

Figura 16. Reducción de tamaño de las cáscaras de plátano variedad dominico.....*74*

Figura 17. Cáscara de plátano antes del secado. *74*

Figura 18. Cáscaras de plátano después del secado. *74*

Figura 19. Materiales y equipos para la obtención de celulosa.....*75*

Figura 20. Eliminación de lignina por medio de hidrolisis alcalina.....*75*

Figura 21. Filtrado de la celulosa para separar el caldo negro de la celulosa. *75*

Figura 22. Celulosa después del lavado con agua destilada.....*75*

Figura 23. Proceso de blanqueado de celulosa.....*75*

Figura 24. Secado de la celulosa en horno a 50 °C.....*76*

Figura 25. Remoción de hemicelulosa mediante lavado con bisulfato de sodio.....*76*

Figura 26. Celulosa seca.....*76*

Figura 28. Filtración de CMC y lavado con etanol.....*76*

Figura 27. Mezcla de celulosa, isopropanol, NaOH y Acido monocloroacetico. *76*

Figura 29. Carboximetilcelulosa sódica a partir de la cáscara de plátano (Musa AAB) variedad dominico. *77*

Figura 30. Pesado y proceso de determinación de pureza del CMC.....*77*

Figura 31. Materiales para determinación de grado de sustitución del CMC.....*77*

Figura 32. Cocción del CMC con etanol y ácido nítrico.....*77*

Figura 33. Titulación de la carboximetilcelulosa ácida.....*78*

TABLA DE ANEXOS

Anexo 1 Tratamiento de materia prima 74

Anexo 2 Elaboración de celulosa a partir de cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad dominico 75

Anexo 3 Elaboración de Carboximetilcelulosa.....76

Anexo 4 Determinación de pureza.....77

Anexo 5 Determinación de grado de sustitución 77

Anexo 6 Análisis FTIR para celulosa al 5% de NaOH.....78

Anexo 7 Análisis FTIR para celulosa al 10% de NaOH.....78

Anexo 8 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 25% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH 78

Anexo 9 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 20% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH 78

Anexo 10 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 20% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH 78

Anexo 11 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 25% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH 78

Anexo 12 Norma ASTM D 1439-03 78

Introducción

La celulosa es uno de los polímeros orgánicos más comunes, cuyos enlaces 1,4-ß glucosídicos son su estructura base. Es semicristalina y puede variar dependiendo del tipo de fuente de la cual es aislada obteniendo así múltiples tipos de morfologías, estructuras supramoleculares, relaciones de aspecto y por ende propiedades físicas y mecánicas muy variadas. (Cazco & Mejía, 2017)

La materia prima que se utiliza habitualmente para la elaboración de celulosa son las pulpas de madera y la mayor parte se utiliza en la producción de papel y éteres de celulosa los cuales se utilizan en laminados, películas ópticas, recubrimientos y filtración, así como aditivos, en materiales de construcción, entre otros. Existen muchas modificaciones químicas de celulosa entre ellas se encuentra la Carboximetilcelulosa (CMC). (Ruiz, 2018)

La CMC es el proceso que recibe la celulosa para que pueda ser soluble en agua, se emplean dos reacciones principales para que pueda ocurrir, estos son: la alcalinización y eterificación. Como reactivo principal para que se pueda producir la CMC, se tiene al ácido monocloroacético en una condición alcalina. (Cazco & Mejía, 2017)

La CMC es utilizada en diferentes campos a nivel industrial, esto depende del porcentaje de pureza, encontrándola en su forma más pura en el campo alimenticio, cosmético y farmacéutico; y, en el grado crudo detergentes, papel y lodos de perforación. (Barba, 2002)

En el presente trabajo de titulación se obtiene celulosa a partir de la cáscara de plátano Musa AAB variedad dominico, que será utilizada como materia prima para la elaboración de carboximetilcelulosa y posteriormente deducir a que campo industrial sería implementado mediante la realización de análisis fisicoquímicos.

Capítulo I

1. Generalidades

1.1. Tema

Obtención de Carboximetilcelulosa a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico.

1.2. Planteamiento del problema

Durante los últimos años, el país se ha preocupado por disminuir la generación de residuos sólidos, ya que el aumento de éste es un problema no solo en el país, sino que a nivel mundial. Entre estos residuos tenemos a los orgánicos, siendo estos desechos que se descomponen con facilidad porque son materiales de origen vegetal y animal, e inorgánicos que son desechos que tardan mucho tiempo en desintegrarse como el papel, cartón, plásticos, vidrios, entre otros. (Samaniego, 2019)

En el caso de los residuos sólidos de origen vegetal, estos se generan con gran frecuencia por el consumo de los vegetales, teniendo por ejemplo a las hojas, raíces, tallos, cáscaras del fruto. Los mismos se los encuentra en las grandes industrias alimenticias, al igual que en los pequeños negocios que hacen uso de materia prima de origen vegetal y generan estos residuos. (Samaniego, 2019)

Ecuador es considerado uno de los mayores productores de plátano a nivel latinoamericano, por medio de la Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continúa (ESPAC) del 2019, se conoce que el plátano es el cuarto producto con mayor número de cultivos en el país, teniendo una producción anual de 435.199 Tm. (INEC, 2019)

Considerando el uso del plátano a nivel industrial para la producción de alimentos que requieren este producto, se conoce que una industria que utiliza un aproximado de 400 toneladas de plátano, genera mensualmente 160 toneladas de desecho en cáscara y equivale a 1920 toneladas de manera anual. Dichas toneladas de residuo no se les da ningún uso, simplemente se los descartan. (Astudillo & Pesantes, 2015)

En la actualidad, la producción de carboximetilcelulosa de manera industrial no existe o es casi nula dentro del territorio nacional, sin embargo, si existe la comercialización de este producto, siendo el caso de la empresa Amtex, que importa la CMC y lo comercializa dentro del país, siendo su principal proveedor Colombia. (Amtex Corp., 2020)

Para la elaboración de CMC, se utiliza celulosa que es obtenido normalmente de la madera por tener un porcentaje aproximado al 45% del compuesto, analizando que para obtener este compuesto se deben de talar árboles, lo que genera un problema medioambiental, (FAO, 2020) es necesario buscar fuentes alternas de donde se pueda extraer celulosa sin la necesidad de perturbar el medio ambiente y que se pueda reducir los costos para su obtención. Por ello se propone el uso de la cáscara de plátano como materia prima para la obtención de carboximetilcelulosa, aportando a la disminución de desechos agroindustriales y originando un producto que es comercializado en el país.

Teniendo como problemática la generación de residuos sólidos de origen vegetal por parte de la cáscara del plátano, el presente trabajo de titulación quiere dar a demostrar el potencial que tiene este desecho, al poder convertirlo en un producto que tenga un valor agregado, con la elaboración de carboximetilcelulosa (CMC), ya que es utilizado para múltiples aplicaciones dentro de la industria a nivel nacional. (Barba, 2002)

1.3. Formulación y sistematización de la investigación

1.3.1. Formulación del problema de investigación

¿De qué manera se le puede dar un valor agregado a la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico debido a que solo es considerado como residuo orgánico vegetal?

1.3.2. Sistematización del problema de investigación

1. ¿Cómo se puede detectar la presencia de celulosa que contiene la cáscara de plátano para la elaboración de CMC?

2. ¿Por qué se usa específicamente la cáscara del plátano (Musa AAB) variedad dominico para la elaboración de este proyecto?

3. ¿A qué industria será enfocada el uso de la Carboximetilcelulosa obtenida de la cascará de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico?

1.4. Justificación

1.4.1. Justificación teórica

En la presente investigación que se está realizando, se emplea una materia prima sustituta para la obtención de celulosa y a partir de esta, la elaboración de carboximetilcelulosa sódica (CMC). Ecuador es un país productor de plátano y por ende también genera residuos agrícolas de este producto, llegando a producir 82742 toneladas métricas anualmente (Torres & Larrea, 2018). Se quiere utilizar la celulosa presente en este residuo como sustituto de los residuos madereros, que es de donde se obtiene habitualmente la celulosa.

Estudios anteriores han demostrado la obtención de CMC mediante otros desechos y productos orgánicos que tienen un gran porcentaje de celulosa, entre estos están la producción de CMC mediante linter de algodón (Terán & Escalera, 2007), pino, chopo y paja de trigo

(Barba, 2002), jacinto de agua (Tejada, Paz, & Villabona, 2018) También se ha utilizado otro desecho del plátano, el pseudotallo, para obtener CMC (Rodríguez, Jiménez, & Contreras, 2011). Este trabajo se lleva a cabo con el fin de verificar que se puede obtener CMC a partir de la celulosa extraída de la cáscara de plátano verde (*Musa AAB*) variedad Dominico, teniendo como referencia que en el plátano macho (*Musa paradisiaca L.*) contiene 25% de celulosa (González, Reyes, Gutiérrez, & Pacheco, 2016).

1.4.2. Justificación metodológica

La síntesis de obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano verde (*Musa AAB*) variedad Dominico, se realiza por medio de hidrólisis básica y ácida, empleadas con variaciones correspondientes en cada proceso para la obtención de celulosa. Para la obtención de carboximetilcelulosa se realizan dos reacciones. Primero se produce la mercerización o alcalinización con hidróxido de sodio y la celulosa alcalina que se extrae de un compuesto orgánico, en este caso de la cáscara de plátano, porque este es un desecho que posee una gran cantidad de celulosa, se tiene que ver el hinchamiento que ocurre en la primera reacción y dependiendo de eso se producirá el intercambio de hidrógenos por el hidróxido de sodio. Luego se da la eterificación con ácido cloroacético para poder obtener el compuesto deseado.

1.4.3. Justificación práctica

La presente investigación tiene como estrategia reutilizar un residuo para aportar en la disminución de la contaminación que provocan los desechos orgánicos de origen vegetal, en este caso, la cáscara de plátano porque su mal aprovechamiento ha provocado que se contaminen suelos, se generen proliferación de bacterias y enfermedades debido a su putrefacción sin ningún control. (Haro, Borja, & Triviño, 2017).

También por medio de la fabricación de carboximetilcelulosa, se puede dar una alternativa para adquirir este producto sin necesidad de importarlo, es decir, dando pauta para que se pueda generar en un futuro alguna industria que se dedique a la elaboración y comercialización de la CMC, utilizando una materia prima poco convencional al que se le estaría dando un valor agregado. El producto final que se va a obtener al ser de fácil manejo como espesante, formador de películas, coloide protector y agente retenedor de agua, puede sustituir a otros productos que cumplen con las mismas funciones y que pueden ser de mayor costo. (Barba, 2002)

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Producir carboximetilcelulosa a partir de la cáscara de plátano verde *(Musa AAB)* variedad Dominico mediante hidrólisis alcalina y eterificación, para su uso a nivel industrial.

1.5.2. Objetivos específicos

1. Obtener la celulosa a partir de la cáscara de plátano verde (*Musa AAB*) variedad Dominico, para utilizarla como materia prima en la elaboración de CMC.
2. Caracterizar la celulosa por medio de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), para identificar si se está obteniendo el compuesto deseado.
3. Calcular el rendimiento de la Carboximetilcelulosa a partir de la celulosa de la cáscara de plátano, para realizar una comparación entre las muestras.
4. Determinar el grado de sustitución (DS), pureza y viscosidad en la carboximetilcelulosa, para identificar en que industria se la puede utilizar.

1.6. Delimitación de la investigación

1.6.1. Delimitación temporal

Este trabajo de titulación se lo realizó en el tiempo de 2 meses y 15 días, conformándose en dos partes: teórico y experimental.

1.6.2. Delimitación espacial

La investigación se realizó en un laboratorio particular al sur de la ciudad de Guayaquil. El análisis de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier se realizó en el Laboratorio de Análisis Instrumental (LAI) que se encuentra en la Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria de la Escuela Politécnica Nacional ubicada en la ciudad de Quito., como se puede visualizar en la Figura 1.

El análisis de viscosidad de la carboximetilcelulosa se lo realizó en UBA Laboratorios, ubicado en la Av. Luis Plaza Dañín, norte de la ciudad de Guayaquil, como se puede observar en la Figura 2.

Figura 1. Ubicación del Laboratorio de Análisis Instrumental

Fuente: Google Maps (2020)

Figura 2. Ubicación de UBA Laboratorios

Fuente: Google Maps (2020)

1.6.3. Delimitación del contenido

La investigación se realizó por medio de hidrólisis alcalina de la cáscara de plátano, variedad dominico, como material lignocelulósico para la obtención de celulosa variando los niveles de hidróxido de sodio como medio alcalino para identificar con cuál de ellas se obtiene un mejor resultado. Del mismo modo, para la carboximetilcelulosa se varía el porcentaje de concentración del hidróxido de sodio para saber por medio de la caracterización cual obtendrá un mejor porcentaje de pureza.

1.7. Hipótesis

Se obtiene carboximetilcelulosa a partir de la cáscara de plátano *(Musa AAB)* variedad Dominico.

1.8. Variables

1.8.1. Variable independiente

Cáscara de plátano, temperatura, pH, tiempo.

1.8.2. Variable dependiente

Carboximetilcelulosa. (Subvariables: Grado de sustitución, viscosidad y porcentaje de pureza).

1.9. Operacionalización de las variables

Tabla 1

Operacionalización de variables

Tipo de variable	Variable	Subvariable	Definición	Unidad	Método	Equipo
Independiente	Cáscara de plátano	Porcentaje de humedad	Contenido de agua que se encuentra en la cáscara de plátano.	%	ASTM 4442	Horno Balanza
		Porcentaje de celulosa	Cantidad en porcentaje del contenido de celulosa, luego de realizar la extracción de hemicelulosa que tiene la cáscara de plátano.	%	N/A	
	Tiempo	Tiempo de reacción de celulosa	Tiempo que se necesita para obtener celulosa de la cáscara de plátano por medio de hidrólisis alcalina.	Min	N/A	Cronometro
		Tiempo de reacción de carboximetilcelulosa	Tiempo que se necesita para obtener carboximetilcelulosa a partir de la celulosa mediante alcalinización y eterificación.	Min	N/A	Cronometro

	Temperatura	Temperatura en obtención de celulosa	Temperatura que requiere el proceso de calentamiento de la cáscara de plátano con el hidróxido de sodio a determinadas concentraciones.	°C	N/A	Termómetro
		Temperatura en obtención de carboximetilcelulosa	Temperatura que requiere el proceso de cocción de la celulosa obtenida con hidróxido de sodio a determinadas concentraciones y con el ácido monocloroacético.	°C	N/A	Termómetro
	pH	pH de la celulosa	Determina la concentración de iones hidrogeno que tiene la celulosa conseguida.	>7 – acido <7 – básico =7 – neutro	N/A	Papel indicador de pH
		pH de la carboximetilcelulosa	Determina la concentración de iones hidrogeno que tiene la carboximetilcelulosa obtenida.	>7 – acido <7 – básico =7 – neutro	N/A	Papel indicador de pH
Dependiente	Carboximetilcelulosa	Grado de sustitución	Cantidad promedio de grupos hidroxilo fueron sustituidos en la reacción.	-	ASTM D 1439-03	Horno Balanza Bureta Pipeta

	Porcentaje de pureza	Cantidad en porcentaje para saber el grado de descontaminación que tiene la carboximetilcelulosa.	%	ASTM D 1439-03	Horno Balanza
	Viscosidad	Determina la viscosidad en soluciones acuosas de la carboximetilcelulosa.	cSt	ASTM A 445	Tubo capilar

Nota: N/A = No aplica

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

CAPITULO II

2. MARCO DE REFERENCIA

2.1. Antecedentes

El uso de la carboximetilcelulosa ha sido de gran importancia desde los inicios de su aparición, que fue en 1918, durante la Primera Guerra Mundial, como reemplazo de la gelatina. En 1920, Alemania fue el primer fabricante de este compuesto por medio de IG Farbenindustrie AG, y se lo distribuyó para venta comercial (Heinze & Koschella, 2005), pero debido a costos elevados para su producción, no fue hasta la Segunda Guerra Mundial que le volvieron a dar importancia en Europa y no solo en el área alimenticia sino que también por su uso como goma soluble, uso en textiles, cementos, entre otros. (Marcano, 2011)

Estados Unidos fue el primer país de América que se interesó por la producción de carboximetilcelulosa allá por el año 1946, ya que se llevó acabo la producción a gran escala de este compuesto, en la compañía Hércules en Hopewell, Virginia. Como se conoce que la CMC es un buen espesante, se lo introdujo en este país en el año 1950, luego de la Segunda Guerra Mundial, en el área alimenticia, específicamente como espesante para helados. (Barba, 2002)

La obtención de carboximetilcelulosa utiliza muchas fuentes como materia prima para su síntesis, teniendo al linter de algodón como una de ellas, con resultados óptimos al ver sus parámetros finales, con grado de sustitución 0.96, viscosidad de 21000 cp y pureza de 98% denominado como un CMC refinado/purificado, usual para la industria farmacéutica o alimenticia. (Terán & Escalera, 2007)

Se ha demostrado el potencial de uno de los desechos que deja el plátano para la obtención de carboximetilcelulosa, este es el pseudotallo, que obtuvo un grado de pureza del

77.03%, grado de sustitución de 0.69 y viscosidad de 1.170. Estos resultados aprueban el uso de este CMC para la elaboración de detergentes o papel, considerándose de pureza cruda. (Valbuena, 2011)

2.2. Marco teórico

2.2.1. Plátano

También conocido como plátano para cocinar o banano de cocción, es considerado como cultivo permanente, se encuentra ubicado en países tropicales, socioeconómicamente es importante porque su consumo es de alta demanda. Es una fruta con alto contenido de almidón, por esta razón, para ser consumida, primero debe ser cocida.

2.2.1.1. Origen del plátano.

El origen de este producto se remonta en el siglo III a.C., cuando fue mencionado en un poema Sánscrito denominado "Ramayana". Dicho por Infomusa, una revista a nivel internacional que se dedica al estudio del banano y plátano. La siguiente mención que se hace acerca del plátano se da en Indonesia en el año 850 a.C, tallado en piedras dándolo como ofrenda a Buda. A pesar de estas menciones, misiones de exploración concretaron, que la ubicación más probable de su origen fue en el Sudeste del continente asiático. (INIBAP, Junio 2000)

2.2.1.2. Cultivares en el Ecuador

Según datos del Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias (INIAP), actualmente el Ecuador produce tres clases genéticas de musáceas. Por un lado, se tiene el banano (*Musa sapientum*) considerado como fruto de postre, teniendo la diploide AA, su

variedad es la *Lady Finger* o normalmente conocida como guineo orito. Y las triploides AAA, con dos variedades: Banano rojo *(Red Dacca)* y *Cavendish*. (Gonzabay, 2013)

Por otro, se encuentra el plátano (*Musa x paradisiaca*), que es el otro tipo de musácea comestible, es característico por provenir de la triploide AAB. En el Ecuador se encuentran particularmente dos variedades, que están dentro del grupo *Plantain*, estos son: Barraganete y Dominico. Ambos siendo de total importancia, tanto para la alimentación ecuatoriana como para la economía del país. (INIAP, 2014)

Figura 3. Racimos de plátano A) Barraganete y B) Dominico
Fuente: (Marín & Sabando, 2017)

Según la Encuesta de Superficie y producción Agropecuaria Continua (ESPAC), en el 2019 el plátano que es catalogado como cultivo permanente, quedó como la cuarta plantación más producida dentro del territorio nacional, con un porcentaje del 10.38% de participación de superficie plantada. (INEC, 2019)

El Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias (INIAP) dice que las provincias que se destacan en la producción de esta musácea son Manabí, Santo Domingo y Los Ríos. Se detalla en cifras la producción anual con 322.862, 112.337 y 104.163 Tm. respectivamente por parte del ESPAC. (INEC, 2019)

Como se puede observar en la Figura 4, se detalla en porcentaje la producción nacional de plátano, teniendo en primer lugar a la provincia de Manabí con el 43.08%, siguiendo Santo Domingo con el 14.98%, luego Los Ríos con el 13.89%, agregando a la lista a la provincia del Guayas como el cuarto productor de plátano con 8.40% y lo que corresponde a otras provincias que también se dedican a la producción de esta fruta con en 20.79%. (INEC, 2019)

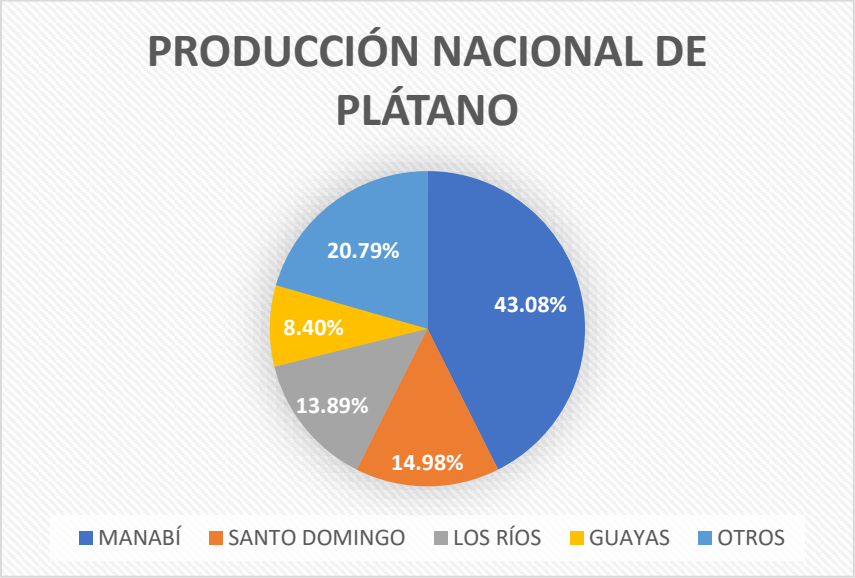


Figura 4. Porcentaje de producción nacional de plátano
Fuente: (INEC, 2019)

2.2.1.3. Plátano Dominico

Este plátano, perteneciente al grupo triploide AAB, es una de las dos variedades que se siembran en el país, y es común encontrarlo porque a comparación del Barraganete, este es destinado para el consumo local. (INIAP, 2014)

Conocido en el país como plátano criollo, puede medir entre 20 a 30 cm. de largo y entre 3 a 4 cm. de diámetro, su racimo puede contener entre 80 – 120 dedos. (Delgadillo, 2014) Su cáscara, concha o pericarpio es de color verde al inicio y en su madurez se vuelve color amarillo con pintas cafés, la pulpa es de color amarillo pálido y de consistencia verde. Al

momento de cortar la pulpa por la mitad, se pueden apreciar las semillas que son pequeñas, de color negro. (Anido, Abreu, & Gutierrez, 2007)

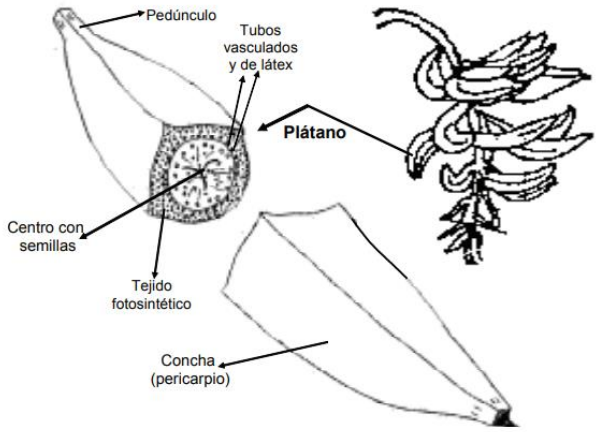


Figura 5. Partes del plátano

Fuente: (Anido, Abreu, & Gutierrez, 2007)

2.2.2. Cáscara de plátano

Dentro de las partes del plátano podemos encontrar el endocarpio, siendo éste, lo que se considera como la cáscara y simboliza cerca del 30% del peso total del fruto. (Pedraza, 2019)

Normalmente, la cáscara de plátano solo se utiliza como abono dentro del mismo cultivo en las plataneras y en el caso del uso de la fruta dentro de la industria y demás lugares en donde hacen uso de este, simplemente lo desechan, considerándolo como residuo orgánico.

Pero con el paso del tiempo, poco a poco se han realizado estudios, dando a conocer las múltiples características y propiedades que tiene la cáscara de plátano, entre ellos se puede destacar que es una gran fuente de proteínas, aminoácidos, potasio y ácidos grasos polinsaturados. (Pedraza, 2019) También se puede mencionar el contenido de antioxidantes que presenta, debido a su uso como medio hacia el rompimiento de radicales libres dentro del

organismo para la prevención de daños que pueden causar, teniendo como el principal a la galocatequina. (Gómez & Blasco, 2015)

Dentro de la composición química de la cáscara de plátano, se conoce que tiene también gran contenido de fibra dietética, que se dividen en: lignina, celulosa, hemicelulosa y pectina. Sobresaliendo la cantidad de celulosa que se encuentra en un rango de 56 - 65%, y que se lo puede utilizar como subproducto y aprovecharlo para la obtención de materias primas. (Rojas, Quintero, & Benavides, 2015)

Tabla 2
Composición química de la cáscara de plátano

COMPONENTES	PORCENTAJE (%)
Humedad	91.62
Proteína cruda	5.19
Fibra cruda	11.58
Celulosa	25.00
Hemicelulosa	15.00
Lignina	60.00
Calcio	0.37
Fósforo	0.28
Ceniza	16.30

Fuente: (Pedraza, 2019)

2.2.2.1. La cáscara de plátano como desecho

Ecuador es un país que se destaca por su producción agrícola, donde los residuos que deja esta actividad van directo al suelo para usarlos tan solo como abono, también los residuos que pueden seguir siendo comestibles lo usan como alimento para el sector ganadero o simplemente los desechan.

Al tener una buena producción, la industria agrícola se beneficia del uso de muchos productos y, por ende, genera residuos sólidos orgánicos de las partes que no son usadas

procedentes de las hojas, tallos, cáscaras o cualquier parte de la planta, todas ellas sin darles un uso correcto y terminan siendo considerados como basura.

En la actualidad, el plátano es uno de los productos de producción masiva, que solo toma en cuenta el racimo de esta fruta para su venta y queda como residuo gran parte de la plantación. (Haro, Borja, & Triviño, 2017) También es fuente de alimentación diaria para la población ecuatoriana, por lo que se puede encontrar en grandes cantidades dentro de la ciudad y de ese consumo, existe más generación de residuos orgánicos procedentes de pseudotallos, cáscaras y/o fruto que no esté óptimo para su consumo, se van como desecho.

2.2.3. Materiales lignocelulósicos

La biomasa lignocelulósica es la más abundante en la naturaleza y está presente en la madera dura, madera suave, residuos agroindustriales y vegetación. (García & Velásquez, 2018). El material lignocelulósico radica en tres diferentes tipos de polímeros, estos son celulosa, hemicelulosa y lignina. La celulosa se encuentra compuesta por subunidades de D-glucosa que están unidas por un enlace glucosídico β 1-4. La celulosa en una planta se compone de piezas con una estructura cristalina. Las capas de celulosa se juntan formando fibrillas de celulosa o también llamadas paquetes de celulosa, estas fibrillas de celulosa son en su mayoría independientes y débilmente unidos a través de enlaces de hidrógeno. La hemicelulosa es una estructura compleja de carbohidratos que consiste en polímeros de diferentes azúcares como xilosa y arabinosa (pentosas), manosa, glucosa y galactosa (hexosas) y ácidos de azúcar. El componente dominante de la hemicelulosa de la madera y plantas agrícolas es el xilano. La lignina es el polímero orgánico más abundante en el mundo vegetal. Es importante destacar que es la única fibra no polisacárido que se conoce. Este componente de la madera realiza múltiples funciones que son esenciales para la vida de las plantas. (Cortes W. , 2014)

2.2.3.1. Situación actual

Los usos de los materiales lignocelulósicos han cambiado sustancialmente y generado tendencias mundiales ya que por su alto contenido de celulosa se los puede usar para la generación de biomateriales compuestos, materiales novedosos en base a celulosa, la generación de bioetanol, y la obtención de whiskeres de celulosa. (Alvarez, y otros, 2012)

Debido a los diferentes usos que se le pude dar a estos materiales lignocelulósicos, pueden representar grandes oportunidades de negocio en el futuro cercano. (Alvarez, y otros, 2012)

En la actualidad se investiga los compuestos lignocelulósicos para obtener energía, combustibles, biomateriales y productos químicos, mediante tecnologías limpias y sistemas cerrados que permitan la conservación del medio ambiente. (Muñoz, Pantoja, & Cuatin, 2014)

En la Industria alimenticia es muy utilizado el Carboximetilcelulosa (CMC) que es un derivado de la celulosa (Rodríguez, Jiménez, & Contreras, 2011), se utiliza en bebidas refrescantes, en ciertos tipos de salchichas que se comercializan sin piel, en helados y en sopas deshidratadas. Ya que la celulosa y sus derivados no resultan afectados por las enzimas digestivas del organismo humano, no son absorbidas, estas se utilizan como componente de dietas bajas en calorías, ya que no aportan nutrientes, comportándose igual que la fibra natural, y no tienen efectos nocivos en el organismo. (Vera, 2011)

2.2.3.2. Materiales lignocelulósicos para fabricación de celulosa

Para la fabricación de celulosa se utiliza fibras vegetales, en particular la de las maderas, pero también se pueden fabricar a partir de fibras no madereras como la de los residuos de

plátano, ya que en estado inmaduro posee una alta concentración de almidón (70%) a comparación de la fruta en estado maduro. (Blasco & Gómez, 2014).

Los materiales lignocelulósicos juegan un papel muy importante debido a la enorme disponibilidad de este subproducto y a las diferentes fuentes agroindustriales que lo generan. (Alvarez, y otros, 2012)

Como se ve en la **Tabla 3**, existe una clasificación de donde se pueden obtener fibras lignocelulósicas para extraer sus propiedades, que pueden ser sacadas de las semillas, hojas, tallos, pajas, raíz o madera.

Tabla 3
Principales fibras agrupadas por su localización en la planta

Localización	Fibra
Semilla	Algodón
Tallo	Lino
	Yute
	Cáñamo
Pajas	Caña de azúcar
	Arroz
	Trigo
Hojas	Sisal
	Abacá
	Cántala
Frutos	Coco
	Vainas
Raíz	Zacatao
Madera	Fibra larga
	Fibra corta

Fuente: (Area, 2008)

2.2.3.3. Composición de las fibras lignocelulósicas

El material lignocelulósico está compuesto principalmente por tres tipos diferentes de polímeros estos son celulosa, hemicelulosa y lignina. (García & Velásquez, 2018)

La celulosa es una sustancia sólida, blanca, amorfa, inodora y sin sabor, e insoluble en alcohol, éter y agua que compone la membrana celular de muchos vegetales; se emplea en la fabricación de papel, tejidos, explosivos, barnices, detergentes, alimentos, etc. La hemicelulosa es un polisacárido compuesto por más de un tipo de monómero formado por un conjunto heterogéneo de polisacáridos, a su vez formados por dos tipos de monosacáridos unidos por enlaces β (1-4), que forman una cadena lineal ramificada. La lignina es, después de la celulosa y la hemicelulosa, uno de los polímeros más abundantes en la naturaleza y está presente en la pared celular. El objetivo principal de la lignina es dar a la planta el soporte estructural, impermeabilidad, y la resistencia contra el ataque microbiano y el estrés oxidativo. (Cortes W. , 2011)

2.2.4. Celulosa

La celulosa es un polímero natural que tiene como estructura base los enlaces 1,4-ß glucosídicos. Tiene una estructura semicristalina que puede variar dependiendo del tipo de fuente de la cual es aislada. Igualmente, es posible obtener múltiples tipos de morfologías, estructuras supramoleculares, relaciones de aspecto y por ende propiedades físicas y mecánicas muy variadas. (Gañán, y otros, 2017)

Adicional a lo anterior, la presencia de tres grupos OH en cada una de las unidades estructurales le permite reaccionar bien sea como un alcohol, un éster o un éter. Esto ha permitido ampliar la gama tanto de modificaciones químicas posibles como de derivados; y que hayan sido empleados tanto por la industria farmacéutica como por la de alimentos o la textil. (Mussig & Stevens, 2010)

2.2.4.1. Obtención de celulosa

Para la obtención de Celulosa se deben seguir diferentes procesos, estos son:

- **Preparación de la materia prima**

  Antes de la obtención de la celulosa se realiza un pretratamiento de la materia prima como el lavado, cortado y troceado que facilitan el tratamiento posterior. (Jiménez, Prieto, Prieto, Acevedo, & Rodríguez, 2017)

- **Obtención de la pasta**

  Se realizan de diversas formas (métodos químicos, mecánicos y químico-mecánicos), según la calidad que se desea obtener. (Jiménez, Prieto, Prieto, Acevedo, & Rodríguez, 2017)

- **Lavado**

  Se realiza para eliminar las sustancias disueltas que acompañan la pasta. (Jiménez, Prieto, Prieto, Acevedo, & Rodríguez, 2017)

- **Depuración y acondicionamiento**

  Las fibras se tratan para dejarlas sin sustancias extrañas y con un tamaño y espesor adecuado para procesos posteriores. (Jiménez, Prieto, Prieto, Acevedo, & Rodríguez, 2017)

- **Blanqueo**

  Consiste en la eliminación de la lignina y componentes coloreados de la pasta. (Jiménez, Prieto, Prieto, Acevedo, & Rodríguez, 2017)

2.2.4.2. Proceso de fabricación celulosa

Para obtener la celulosa a partir de residuos orgánicos, como es el caso de las cáscaras de plátano, primero se les realiza un pretratamiento a las cáscaras lavándolas y reduciendo el tamaño de estas a partes más pequeñas, luego para que desprendan componentes que puedan intervenir con el proceso de obtención de celulosa, se las agrega en agua y se la lleva a ebullición, posterior a ello se las secan. A la muestra seca, se le agrega hidróxido de sodio a concentraciones diferentes y se agita en una plancha magnética a revoluciones constantes y a temperaturas entre 60 y 70°C, obteniendo una solución viscosa para luego de ello filtrarla. Al resultado obtenido posterior a la filtración se lava con agua destilada hasta obtener un pH neutro aproximadamente entre 7 y 8, obteniendo un sólido en el papel filtró con pH neutro, se lo traspasa a un recipiente y se agrega una solución de hipoclorito de sodio al 0,7 %, se agita la solución durante un periodo de 1 hora con agitación constante. Pasado el tiempo de agitación, se filtra el sólido y se lava con agua destilada llevándolo a un pH neutro aproximadamente de 7 a 8. El sólido obtenido y lavado se lo coloca en un vaso de precipitación de 500 ml y se le agrega una solución de bisulfato de sodio al 7% y se procede a agitar durante 15 minutos. Se lava al sólido y se lo coloca en papel film untándolo en forma de una capa fina y se deja secar en la estufa durante un periodo de 1 día a una temperatura de 50°C, obteniendo así una película de celulosa. (Aich, 2018)

2.2.4.2.1. Pastas mecánicas

En los procesos de fabricación de pasta mecánica se aplican esfuerzos mecánicos de compresión y cizalla para separar las fibras y dejar la mayoría de la lignina en ellas, aunque hay disolución de algunos compuestos. En consecuencia, es un proceso con un alto rendimiento en cuanto a la producción de pasta, pero el consumo de energía es muy elevado y la capacidad de enlace fibra-fibra es baja. (Martín, 2012)

2.2.4.2.2. Pastas químicas

Dentro del pasteado químico, el proceso más utilizado a nivel industrial es el proceso Kraft, que representa aproximadamente el 80% de la producción mundial de pasta. Esto se debe a que, con este proceso, se obtienen pastas más resistentes y blanqueables hasta altos niveles de blancura, es posible aplicarlo a todas las especies de madera, utiliza ciclos cortos de cocción (comparado con los procesos a la sosa y al sulfito), y dispone de sistemas eficaces de recuperación de lejías negras (recuperando tanto productos químicos como energía). En cambio, presenta también una serie de desventajas como el alto costo de inversión, la polución por mal olor, el bajo rendimiento del pasteado y el alto costo del blanqueo (económico y medioambiental). (Martín, 2012)

2.2.4.3. Blanqueo

Para producir pastas químicas de alta calidad con elevados grados de blancura es necesario utilizar métodos de blanqueo que continúen la deslignificación de la pasta iniciada en la cocción y reduzcan el color. El blanqueo total de una pasta química se realiza en sucesivas etapas, utilizando diferentes productos químicos (cloro, hidróxido sódico, hipoclorito sódico, dióxido de cloro, peróxido de hidrógeno, oxígeno, ozono, hidrosulfitos de sodio o ditiosulfato sódico) y diferentes condiciones de consistencia, concentración del reactivo químico, pH, temperatura, tiempo de retención, etc. Las condiciones y/o reactivos varían en cada etapa, pero siempre teniendo en cuenta el compromiso entre el aumento del grado de blancura y la pérdida de propiedades mecánicas debido a la degradación de las fibras de celulosa. (Martín, 2012)

2.2.5. Derivados de la celulosa

La funcionalización de la celulosa ha llevado a que sea posible obtenga nuevas propiedades distintas con nuevos propósitos, distintas a las convencionales. Estos derivados de

celulosa son ampliamente usados en diferentes sectores industriales como complementaria a la aplicación los cuales pueden ser encontrados en diversas industrias como aditivos en materiales de construcción, en alimentos y en productos farmacéuticos. (Vásquez, 2018)

2.2.5.1. Tipos de derivados

Estos derivados celulósicos constituyen uno de los grupos poliméricos más utilizados en las industrias de cosmética, alimentación farmacéutica y textil, así como en las industrias de fabricación de acetatos, pinturas, embalajes o ceras. Se pueden encontrar disponibles en el mercado dentro de una gran variedad de productos con un amplio margen de propiedades fisicoquímicas. (Ruiz, 2018)

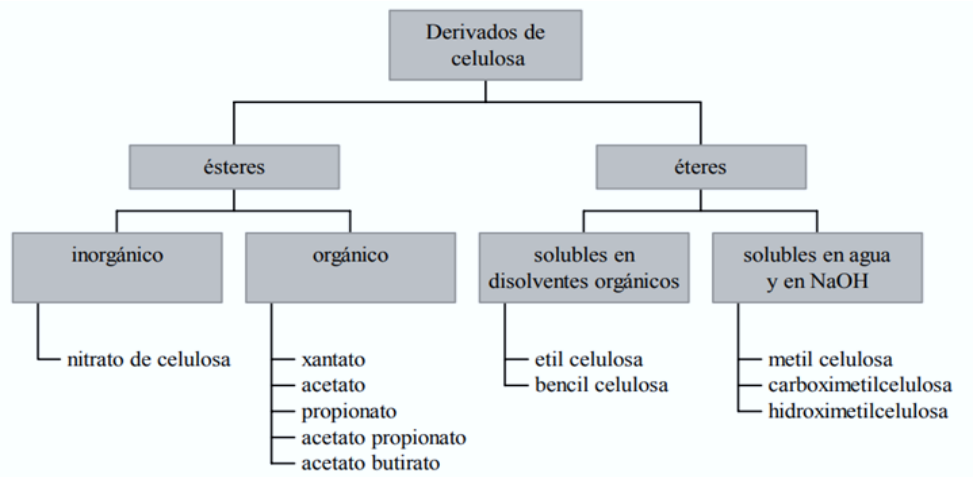


Figura 6. Derivados de la celulosa

Fuente: (Vásquez, 2018)

2.2.6. Carboximetilcelulosa

La carboximetilcelulosa (CMC), es el éter de celulosa más importante y fue el alemán Jansen E. que en 1918 se encargó de patentarla (Jansen, 1918). Tomó importancia a nivel industrial en la década de 1920, siendo Alemania el primer país en comercializarla por medio de IG Farbenindustrie AG, desde ese entonces hasta la actualidad es un producto de

importancia por su uso en múltiples áreas de la industria. (Thielking & Schmidt, 2000) (Heinze & Koschella, 2005)

Para poder llegar a este compuesto, la CMC debe de pasar por un proceso de adición del carboximetil de sodio (CH_2COONa) a la celulosa, para que pueda ser un producto soluble en agua y se pueda formar la álcali celulosa. (Reyes, González, & Luna, 2011) Luego, mediante la síntesis de Williamson, la álcali celulosa va a reaccionar con el ácido cloroacético en medio acuoso alcohólico para que se pueda producir la reacción y tener carboximetilcelulosa. (Thielking & Schmidt, 2000)

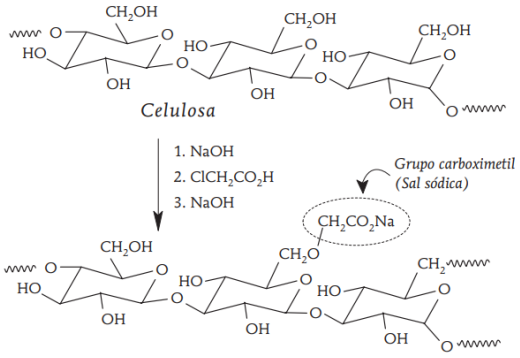


Figura 7. Estructura de la celulosa y formación de carboximetilcelulosa

Fuente: (Marcano, 2011)

2.2.6.1. Propiedades

La carboximetilcelulosa es un compuesto que es útil para sistemas en los que actúan coloides hidrofílicos, también puede suspender sólidos en medios acuosos, absorber humedad de la atmosfera. Otro de sus propiedades, es que puede facilitar a la solubilización de proteínas, estabilizar emulsiones y soluciones. Por ser un compuesto que es soluble en los fluidos intestinales alcalinos, lo usan en ocasiones en la farmacéutica para la producción de tabletas. (Dapía & Santos, 2003)

Al tener estas propiedades, ha sido considerada para muchas aplicaciones y usos en algunas industrias.

2.2.6.2. Aplicaciones y usos

Por las múltiples propiedades que tiene la carboximetilcelulosa y por la importancia que se le ha dado desde hace años, es que se le puede dar muchas aplicaciones dentro de la industria.

Para que se pueda dar un excelente uso de este compuesto, dependiendo el porcentaje de pureza que tenga la carboximetilcelulosa, se la destina a alguna de las distintas aplicaciones que puede tener. (Barba, 2002) En la **Tabla 4**, se puede observar las aplicaciones en las que se puede usar el CMC dependiendo el grado de pureza.

Tabla 4
Aplicaciones para la carboximetilcelulosa, según el grado de pureza.

GRADO	PUREZA	APLICACIÓN
Cruda	60-80%	Detergentes Lodos de perforación Papel
Refinada	97% mínimo	Papel Pinturas Adhesivos Cerámicas Textiles
Pura	99.5% mínimo	Alimentos Bebidas Cosméticos Pañales Compresas Farmacéutica

Fuente: (Heinze & Koschella, 2005)

Pudiendo ver que la carboximetilcelulosa es apta para el uso en diferentes tipos de industrias, la **Tabla 5** detalla a continuación las diferentes formas en las que se puede emplear.

Tabla 5

Usos de CMC según su industria

INDUSTRIA	USO
Construcción	Suspensor, estabilizador y agente hidrofílico para elaboración de cemento. Pegamento para papeles de tapicería.
Detergentes	Inhibidor de redeposición de grasas en detergentes (0.1 y 0.3%) y jabones (2 a 5%).
Papelera	Se la utiliza de dos maneras: • Bajo DS: Aditivo interno para la hidratación de fibras. • Alto DS: Aplican sobre papel y cartón, ayudando a la reducción de consumo de cera.
Agricultura	Insecticidas: Como fijador cuando ya es aplicado en las hojas de las plantas. Pesticidas: Agente suspensor.
Adhesivos	Compuesto añadido para elaboración de pegamentos. Ayuda a que se fijen bien los materiales.
Cosméticos	• Salud dental: Para fabricación de impresiones dentales y como ingrediente para pastas y/o geles dentales. • Productos de belleza: Para la creación de lociones, cremas y en productos para el cuidado del cabello. Usan el CMC como agente espesante y suspensor.
Pinturas	Tanto para pinturas de aceites como de barnices, se usa el CMC como espesante.
Petroleras	Puede usarse cruda o purificada como espesante en los lodos de perforación, para evitar asentamientos.
Plásticos	Se usa para la elaboración del látex, ayudando en la viscosidad.
Cerámica	El compuesto al tener buena reacción ante el horneado, lo usan como pegamento para cualquier tipo de cerámica.
Textil	• Combinado con almidón, sirve para lavandería. • En estado crudo, se usa en las telas como agente antideformante.
Farmacéutica	Se tiene que usar CMC específicamente de grado puro y de viscosidad baja, para que pueda ser usado como recubrimiento de tabletas. Ayuda a que la tableta pueda ser disuelta en el medio básico del intestino. También es usado para la elaboración de: • Emulsiones • Formador de geles • Sprays • Laxante

Alimentaria	El mayor consumo del CMC es en la industria alimentaria, ya que puede ser usado para: • Agente auxiliar (batidos, helados, cremas, natas) • Agente para formar geles (gelatinas y pudines) • Espesantes (Aderezos y rellenos) • Agente suspensor (Jugos) • Coloide protector (Emulsiones y mayonesas) • Agente protector para frutas • Estabilizador (productos para hornear)
Medicina	Formación de geles para recubrimiento de grapados en cirugías, para evitar figas de aire y entrada de fluidos.

Fuente: (Barba, 2002)

2.2.6.3. Fabricación

Para producir la carboximetilcelulosa, se tiene que conseguir las siguientes reacciones:

1) La reacción de la celulosa obtenida con una sal (hidróxido de sodio), para la formación de álcali-celulosa. Este proceso es llamado alcalinización. (Barba, 2002)

$$RcelOH + NaOH \rightarrow \underbrace{RcelOH.NaOH}$$

Álcali-celulosa

2) La reacción de la sal de sodio del ácido cloroacético y de la álcali-celulosa que se obtiene de la reacción anterior, formándose la carboximetilcelulosa. (Barba, 2002)

Se tiene que agregar álcali-celulosa en exceso, porque en la reacción se consume sosa en la formación de cloruro de sodio que aparece como subproducto. (Terán & Escalera, 2007)

$$RcelOH.NaOH + ClCH_2COO^-Na^+ \rightarrow \underbrace{RcelOCH_2COO^-Na^+} + NaCl + H_2O$$

carboximetilcelulosa

En el proceso, también se produce una reacción secundaria entre la sal de sodio del ácido cloroacético y el hidróxido de sodio (Terán & Escalera, 2007), para formar glicolato de sodio:

$$ClCH_2COO^-Na^+ + NaOH \rightarrow \underbrace{HOCH_2COO^-Na^+}_{\text{Glicolato de sodio}} + NaCl$$

2.2.6.4. PROCESOS DE FABRICACIÓN

Convencionalmente en las industrias que se encargan de la fabricación de CMC, lo realizan mediante la conversión de la celulosa alcalina obtenida de medios naturales, hinchada con hidróxido de sodio para que se pueda producir la mercerización o alcalinización. Las condiciones de optimización que se generan en esta parte del proceso son la temperatura en el hinchamiento de la celulosa (entre 30-40 ºC) y el porcentaje de concentración al que debe de estar el NaOH (ente el 15-35%). (Barba, 2002)

El hinchamiento es de importancia, ya que, este va a favorecer a la sustitución de los hidrógenos por el hidróxido de sodio para que se pueda formar el álcali-celulosa. Dependiendo al resultado obtenido de este paso, se determinará el grado de eterificación y el grado de sustitución (DS).

También se necesita de un disolvente orgánico, de preferencia se elige el etanol, por su aporte en la velocidad de reacción que provoca e influye en las características finales del producto.

Para la eterificación, se tiene que tomar en cuenta la concentración de la sal de ácido cloroacético, que debe de estar entre el 50-70%. La temperatura durante este proceso debe de estar entre 50 y 60 ºC y con un aproximado de tiempo de 3 a 4 horas. Se realiza esta parte del

proceso para que el grupo hidroxilo de la celulosa sea cambiado por los grupos carboximetílicos y poder obtener el producto final, que es la carboximetilcelulosa.

Para que el CMC sea de grado de pureza crudo, se debe de recuperar el alcohol cuando se culmine la reacción, con ayuda de un condensador y de un sistema al vacío. Después se tiene que llevar a secado y granulación. Cuando se requiere CMC purificada, este no requiere de la recupera con del alcohol y el producto se lo obtiene en forma de papilla. Se debe de diluir con alcohol al 70% y por último se proceda a la recuperación de este por medio de arrastre de vapor. (Barba, 2002)

2.3. Marco conceptual

2.3.1. Material lignocelulósico

Está formado por tres fracciones que se encuentran en los tejidos de los vegetales cuyas células presentan una pared celular. Constituida por un entramado de microfibrillas de celulosa formando capas recubiertas de hemicelulosas y sobre las que se deposita la lignina. (Barroso, 2010)

2.3.2. Celulosa

Es un homopolímero lineal derivado de plantas y fuentes madereras, que contienen alrededor del 50% de celulosa en las maderas. Es insoluble en agua, elevado peso molecular y grado de polimerización; entre 200 y hasta 10.000 unidades en estado nativo de β-D-glucopiranosa unidas por enlace glicosídico o de tipo éter entre el carbono 1 y 4 (β,1→4), considerándose como la característica química más importante de la celulosa. (Gañán, y otros, 2017) (Allinger, 1978)

2.3.3. Hemicelulosa

Está asociada en las paredes de células vegetales de la celulosa, este comprende algunos tipos de heteropolisacáridos que no son muy conocidos estructuralmente. Se forman cadenas ramificadas de menor grado de polimerización que la celulosa y no tienen zonas cristalinas. (Entrala, 1999) Además, los puentes de hidrogeno son menos eficaces, haciendo de las hemicelulosas polisacáridos más accesibles al ataque de reactivos químicos y, por ende, es soluble en medios acuosos. (Barroso, 2010)

2.3.4. Lignina

Material lignocelulósico más abundante, después de la celulosa, es un polímero aromático de estructura tridimensional bastante compleja, muy ramificada y amorfa, formada por la condensación de precursores fenólicos unidos por diferentes enlaces, conocidos como grupos fenilropanoides y estos son: Alcoholes sinapílico, coniferílico y cumárico. A diferencia de la celulosa, las unidades de lignina no se encuentran unidas de forma repetitiva. (Taiz & Zeiger, 2006) (Barroso, 2010)

2.3.5. Desechos orgánicos

Son los residuos generados de los productos orgánicos, es decir, la parte que no es comestible. Son biodegradables, se pueden desintegrar y muchos de ellos tienen componentes que pueden ser útiles para la elaboración de otros productos. (Consorcio Provincial Residuos solidos urbanos de Málaga, 2019)

2.3.6. Polímero

Se define como una macromolécula, en el que una unidad se repita a lo largo de la cadena. Proviene del griego *Polys* que significa “muchos” y *Meros* que significa “partes”. Se

produce por la reacción de polimerización, que tiene que ser de 2 para que pueda considerarse como polímeros lineales y funcionalidad superior para que sen polímeros ramificados. (López F. , 2004)

2.3.7. Grado de sustitución (DS)

Corresponde al número promedio de grupos hidroxilo sustituidos en unidad de anhidroglucosa en almidón, celulosa o derivados. El grado de sustitución en carboximetilcelulosa se encuentra en un rango de 0.4 como mínimo y el máximo que corresponde a 3, como en el caso de los haluros de alquilo por medio del ácido monocloroacético en reacción con álcali celulosa, se puede comprobar si todos los grupos hidroxilo son eterificados o quedan libres durante la síntesis. (Seymour & Carraher, 1995)

2.3.8. Hidrólisis

De una forma sencilla, se puede decir que hidrólisis significa reacción con el agua. Se realiza una transferencia protónica por medio de un ion con el agua. (Willis, 1995) Este término es relativo para las sales, y en la experimentación lo que ocurre es que se añade alguna sal para que pueda disminuir la cantidad de ácido que tiene una solución. En el caso de la hidrólisis alcalina, se realiza una sustitución nucleofílica con la ayuda de un ion hidróxido, por lo general se usa el hidróxido de sodio para realizar esta reacción. (McMurry, 1996)

2.3.9. Eterificación

Proceso que se produce en una reacción, convirtiendo un alcohol en éter mediante la síntesis de Williamson, el cual, se elimina una molécula de agua por dos moléculas alcohol para que se produzca el éter. (Linstromberg, 1979) La reacción de eterificación para que se

produzca la carboximetilcelulosa se la denomina éter de celulosa y se realiza gracias a la celulosa y la álcali celulosa (celulosa – O- CH_2-COO-Na). (Matteini & Moles, 2008)

2.3.10. Agente espesante

Propiedad que poseen algunos productos, debido a que pueden formar líquidos espesos o geles en combinación con el agua. Normalmente se compone de un polímero hidrofóbico de estructura lineal o ramificada y por ser soluble en agua un número de ramificaciones van a terminar con un grupo hidrofóbico. (Schweigger, 2005) La carboximetilcelulosa posee esta propiedad, gracias al comportamiento tixotrópico que posee. Se puede ver afectada dependiendo de la concentración que tenga el CMC y por el contenido de impureza. (Barba, 2002)

2.3.11. Espectroscopia FTIR

Técnica Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR por sus siglas en ingles), utilizada mayormente en polímeros, sirve para poder proveer la huella dactilar molecular de muestras biológicas de los grupos funcionales orgánicos e inorgánicos. Permite el análisis directo de la superficie de la muestra de estudio, por medio de un equipo que tiene una sonda de fibra óptica. (Mata & Guerrero, 2017)

2.3.12. Pureza

Equivale a que tan descontaminado se encuentra un producto o compuesto, se puede medir. El cálculo se lo define como porcentaje de pureza o grado de pureza, se determina mediante la relación entre la cantidad de compuesto puro sobre la cantidad del compuesto impuro. (Correa, 2004) Es importante la determinación de la pureza en cualquier compuesto porque la presencia de impurezas puede afectar en el resultado de análisis que se le pueda

realizar a dicho compuesto y con ello, dar una mala interpretación de datos. (Pasto & Jhonson, 2003)

2.4. Marco contextual

La presente investigación se enfocará en los lugares donde se utiliza mayoritariamente el plátano, ya que esto indica que en aquellos sitios es en donde el problema aumenta debido a la existencia de un mayor consumo de plátano, y por consiguiente se producirá una cantidad elevada de residuos que en este caso es la cáscara. Por motivo de que este residuo no se lo puede consumir, lo desechan y lo envían directo a los vertederos de basura y no se le da un valor agregado.

La zona en la que se encuentra la mayor producción de plátano es en Manabí, que actualmente representa el 43.08% de la producción nacional, el cual, distribuye este producto a nivel nacional para el consumo y también para exportación. El plátano consta como uno de los principales productos de consumo diario para las familias ecuatorianas, por ende, en la ciudad de Guayaquil es muy popular que se encuentren en muchos locales de venta de comidas (cafeterías y/o restaurantes), el uso del plátano.

CAPITULO III

3. MARCO METODOLOGICO

3.1. Metodología de diseño

3.1.1. Enfoque de la investigación

Enfoque cualitativo, la recopilación de información contribuyó a la evaluación del problema y posteriormente a la formulación de la hipótesis.

Enfoque cuantitativo, se efectuó mediante la realización del proyecto, ya que se reunió datos para su análisis y verificó la hipótesis que se formuló con anterioridad.

3.1.2. Modalidad de investigación

3.1.2.1. Investigación descriptiva

Mediante este tipo de investigación, que usa el análisis como método a tratar, se caracterizó un objeto de estudio para luego ver sus características y propiedades, dependiendo de los criterios que se visualizaron más convenientes, sirvieron para agrupar los objetos involucrados en el trabajo indagatorio.

3.1.2.2. Investigación experimental

Se obtuvo información mediante la observación de los hechos, que se pudo modificar para estudiarla en circunstancias en las que normalmente no se encuentran, proponiendo variables en ciertas condiciones de estudio con el fin de describir y analizar.

3.2. Diseño de la investigación

El siguiente proyecto de titulación se desarrolló en cuatro etapas, como se mencionan a continuación:

Tabla 6
Diseño de metodología por etapas

Numero de etapa	Desarrollo
Etapa 1	Recolección, selección y tratamiento de la materia prima
Etapa 2	Obtención de celulosa mediante tratamiento de hidrólisis alcalina a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico.
Etapa 3	Caracterización de la celulosa mediante Espectroscopia de Infrarrojos con Transformada de Fourier (FTIR).
Etapa 4	Obtención de carboximetilcelulosa mediante alcalinización y eterificación de la celulosa.

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

3.2.1. Recolección, selección y tratamiento de la materia prima

Para poder realizar este trabajo, la materia prima que se trató fue la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad Dominico, la razón de que se seleccionó la cáscara de esta fruta es porque en investigaciones anteriores han demostrado que tiene contenido lignocelulósico. La materia prima se la obtuvo de la Cafetería “Coffee Break” ubicada en la ciudad de Guayaquil, que realiza venta de desayunos y que hacen uso del plátano para la elaboración de sus platillos, desechando las cáscaras. Se movilizó esta materia prima hasta el sur de la ciudad en donde se realizó su respectivo tratamiento.

Al momento de clasificar las cáscaras que se utilizaron en el proceso, se verificó que la misma no estuviera madura, ni con otro tipo de residuos, posteriormente se lavó con agua destilada, para la eliminación de impurezas.

Para el tratamiento de la materia prima, se realizó un lavado con agua destilada a temperatura para que sea más fácil acceder a la celulosa, y de esta manera se eliminó

compuestos que pueden formar inhibidores e interferir con el proceso de obtención de celulosa. (Cortes W. , 2014)

Tabla 7

Materiales, equipos y sustancias para tratamiento de cáscaras de plátano con agua destilada hirviendo

Equipos/Materiales	Sustancia/Materia prima
Termómetro	Agua destilada
Papel indicador de pH	Cáscara de plátano
Vaso de precipitación de 500 ml.	
Horno	
Espátula	

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

Cuando se obtuvieron las cáscaras de plátano libre de impurezas, se procedió con la reducción de su tamaño a un aproximado de 1 cm, luego se colocó estos trozos en un vaso de precipitación de 500 mililitros hasta llegar a su tope. Se dispuso llevar a ebullición a las cáscaras troceadas de plátano durante 15 minutos con agua destilada, asegurándose de que el pH se encuentre en los rangos entre 4 y 7. Por último, se secó el material en un horno a una temperatura en un rango entre 50 - 60°C por un tiempo aproximado de 19 horas.

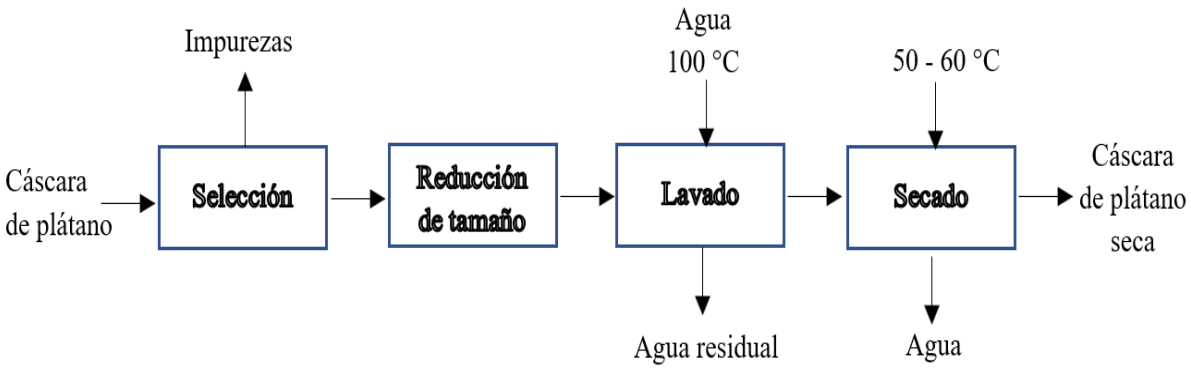


Figura 8. Diagrama de bloque de tratamiento de materia prima

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

3.2.2. Obtención de celulosa a partir de la cáscara da plátano (*Musa AAB*) variedad dominico

Para la obtención de celulosa mediante un material lignocelulósico, se lo realizó de la siguiente manera:

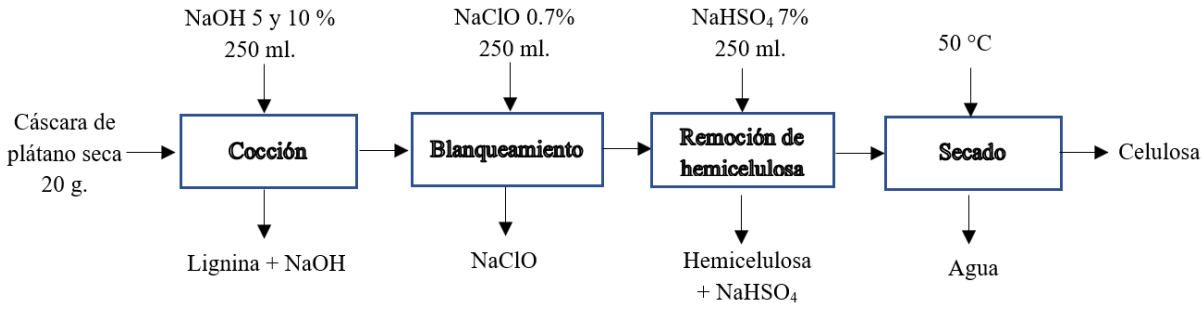


Figura 9. Diagrama de bloques para elaboración de Celulosa a partir de cáscara de plátano (Musa AAB) variedad dominico

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

Se necesitaron los siguientes materiales para su elaboración:

Tabla 8

Equipos y materiales para obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano

Equipos/Materiales	Sustancias/Materia prima
Horno	20 g de cáscara de plátano seca
Balanza	250 ml de NaOH al 5% y 10%
Agitador magnético	250 ml de NaClO
Vasos de precipitación (600 ml)	250 ml $NaHSO_4$
Embudo	Agua destilada
Filtro	
Termómetro	

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

El tratamiento para la obtención de celulosa inició con la cocción de la cáscara de plátano, que se realizó con dos concentraciones diferentes, para obtener dos muestras. Se agregó 250 mililitros de solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 5% y 10% en vasos de precipitación de 600 mililitros, respectivamente. Luego se añadió a cada solución, 20 gramos

de la cáscara de plátano previamente seca, se procedió a la cocción con agitación constante y a una temperatura en un rango entre 60 – 70 °C durante 2 horas.

Se filtraron las soluciones por separado luego de la cocción separando los productos. El líquido que se lo denomina licor negro es el resultado de la separación de la lignina que contiene la cáscara de plátano y el reactivo que se añadió. El sólido que quedó luego de la cocción se lavó con agua destilada hasta que el pH sea neutro, en cada una de las muestras y se obtuvo celulosa con residuos de lignina.

El siguiente paso fue el blanqueo de celulosa, aquí se eliminó la lignina residual. En dos vasos de precipitación de 600 mililitros se colocó 250 ml de una solución de hipoclorito de sodio (NaClO) al 0.7%, en cada uno y se agregó las muestras filtradas por separado en cada uno de los vasos que contenían la solución NaClO, se agitó constantemente durante 1 hora a una temperatura de 70°C. Terminado la agitación, se filtró las soluciones y se lavaron con agua destilada hasta que alcanzaron un pH entre 7 u 8, quedando como producto la celulosa blanqueada.

La celulosa blanqueada no está en su estado puro, aún contiene hemicelulosa, y para retirarla se realizó un tratamiento con bisulfato de sodio ($NaHSO_4$) al 7%. Se colocó en dos vasos de precipitación de 600 ml, 250 mililitros del reactivo en cada vaso y se procedió a añadir las celulosas blanqueadas, en cada vaso respectivamente, agitando durante 15 minutos.

Se filtró el sólido y se lavó con agua destilada, para luego colocarlo en una parrilla con papel film cada una de las celulosas obtenidas y se extendió las extendió para que quede una capa fina y se las envió al horno para secarlas durante un tiempo de 19 horas aproximadamente a temperatura entre un rango de 50 - 60°C, de esa manera se obtuvieron las capas de celulosa con diferentes concentraciones de NaOH.

3.2.3. Caracterización de la celulosa mediante Espectroscopia de Infrarrojos con Transformada de Fourier (FTIR).

La espectroscopía FTIR es conveniente para el estudio de la celulosa y sus derivados, ya que muestra la estructura de la celulosa por medio de los grupos funcionales característicos. Este proceso se dio mediante el paso de un haz de radiación infrarroja a través de un cristal transparente a la radiación infrarroja y de alto índice de refracción, sobre el que está colocada la muestra. (Contreras, y otros, 2010)

Una vez obtenida la celulosa de la cáscara de plátano en las concentraciones dadas anteriormente, se procedió a la realización de la Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR). En su paso a través del cristal, el haz IR incidente se refleja varias veces y la superficie de la muestra absorbe parte de la radiación a frecuencias características; por lo tanto, un requerimiento de vital importancia es que haya el contacto adecuado entre el cristal y la muestra. La espectroscopía FTIR permite identificar grupos funcionales de una molécula para los que se observan bandas características en regiones específicas del espectro generado por la prueba, y puede identificar si existe algún cambio de los grupos funcionales de la celulosa después de haberse sometido a los diversos tratamientos. (Contreras, y otros, 2010)

La celulosa debió ser pulverizada con un mortero y se mezcló con una pequeña cantidad de bromuro de potasio, se siguió pulverizando la muestra hasta que quedó homogénea, luego de eso se formó una pastilla y se la introdujo a la cámara de lectura del espectrofotómetro, registrando el resultado en el computador.

3.2.4. Obtención de carboximetilcelulosa mediante alcalinización y eterificación de la celulosa.

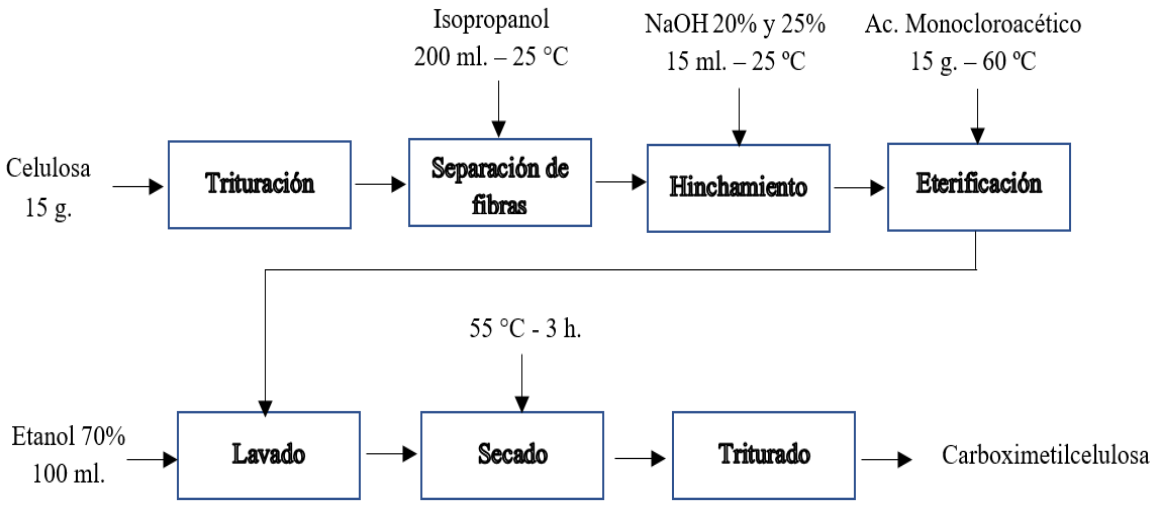


Figura 10. Diagrama de bloques para elaboración de Carboximetilcelulosa

Fuente: Alvarado & Palmiro

Tabla 9

Materiales y sustancias para obtener carboximetilcelulosa a partir de la cáscara de plátano

Equipos/Materiales	Sustancias
Varilla de agitación	15 g de Celulosa de cáscara de plátano
Vasos de precipitación de 600 ml	15 ml NaOH al 20 y 30%
Vasos de precipitación de 300 ml	15 g de ácido monocloroacético
Agitador magnético	200 ml de Isopropanol
Termómetro	Etanol al 70%
Balanza	
Piseta	
Filtro	
Embudo	
Triturador	

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

La carboximetilcelulosa se produjo mediante dos reacciones principales, la primera fue el hinchamiento mediante hidrólisis básica o alcalinización, con la ayuda de un intermediario. Se mezcló en vaso de precipitación de 600 ml la celulosa obtenida de la cáscara del plátano tratada con NaOH al 5%, por cada gramo de celulosa y se añadió 10 ml. de isopropanol, esto

se hizo por duplicado para obtener dos muestras, se agitaron las mezclas por 15 minutos para homogeneizar. Luego se adicionó 1 ml de hidróxido de sodio (NaOH) al 20% por cada gramo de celulosa y se realizó el mismo proceso para la otra muestra, pero esta vez con NaOH al 25% y se las llevó a agitación durante 1 hora a temperatura ambiente.

De la reacción se produjo la álcali-celulosa, necesaria para continuar con el proceso, la segunda reacción que se produce es la eterificación. Se añadió lentamente 1 gramos de ácido monocloroacético por cada gramo de celulosa, a cada una de las muestras respectivamente, durante un periodo de 30 minutos y se sometió la reacción a calentamiento a una temperatura de 60 °C durante 3 horas.

Se obtuvo finalmente la carboximetilcelulosa, se procedió a filtrar y lavar con etanol al 70%, cada una de las muestras obtenidas, se realizó este proceso para eliminar todos los productos indeseables a la carboximetilcelulosa. Por último, se las dejó secar durante 3 horas a 55 °C. La carboximetilcelulosa sódica obtenida después del secado se procede a triturar hasta que quede en polvo, quedando así en su presentación final al granel.

Luego de obtener la carboximetilcelulosa se repitió todo el proceso, pero esta vez con la celulosa al 10% de NaOH, para tener 2 nuevas muestras para compararlas.

3.2.5. Caracterización de carboximetilcelulosa

La carboximetilcelulosa obtenida se caracterizó de acuerdo con la norma ASTM D1439-03 para grado de pureza y grado de sustitución. En el caso de la determinación de viscosidad, se lo realizó mediante el método ASTM A445.

3.2.5.1. Determinación de grado de pureza

Tabla 10

Materiales y sustancias para determinación de grado de pureza en carboximetilcelulosa.

Equipos/Materiales	Sustancias
Vaso de precipitación	3 g. de carboximetilcelulosa
Agitador magnético con calentamiento	75 ml. de etanol al 75%
Filtro	5 ml. de ácido nítrico al 70%
Embudo	Metanol anhidro
Matraz	Agua destilada
Estufa	Hidróxido de sodio al 0.4 N
Balanza	
Bureta	

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

Se pesó 3 gramos de carboximetilcelulosa y se secó durante 2 horas a 105 °C en un horno, registrando el peso, luego se revisó en lapsos de 30 minutos hasta que se obtuvo una masa constante, se anotó los datos correspondientes para determinar el porcentaje de humedad. (ASTM)

Aparte, se adicionó 3 gramos de la muestra en un vaso de precipitación, posteriormente se añadió 250 mililitros de alcohol etílico al 80% previamente calentado a 60 °C, se sometió la mezcla a calentamiento, para mantenerlo a 60 °C, con agitación durante 10 minutos. (ASTM)

Se filtró la mezcla y se realizó de lavados en porciones hasta completar 250 mililitros de etanol al 80% a temperatura de 60 °C. Los residuos que quedaron en el vaso se lavaron con 50 mililitros de etanol al 95%. Se realizó un baño de vapor para eliminar el olor a alcohol. (ASTM)

Por último, se secó la muestra en un horno a 105 °C durante una hora, se movió con una varilla la muestra para tener un secado uniforme y se lo dejó por otra hora más en el horno, terminado el tiempo se procedió a registrar peso y se mantuvo a calentamiento registrando su peso cada 30 minutos hasta que se obtuvo una masa constante. (ASTM)

3.2.5.2. Determinación de grado de sustitución en carboximetilcelulosa

Tabla 11

Materiales y sustancias para determinación de grado de pureza en carboximetilcelulosa

Equipos/Materiales	Sustancias
Vaso de precipitación	3 g. de carboximetilcelulosa
Agitador magnético con calentamiento	75 ml. de etanol al 95%
Filtro	5 ml. de ácido nítrico al 69%
Embudo	50 ml. de metanol anhidro
Matraz	100 ml. de agua destilada
Horno	25 ml. de NaOH al 0.4 N.
Balanza	Ácido clorhídrico al 0.4 N.

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

Se pesó 4 gramos de carboximetilcelulosa, agregándolo en un vaso de precipitación de 500 mililitros, luego se añadió 75 mililitros de alcohol etílico al 95% y se agitó hasta tener una mezcla homogénea. Se adicionó 5 mililitros de ácido nítrico y se agitó durante 1 minuto. La mezcla alcanzó el punto de ebullición y se mantuvo durante 5 minutos, luego se continuó mezclado durante 15 minutos a temperatura ambiente. (ASTM)

Se filtró y lavó la muestra sólida con 50 mililitros de alcohol etílico al 95% y luego se lavó con 75 mililitros de alcohol etílico al 80% previamente calentado a 60 °C. Se repitieron los lavados con alcohol etílico al 95% 5 veces y con alcohol etílico al 80% 3 veces, se realizó estos lavado para eliminar la presencia de nitratos y sulfatos en la muestra. (ASTM)

Se lavó el precipitado con 5 mililitros de metanol anhidro y se filtró hasta que quede completamente eliminado el alcohol, posteriormente se procedió a secar la muestra en un horno durante 3 horas a 105°C. (ASTM)

Pasado las horas de secado, se pesó 1 gramo de la carboximetilcelulosa ácida y se adicionó en un vaso de precipitación de 500 mililitros, se agregó 100 mililitros de agua y se

agitó mientras se añadió 25 mililitros de una solución de hidróxido de sodio al 0.4 N. Posteriormente se calentó la mezcla a ebullición durante 15 minutos. (ASTM)

Una vez pasado el tiempo, se procedió a titular el exceso de hidróxido de sodio que quedó en la mezcla, añadiendo 2 gotas del agente indicador (fenolftaleína) con una solución de ácido clorhídrico al 0.4 N. (ASTM)

Se realizó este mismo procedimiento para cada una de las muestras de carboximetilcelulosa

3.2.5.3. VISCOSIDAD

Se determinó la viscosidad cinemática de las diferentes muestras de carboximetilcelulosa, realizando soluciones de CMC al 1% de concentración. Se utilizó un viscosímetro de tubo capilar, la muestra estuvo a una temperatura de 25 ºC. Se realizó la caracterización mediante la norma ASTM A445, en el Laboratorio UBA, ubicado al norte de la ciudad de Guayaquil.

CAPITULO IV

4. RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

4.1.Tratamiento de cáscara de plátano (*Musa AAB)* variedad dominio

Tabla 12
Resultado de muestras de tratamiento de cáscara de plátano

MATERIA PRIMA: CÁSCARA DE PLÁTANO (*Musa AAB* variedad Dominico) Secado a 50 ºC			
HÚMEDA AL AMBIENTE (g)	HÚMEDA A EBULLICIÓN (g)	SECA (g)	TIEMPO DE SECADO (horas)
238	259	31	16h02
251	272	33	16h26
236	252	30	16H28
256	281	36	17H12
247	277	31	17H31
250	276	28	18H51
245	265	41	19H03
390	441	56	24H30
477	499	64	25H35

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

En la Tabla 12 se detalla el proceso de pretratamiento de la cáscara de plátano para usarla como materia prima para la obtención de celulosa eliminando impurezas que puedan haber en las mismas, se las lavó con agua destilada a temperatura ambiente y a 100 ºC, al momento de hervir las cáscaras provocó que estas absorban cierta cantidad de agua, haciendo que éstas aumenten su peso. El tiempo de secado tiene como media 17H31. El tiempo de secado de los últimos datos de esta tabla varía con respecto a la cantidad de materia prima a secar.

4.1. Obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad dominico

Tabla 13

Resultado de muestras obtenidas de celulosa al 5% de NaOH

Celulosa con NaOH al 5%			
MATERIA PRIMA (g)	PASTA DE CELULOSA HUMEDA (g)	CELULOSA SECA (g)	TIEMPO DE SECADO (horas)
20	57.01	4.61	15H11
20	80.99	6.64	20H11
20	76.11	7.05	19h06
20	61.41	5.84	17H42
20	71.32	6.46	18H21
20	81.54	7.06	21H29
20	78.89	6.96	19H13
20	64.19	5.04	17h23

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

A continuación, se muestra la fórmula para la determinación de rendimiento para la celulosa:

$$\%R = \frac{Pf}{Pi} x100$$

$$\frac{49.66}{160} x100\% = 31.04\%$$

Se utilizó la cantidad de 160 gramos de cáscara seca de plátano verde *Musa AAB* variedad Dominico, al realizar el procedimiento de obtención de la celulosa con NaOH al 5%, se obtuvo una pasta de celulosa húmeda con un total de 571.46 gramos, después del proceso de secado se obtuvo 49.66 gramos de celulosa seca, cada proceso de secado realizado tuvo una variación debido a la cantidad de líquido retenido en la pasta de celulosa húmeda.

Tabla 14

Resultado de muestras obtenidas de celulosa al 10% de NaOH

Celulosa con NaOH al **10%**			
MATERIA PRIMA (g)	PASTA DE CELULOSA HUMEDA (g)	CELULOSA SECA (g)	TIEMPO DE SECADO (horas)
20	63.4	4.04	15H46
20	48.86	3.83	10H00
20	51.45	4.37	13H00
20	56.30	5.18	12H00
20	59.12	4.34	14H00
20	71.23	5.44	16H00
20	82.63	5.65	19H00
20	49.53	3.26	11H30
20	64.82	4.45	15H00

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

$$\frac{40.56}{180} x100\% = 22.53\%$$

Se utilizó la cantidad de 180 gramos de cáscara seca de plátano verde *Musa AAB* variedad Dominico, al realizar el procedimiento de obtención de la celulosa con NaOH al 10%, se obtuvo una pasta de celulosa húmeda con un total de 547.34 gramos, después del proceso de secado se obtuvo 40.56 gramos de celulosa seca, cada proceso de secado realizado tuvo una variación debido a la cantidad de líquido retenido en la pasta de celulosa húmeda, dando como tiempo más alto de secado el de 82.63 gramos de masa húmeda en 19H00 y el más bajo es el de 48.86 gramos con un tiempo de secado de 10H00. Por esta razón se recomienda eliminar la mayor cantidad de líquido retenido en el proceso de filtrado para realizarlo de manera más rápida y eficiente.

4.2. Caracterización de Celulosa por medio de Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier

Los siguientes análisis de FTIR se los realizó en el Laboratorio de Análisis Instrumental, que se encuentra en la Escuela Politécnica Nacional.

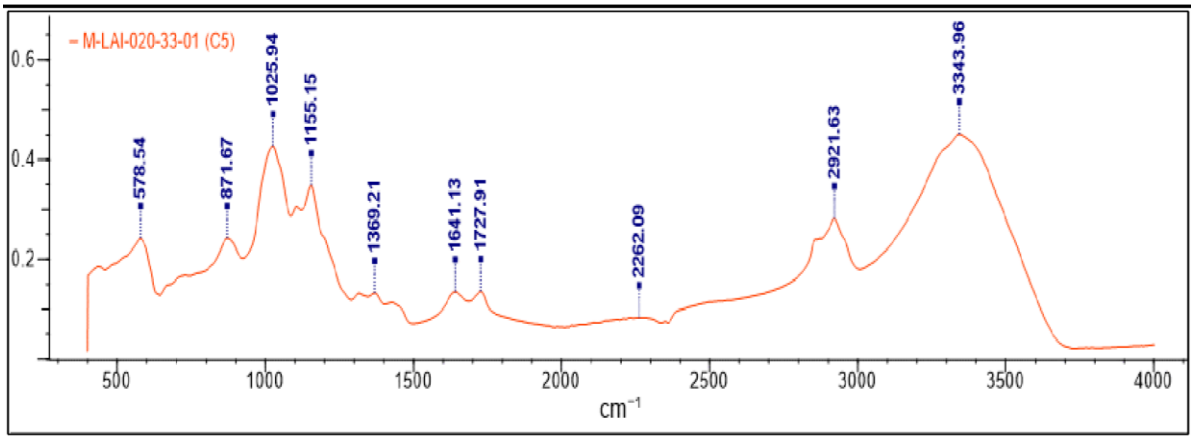


Figura 11. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) para celulosa con NaOH al 5%

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

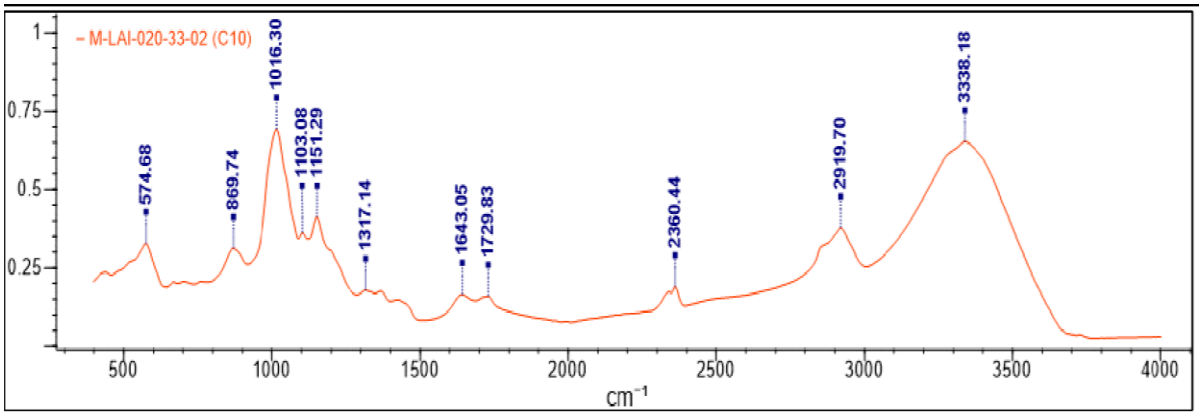


Figura 12. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) para celulosa con NaOH al 10%

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

La caracterización de celulosa con tratamiento de NaOH al 5 y 10% presentadas en las Figuras 11 y 12, mediante la Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) demostraron picos de lectura identificando los grupos funcionales que contiene la celulosa.

Los grupos funcionales característicos en la celulosa son: -OH para presencia de celulosa, -CH- para restos de lignina y C=O para identificación de hemicelulosa, todos ellos entre los rangos de longitud especificados en la Tabla 15, además de presencia de otros grupos funcionales que tienen características particulares de la celulosa.

Las dos muestras de celulosa, al 5% y 10% de concentración de hidróxido de sodio, mostraron valores de pico de longitud dentro de los rangos de referencia para cada grupo funcional. Sin embargo, las lecturas correspondientes en el análisis FTIR a la celulosa con 10% de NaOH, fueron más allegados a los resultados revisados mediante referencias bibliográficas, tanto en medidas de transmitancia como en los picos de longitud.

Tabla 15

Resultado de FTIR para muestras de celulosa con concentraciones del 5% y 10%

Escala de onda de longitud (cm^{-1})	**Pico de onda longitudinal en celulosa al 5% de NaOH (cm^{-1})**	**Pico de onda longitudinal en celulosa al 10% de NaOH (cm^{-1})**	**Grupo funcional**	**Característica**	**Referencia**
3600 - 3200	3343.96	3338.38	-OH	Frecuencia de tensión para el grupo funcional, identificando presencia de celulosa.	(Contreras & Trujillo, 2010)
3333 – 2916	2921.63	2919.70	-CH-	Cambio de tensión de banda. Interrupción del tramo OH e inicio de tramo CH presente en la lignina.	(Bharati & Kalamdhad, 2016)

1635 - 1760	1727.91	1729.83	C=O	Cetonas no conjugadas presentes en la hemicelulosa.	(López & Bolio, 2016)
1650 - 1550	1641.13	1643.05	-NH	Presencia del grupo amida, flexión en cadenas de glucosa que difieren a los de la celulosa.	(Sarkar & Rhaman, 2017) (López & Bolio, 2016)
1210 -1100	1155.15	1103.08	C-O	Estiramiento del carbono terciario y vibración del C-H presente en la celulosa	(Tejada, Paz, & Villabona, 2018)
1075 - 1000	1025.94	1016.3	C-O	Estiramiento del carbono secundario y existencia de alcoholes y éteres de la cadena de celulosa.	(Tejada, Paz, & Villabona, 2018)
980 - 780	871.67	869.74	-CH	Deformación del grupo CH por vibraciones en la celulosa	(Tejada, Paz, & Villabona, 2018)

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

4.3. Obtención de Carboximetilcelulosa

Tabla 16

Resultado de obtención de CMC al 25% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH

MUESTRA 1			
CELULOSA (g)	**CMC HUMEDA (g)**	**CMC SECA (g)**	**TIEMPO DE SECADO (horas)**
15	37.71	11.48	6H00
7.5	24.82	6.53	5H00

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

4.3.1. Rendimiento de Muestra 1

$$\%R = \frac{Pf}{Pi} x100$$

$$\%R = \frac{18.01}{22.5} x100 = 80.04\%$$

Tabla 17

Resultado de obtención de CMC al 25% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH

MUESTRA 2			
CELULOSA (g)	**CMC HUMEDA (g)**	**CMC SECA (g)**	**TIEMPO DE SECADO (horas)**
15	42.37	12.71	6H42
10	22.12	7.63	4H00

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

4.3.2. Rendimiento de Muestra 2

$$\%R = \frac{20.34}{25} x100 = 81.36\%$$

Tabla 18

Resultado de obtención de CMC al 20% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH

MUESTRA 3			
CELULOSA (g)	**CMC HUMEDA (g)**	**CMC SECA (g)**	**TIEMPO DE SECADO (horas)**
15	30.34	11.33	6H48
7.5	12.66	5.13	5H00

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

4.3.3. Rendimiento Muestra 3

$$\%R = \frac{16.46}{22.5} x100 = 73.16\%$$

Tabla 19

Resultado de obtención de CMC al 20% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH

MUESTRA 4			
CELULOSA (g)	CMC HUMEDA (g)	CMC SECA (g)	TIEMPO DE SECADO (horas)
20	41.50	16.46	6H00

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

4.3.4. Rendimiento Muestra 4

$$\%R = \frac{16.46}{20} x100 = 82.30\%$$

Las Tablas 16 – 19, muestran los resultados obtenidos de la elaboración de CMC por cada cantidad requerida de celulosa, a pesar de que los pesos iniciales de celulosa que se ocuparon para la obtención de CMC fueron similares entre cada muestra, el resultado de obtención final tuvo variaciones. Mediante el rendimiento calculado a cada muestra, se determinó cuál de las 4 muestras fue la que mejor para trabajar. El resultado del porcentaje de rendimiento mostró que la Muestra 4 (CMC al 20% de NaOH con celulosa al 10%) tuvo un rendimiento mayor con 82.30% de obtención, lo que significa que se aprovechó más su extracción con 20 g inicial de celulosa y como masa final de Carboximetilcelulosa de 16.46 g. Se puede acotar que el tiempo de secado para la cantidad de celulosa inicial fue baja, esto varía con respecto a las otras muestras, porque durante el proceso de filtrado de este se pudo eliminar mayor cantidad de líquido que tenía la Carboximetilcelulosa.

El rendimiento más bajo lo tuvo la Muestra 3 (CMC al 20% de NaOH con celulosa al 5%) con un 73.16% ocupando mayor masa para la obtención de CMC con respecto a la Muestra 4. Este bajo rendimiento se debió a que el procedimiento se realizó en dos partes, provocando que disminuya la masa en mayor cantidad en el secado.

4.4. Caracterización de carboximetilcelulosa

4.4.1. Grado de sustitución

Tomando en cuenta el procedimiento según la norma ASTM D 1439-03 para la determinación de grado de sustitución, se obtuvieron los siguientes datos para reemplazar en las fórmulas que se muestran a continuación a las distintas muestras de carboximetilcelulosa:

$$A = \frac{BC - DE}{F} \qquad G = \frac{0.162\ x\ A}{1 - \ 0.0584\ x\ A}$$

Donde:

A = miliequivalentes de ácido consumido por gramo de muestra,

B = solución de NaOH añadida, ml,

C = normalidad de la solución de NaOH,

D = HCl requerido para la titulación del exceso de NaOH, ml,

E = normalidad del HCl,

F = carboximetilcelulosa ácida utilizada, g,

162 = gramo de masa molecular de la unidad de anhidroglucosa de celulosa, y

58 = aumento neto de la masa molecular de la anhidroglucosa para cada grupo carboximetílico sustituido.

Tabla 20

Resultados de determinación de grado de sustitución para las diferentes muestras de CMC

MUESTRA	A	B	C	D	E	F	G
1	1.6	25 ml	0.4 N	21 ml	0.4 N	1 g	0.29
2	**2.4**	**25 ml**	**0.4 N**	**19 ml**	**0.4 N**	**1 g**	**0.45**
3	0.4	25 ml	0.4 N	24 ml	0.4 N	1 g	0.07
4	2.2	25 ml	0.4 N	19.5 ml	0.4 N	1 g	0.41

Fuente: Alvarado y Palmiro (2020)

En la Tabla 20 se visualiza el Grado de Sustitución (DS) de las muestras realizadas, esto permitió conocer si la CMC obtenida a partir de cáscara de plátano es soluble o insoluble en agua ya que con un DS de 0.1 la CMC es soluble en hidróxido de sodio con una concentración entre 6 y7% a una temperatura de –10 ºC. Con un DS de 0.3 la CMC es soluble en medio alcalino a temperatura ambiente y con DS de 0.4 es parcialmente soluble en agua. Teniendo esto en cuenta y con los datos obtenidos experimentalmente con las distintas muestra se pudo observar un resultado positivo a las muestra 2 y 4 ya que la finalidad del producto es que sea soluble en agua.

4.4.2. Determinación de grado de pureza

Para el cálculo del grado de pureza de las muestras de CMC obtenidas, se usó la norma ASTM 1439-03, donde se da la siguiente fórmula para su cálculo:

$$S = \frac{A\ x\ 10000}{B(100 - C)}$$

Donde:

A = masa de residuo seco, g,

B = masa de la muestra utilizado, g,

C = humedad de la muestra tal como se recibió, %.

Tabla 21

Resultado de determinación de pureza para las distintas muestras de CMC

Muestra	A	B	C	S
1	1.5 g.	3 g.	9.67%	55.35%
2	**1.94 g.**	**3 g.**	**8.19 %**	**70.43%**
3	1.18 g.	3 g.	10.33%	43.86%
4	1.90 g.	3 g.	8.70%	69.37%

Fuente: Alvarado & Palmiro (2020)

En la Tabla 21 se visualiza los porcentajes de pureza obtenidos, aplicando fórmulas para la obtención de pureza según la norma ASTM D1439-03, en donde se observó que la muestra 2 fue la que tuvo el porcentaje de pureza más elevado, con respecto a las demás muestras. Esto se debió a la concentración de hidróxido de sodio que se usó para la elaboración de celulosa que fue del 10% y posteriormente se volvió a tratar con hidróxido de sodio, con una concentración del 25% para la obtención de CMC.

Debido a la relación de grado de pureza y grado de sustitución, la muestra 2 de CMC obtenida tiene un mejor rendimiento y por ende es posible determinarlo como grado detergente para su utilización.

4.4.3. Viscosidad

El análisis de viscosidad para CMC, se los realizó en Laboratorios UBA, en la ciudad de Guayaquil.

Los resultados obtenidos para las diferentes muestras de carboximetilcelulosa se encuentran en la Tabla 22 Resultado de viscosidad para las diferentes muestras de CMC.

Tabla 22
Resultado de viscosidad para las diferentes muestras de CMC

Muestra	Viscosidad (cSt)
1	0.98
2	2.39
3	1.02
4	1.98

Se obtuvieron los siguientes valores para las viscosidades, en soluciones de CMC al 1%, siendo la muestra dos la única que consiguió tener un valor aceptable de viscosidad tomando en cuenta el grado de pureza obtenido anteriormente.

CAPITULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. Conclusiones

Se obtuvo la celulosa a partir de la cáscara de plátano, *Musa AAB* variedad dominico, con el proceso de alcalinización planteado. Se llevó acabo con concentraciones de NaOH al 5 y 10%, con esto se pudo obtener mayor cantidad de fibras de celulosa en la muestra tratada con NaOH al 5% ya que en promedio se obtuvo 6.21g de celulosa por cada 20 g de cáscara de plátano seca, a diferencia de la tratada con NaOH al 10 % cuyo promedio fue de 4.51g.

Se caracterizó celulosa mediante la Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR) para las muestras tratadas con NaOH al 5% y 10%, ambas muestras se encontraron dentro de los rangos de longitudes de onda que representan los diferentes grupos funcionales característicos para presencia de celulosa. Comparados con espectros de celulosa comercial, se pudo apreciar una similitud entre el 80 y 90% aproximadamente. Se obtuvo mejores resultados con la muestra tratada con NaOH al 10%, debido a que los valores de espectros de longitudes de onda en esta muestra fueron más cercanos con relación a los análisis FTIR de celulosa comercial.

En el porcentaje de rendimiento de la carboximetilcelulosa se calculó y diferenció entre las 4 muestras que se produjeron con las variaciones de porcentaje de NaOH añadido tanto en la obtención de la celulosa como en la carboximetilcelulosa siendo la Muestra 4 la de mayor porcentaje de rendimiento con un 82.30%, quedando demostrado que en relación a las variaciones de concentración que se han realizado en este trabajo de titulación, el porcentaje de adición de NaOH con respecto al porcentaje de rendimiento es mejor que las de las demás muestras.

Para la obtención de Carboximetilcelulosa se hicieron variaciones en la alcalinización con concentraciones de NaOH al 20 y 25% en celulosas tratadas con NaOH al 5 y 10%, cuyas viscosidades están en un rango de 0.98 a 2.39 cSt, consideradas como un espesante de baja viscosidad, donde el CMC 2 obtuvo la mayor viscosidad, siendo la misma muestra que alcanzo mayor grado de sustitución con un 0.45, dando resultados esperados de viscosidad y grado de sustitución debido al grado de pureza que alcanzó esta muestra con 70.43%.

5.2. Recomendaciones

La obtención de celulosa a partir de la cáscara de plátano *Musa AAB* variedad Dominico, se la realizó a diferentes concentraciones de hidróxido de sodio (5 y 10%) en un periodo de 2 horas para la etapa de alcalinización. Se pueden realizar futuras investigaciones con esta materia prima manipulando la concentración de este reactivo, así mismo se puede variar el tiempo de reacción, para verificar si afecta al proceso.

Como se está utilizando una materia prima poco común para la obtención de celulosa y carboximetilcelulosa, se recomienda realizar un análisis de costos, de esa forma se determinaría la factibilidad económica para realizarlo a gran escala y eliminar la importación de CMC, para dar paso a la producción nacional del mismo.

Correspondiente al análisis FTIR, se recomienda que, al momento de realizarlo, se haga también un análisis de una muestra de celulosa comercial, de ese modo se podrá visualizar las lecturas de manera directa y con ello las similitudes entre las muestras de celulosa obtenidas experimentalmente y la muestra de celulosa comercial.

Para la obtención de carboximetilcelulosa, que también se realizaron muestras con variaciones de concentración de hidróxido de sodio (20 y 25%), se puede seguir modificando

dichas concentraciones para analizar si afecta en las características principales del producto como son grado de sustitución, pureza y viscosidad.

Bibliografía

Aich, B. (30 de Agosto de 2018). Obtención de un polímero natural (Celulosa). *Researchgate*. doi:10.13140/RG.2.2.14852.99206

Allinger, N. (1978). *Organic Chemistry.* New York: Worth Publisher.

Alvarez, A., Salgado, R., García, E., Domínguez, M., Granandos, J., Aguirre, A., . . . Mendoza, A. (Septiembre de 2012). APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE LOS MATERIALES. *Revista Iberoamericana de Polímeros, 13*(4), 140-150. Recuperado el 12 de Abril de 2020, de http://www.ehu.eus/reviberpol/pdf/SEPT12/alvarez.pdf

Amtex Corp. (2020). *AMTEX*. Obtenido de http://www.amtex-corp.com/Quiénes-Somos/Nuestra-compañía

Anido, J., Abreu, E., & Gutierrez, A. (1 de Diciembre de 2007). *El Cultivo del plátano en Venezuela. Desde el Campo Hasta la Mesa.* Obtenido de Centro de Investigación Agropecuarias. Universidad de los Andes.: https://www.researchgate.net/publication/264544492_El_Cultivo_del_platano_en_Venezuela_Desde_el_Campo_Hasta_la_Mesa

Area, M. (2008). *PANORAMA DE LA INDUSTRIA DE CELULOSA Y PAPEL EN IBEROAMÉRICA.* Recuperado el 1 de Junio de 2020, de http://www.eucalyptus.com.br/artigos/2008_Area_Panorama+Industria+Celulosa+Papel.pdf

ASTM. (s.f.). *ASTM International.* Obtenido de Standard test Methods for Sodium Carboxymethylcellulose ASTM D 1439: https://celluloseether.com/wp-content/uploads/2018/04/ASTM-D1439-03.pdf

Astudillo, J., & Pesantes, A. (2015). *Análisis del Costo Benéfico del Plan de Manejo Ambiental de las instalaciones de INALECSA.* Obtenido de https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahU

KEwi98dX6h-frAhXLxFkKHbD2CKsQFjAAegQIARAB&url=http%3A%2F%2Frepositorio.ucsg.edu.ec%2Fbitstream%2F3317%2F3261%2F1%2FT-UCSG-PRE-ESP-CFI-160.pdf&usg=AOvVaw0lkEGHph3w0wu2vvPJrq68

Barba, C. (28 de Junio de 2002). *Síntesis de carboximetilcelulosa (CMC) a partir de pastas de plantas anuales.* Obtenido de Tesis Doctorals en Xarxa: https://www.tesisenred.net/handle/10803/8503#page=1

Barroso, M. (2010). PRETRATAMIENTO DE BIOMASA CELULÓSICA PARA LA OBTENCIÓN DE ETANOL EN EL MARCO DE UNA BIORREFINERIA. *Archivo Digital UPM*, 7. Recuperado el 17 de Junio de 2020, de http://oa.upm.es/10559/1/MIGUEL_BARROSO_CASILLAS.pdf

Bharati, B., & Kalamdhad, A. (2016). Effect of Various Types of Thermal Pretreatment Techniques on the Hydrolysis, Compositional Analysis and Characterization of Water Hyacinth. *Bioresource Technology*, 1-11.

Blasco, G., & Gómez, F. (11 de 2014). Propiedades funcionales del plátano (Musa sp). *Universidad Veracruzana*, 22-26. Recuperado el 16 de Mayo de 2020, de https://www.uv.mx/rm/num_anteriores/revmedica_vol14_num2/articulos/propiedades.pdf

Cazco, C., & Mejía, A. (2017). *OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CARBOXIMETIL CELULOSA (CMC) A PARTIR DE LOS FORRAJES PASTO ELEFANTE (Pennisetum sp) Y KING GRASS (Pennisetum hybridum) PARA SU APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA ALIMENTARIA.* Riobamba: Universidad Nacional de Chimborazo,2017. Recuperado el 29 de Agosto de 2020, de http://dspace.unach.edu.ec/handle/51000/4054

Consorcio Provincial Residuos solidos urbanos de Málaga. (2019). *Consorcio provincial Residuos solidos urbanos de Málaga*. Obtenido de RESIDUOS ORGÁNICOS: http://www.consorciorsumalaga.com/5936/residuos-organicos#:~:text=Los%20residuos%20org%C3%A1nicos%2C%20son%20biodegradables,restos%20vegetales%20de%20origen%20domiciliario.

Contreras, J., & Trujillo, H. (2010). ESPECTROSCOPIA ATR-FTIR DE CELULOSA: ASPECTO INSTRUMENTAL Y TRATAMIENTO MATEMÁTICO DE ESPECTROS. *e-Gnosi Vol. 8, Art. 9*, 1-13.

Contreras, Q., Héctor, J., Trujillo, P., Hugo, A., Arias, O., Pérez, C., . . . Delgado, F. (2010). ESPECTROSCOPIA ATR-FTIR DE CELULOSA: ASPECTO INSTRUMENTAL Y TRATAMIENTO MATEMÁTICO DE ESPECTROS. *Redalyc AmeliCA, 8*(9), 1-13. Recuperado el 2 de Junio de 2020, de https://www.redalyc.org/pdf/730/73013006008.pdf

Correa, C. (2004). *Fenómenos Químicos (2da Edición).* Fondo Editorial. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=R4PZP-0z5wkC&pg=PA4&dq=Fen%C3%B3menos+Qu%C3%ADmicos+(2da+Edici%C3%B3n).&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwjy8uLV5p3sAhVFhOAKHWT_BJgQ6AEwAHoECAQQAg#v=onepage&q=Fen%C3%B3menos%20Qu%C3%ADmicos%20(2da%20Edici%C3%B3n).&f=false

Cortes, W. (Diciembre de 2011). MATERIALES LIGNOCELULOSICOS COMO FUENTE DE BIOCOMBUSTIBLES Y PRODUCTOS QUÍMICOS. *TecnoESUFA, 16*, 41-46. Recuperado el 13 de Abril de 2020, de https://publicacionesfac.com/index.php/TecnoESUFA/article/view/366

Cortes, W. (10 de Febrero de 2014). Tratamientos Aplicables a Materiales Lignocelulósicos para la obtención de Etanol y Productos Químicos. *Journal of Technology, 13*(1), 39-44. Recuperado el 9 de Abril de 2020, de https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6041572

Dapía, S., & Santos, V. (2003). Carboxymethylcellulose from totally chlorine free-bleached milox pulps. *Bioresource Technology. Vol. 89*, 289-296. Obtenido de https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S096085240300066X

Delgadillo, D. (2014). *Unniversidad Catolica Santiago de Guayaquil.* Obtenido de "Estudio comparativo del rendimiento del plátano Barraganete VS plátano Dominico: http://repositorio.ucsg.edu.ec/bitstream/3317/2505/1/T-UCSG-PRE-TEC-AGRO-55.pdf

Entrala, A. (1999). *Tratado de Nutrición.* Madrid: Díaz de Santos. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=SQLNJOsZCIwC&pg=PA329&dq=hemicelulosa&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwjB6YSB4J3sAhXKxFkKHXOaBHwQ6AEwAHoECAMQAg#v=onepage&q=hemicelulosa&f=false

FAO. (2020). El estado de los bosques en el mundo 2020. *Los beneficios para las personas derivados de los bosques y la biodiversidad*, 86. Obtenido de http://www.fao.org/3/ca8642es/CA8642ES.pdf

Gañán, P., Zuluaga, R., Castro, C., Restrepo, A., Velásquez, J., Osorio, M., . . . Molina, C. (Junio de 2017). CELULOSA: UN POLÍMERO DE SIEMPRE CON MUCHO FUTURO. *Revista Colombiana de Materiales*, 1-2. Recuperado el 2 de Junio de 2020, de https://www.researchgate.net/publication/319361290_Celulosa_un_polimero_de_siempre_con_mucho_futuro

García, W., & Velásquez, L. (2018). *EVALUACIÓN DEL USO DE FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS PARA EL REFORZAMIENTO DE ESPUMAS DE POLIURETANO A NIVEL LABORATORIO.* Bogotá: Repositorio institucional Universidad de América. Recuperado el 16 de Abril de 2020, de http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6714/1/6122913-2018-1-IQ.pdf

Gómez, F., & Blasco, G. (2015). Propiedades funcionales del plátano (Musa sp). *Revista Médica de la Universidad de Veracruz, Vol. 14, N° 2*, 22-26.

Gonzabay, R. (2013). Cultivo del banano en el Ecuador. *AFESE, Vol. 58, N° 58*, 113 - 142. Obtenido de https://afese.com/img/revistas/revista58/cultivobanano.pdf

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, 1*(2), 301-306. Recuperado el 17 de Agosto de 2020, de http://www.fcb.uanl.mx/IDCyTA/files/volume1/2/3/53.pdf

Google-Maps. (17 de Septiembre de 2020). *Maps*. Obtenido de https://www.google.com/maps/place/Escuela+Polit%C3%A9cnica+Nacional/@-0.2104022,-78.4888627,15z/data=!4m5!3m4!1s0x0:0x88a284f66939ed4!8m2!3d-0.2104022!4d-78.4888627

Haro, A., Borja, A., & Triviño, S. (2017). Análisis sobre el aprovechamiento de los residuos del plátano, como materia prima para la producción de materiales plásticos biodegradables. *Dominio de las Ciencias Vol. 3 Num. 2*, 506-525. Obtenido de https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6325873

Heinze, T., & Koschella, A. (2005). Carboxymethyl Ethers of Cellulose and Starch - A Review. *Macromollecular Symposia, 223,* 13-39. Obtenido de https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/masy.200550502

INEC. (Mayo de 2019). *Encuesta de Superficie y Producción Agropecuaria Continua (ESPAC).* Obtenido de https://www.ecuadorencifras.gob.ec/documentos/web-inec/Estadisticas_agropecuarias/espac/espac-2019/Presentacion%20de%20los%20principales%20resultados%20ESPAC%202019.pdf

INIAP. (Junio de 2014). *Banano, plátano y otras musáceas*. Obtenido de Instituto Nacional de Investigaciones Agropecuarias: https://www.iniap.gob.ec/pruebav3/banano-platano-y-otras-musaceas/

INIBAP. (Junio 2000). Clasificacion, producción y utilizaciones en el Sudeste de Asia. *INFOMUSA - La Revista internacional sobre Banano y Plátano. Vol. 9, N° 1,* 28. Obtenido de http://www.musalit.org/viewPdf.php?file=IN000077_spa.pdf&id=14043

Jansen, E. (1918). *DE 332203 Verfahren zur Herstellung von Celluloseverbindungen*. Obtenido de DEUTSCHE CELLULOID FABRIK: https://patents.google.com/patent/DE332203C/de?oq=+DE332203

Jiménez, E., Prieto, F., Prieto, J., Acevedo, O., & Rodríguez, R. (Marzo de 2017). Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de Agave salmiana B. Otto ex Salm. Optimización. *Redalyc AmeliCA*, 253-260. Recuperado el 4 de Junio de 2020, de https://www.redalyc.org/pdf/496/49650910031.pdf

Linstromberg, W. (1979). *Química Orgánica.* Barcelona: Reverté. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=PsUuSiY4YH0C&printsec=frontcover&dq=Qu%C3%ADmica+Org%C3%A1nica+linstomberg&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwi2h

aqG5J3sAhUChOAKHSU5DpsQ6AEwAHoECAIQAg#v=onepage&q=Qu%C3%ADmica%20Org%C3%A1nica%20linstomberg&f=false

López, A., & Bolio, G. (2016). OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BAGAZO DE CAÑA DE AZUCAR (Saccharum spp.). *Agroproductividad: Vol. 9, Núm. 7*, 41-45.

López, F. (2004). *Escuela Venezolana para la enseñanza de la Quimica.* Obtenido de Fundamentos de polimeros : https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/52521058/FUNDAMENTOS_DE_POLIMEROS.pdf?1491530241=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DFUNDAMENTOS_DE_POLIMEROS.pdf&Expires=1593385467&Signature=IRNn6HF-ejKDQo5k9aq794aqNhQdxSs8GT30Wndhz9I-fXHAAe9Sw9hJcZY

Marcano, D. (2011). *La quimica de los alimentos.* Venezuela: Fundación Empresa Polar. Obtenido de https://bibliofep.fundacionempresaspolar.org/media/1280090/la_quimica_de_los_alimentos.pdf

Marín, R., & Sabando, A. (2017). *INFLUENCIA DE CUATRO DENSIDADES DE SIEMBRA SOBRE EL RENDIMIENTO DE DOS VARIEDADES DE PLÁTANO TIPO "HORN PLANTEIN"*. Manabí: ESPAMMFL.

Martín, R. (2012). INTEGRACIÓN DEL PROCESO KRAFT DE OBTENCIÓN DE PASTA DE CELULOSA EN EL ESQUEMA DE UNA BIORREFINERÍA. *E-prints Complutense*, 26. Recuperado el 15 de Junio de 2020, de https://eprints.ucm.es/14750/1/T33494.pdf

Mata, M., & Guerrero, C. (2017). Componentes Principales mediante Espectroscopia FTIR como Técnica de Caracterización Innovadora durante la Diferenciación de Células Madre Pluripotentes a Células Pancreáticas. *Revista mexicana de ingeniería*

biomédica. vol.38, n.1, 225-234. Obtenido de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S0188-95322017000100225&lng=es&nrm=iso

Matteini, M., & Moles, A. (2008). *La Química de la restauración.* Nerea. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=D7mMueTIk38C&printsec=frontcover&dq=La+Qu%C3%ADmica+de+la+restauraci%C3%B3n.&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwid_p-e5J3sAhXhYt8KHb61B5QQ6AEwAHoECAQQAg#v=onepage&q=La%20Qu%C3%ADmica%20de%20la%20restauraci%C3%B3n.&f=false

McMurry, J. (1996). *Organic Chemistry (4th Edition).* Cole Publishing Company. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=okQZdnD_MvQC&printsec=frontcover&dq=Qu%C3%ADmica+Org%C3%A1nica&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwjJ57ex4p3sAhWkdt8KHSxDCEkQ6AEwBXoECAkQAg#v=onepage&q=Qu%C3%ADmica%20Org%C3%A1nica&f=false

Muñoz, D., Pantoja, A., & Cuatin, M. (25 de Mayo de 2014). APROVECHAMIENTO DE RESIDUOS. *Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial, 2*(2), 10-19. Recuperado el 20 de Marzo de 2020, de scielo.org.co/pdf/bsaa/v12n2/v12n2a02.pdf

Mussig, J., & Stevens, C. (2010). *Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, properties and technical applicationsm.* Recuperado el 1 de Junio de 2020, de http://priede.bf.lu.lv/grozs/AuguFiziologijas/Augu_resursu_biologija/gramatas/Industrial%20Applications%20of%20Natural%20Fibres.pdf

Pasto, D., & Jhonson, C. (2003). *Determinación de Estructuras Orgánicas.* Rverté. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=uHNdHS8JXFIC&printsec=frontcover&dq=D

eterminaci%C3%B3n+de+Estructuras+Org%C3%A1nicas.&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwivpObs5p3sAhUsnOAKHQDqAi8Q6AEwAHoECAEQAg#v=onepage&q=Determinaci%C3%B3n%20de%20Estructuras%20Org%C3%A1nica

Pedraza, R. (2019). *UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER UIS.* Obtenido de APROVECHAMIENTO DE LA CÁSCARA DE PLÁTANO (Musa paradisiaca) PARA LA ELABORACIÓN DE BETÚN ARTESANAL EN EL SOCORRO, SANTANDER: http://noesis.uis.edu.co/bitstream/123456789/23540/1/174927.pdf

Reyes, M., González, V., & Luna, J. (2011). Uso de carboximetilcelulosa como matriz polimérica en la síntesis de nuevos materiales híbridos. *CIENCIA-UANL. Vol. 15, N° 4*, 459-465. Obtenido de https://www.redalyc.org/pdf/402/40220122015.pdf

Rodríguez, E., Jiménez, G., & Contreras, M. (Diciembre de 2011). OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA CARBOXIMETILCELULOSA A PARTIR DEL PSEUDOTALLO DE PLÁTANO MUSA PARADISIACA (SP). *Revista Iberoamericana de Polímeros, 12*(6), 317-323. Recuperado el 20 de Abril de 2020, de https://www.researchgate.net/publication/318351666_OBTENCION_Y_CARACTERIZACION_DE_LA_CARBOXIMETIL_CELULOSA_A_PARTIR_DEL_PSEUDOTALLO_DE_PLATANO_MUSA_PARADISIACA_SP

Rojas, J., Quintero, V., & Benavides, F. (2015). Evaluación del aprovechamiento de subproductos generados a partir del procesamiento industrial del plátano (Musa paradisiaca) variedad hartón, en el municipio de Sotomayor del departamento de Nariño. *SATHIRI: Sembrador*, 32 - 52. Obtenido de https://revistasdigitales.upec.edu.ec/index.php/sathiri/article/view/436/466

Ruiz, K. (Agosto de 2018). OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO ETANOSOLV PARA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA BIOMÁSICA Y VALORACIÓN DE DIFERENTES

RUTAS DE ACETILACIÓN DEL MATERIAL. *CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS, S.C.*, 2-17. Recuperado el 18 de Junio de 2020, de https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/2243/1/Tesis%20Karla%20Ruiz%20Cuilty.pdf

Samaniego, E. (2019). *DISEÑO DE UN SISTEMA DE COMPOSTAJE A PARTIR DE LOS RESIDUOS SÓLIDOS ORGÁNICOS DEL MERCADO CENTRAL MUNICIPAL DEL CANTÓN MONTALVO, PROVINCIA DE LOS RÍOS.* Guayaquil. Obtenido de http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/39717/1/Tesis-Emilio_Samaniego.pdf

Sarkar, M., & Rhaman, A. (2017). Remediation of chromium and copper on water hyacinth (E. crassipes) shoot powder. *Water Resources and Industry*, 1-6.

Schweigger, E. (2005). *Manual de pinturas y recubrimiento plásticos.* Díaz De Santos. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=17n1yqXyQQsC&printsec=frontcover&dq=Manual+de+pinturas+y+recubrimiento+pl%C3%A1sticos.&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwip-OHK5Z3sAhVxdt8KHU4CCGUQ6AEwAHoECAAQAg#v=onepage&q=Manual%20de%20pinturas%20y%20recubrimiento%20pl%C3%A1sti

Seymour, R., & Carraher, C. (1995). *Introducción a la Química de los Polimeros.* Mississippi: Reverte. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=FOobaAs4Wp4C&pg=PA242&dq=Introducci%C3%B3n+a+a+Qu%C3%ADmica+de+los+Polimeros.&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwj7uJvd4J3sAhUDwFkKHTOwDfEQ6AEwAHoECAMQAg#v=onepage&q=Introducci%C3%B3n%20a%20a%20Qu%C3%ADmica%20de%20los%20Polimer

Taiz, L., & Zeiger, E. (2006). *Fisiología Vegetal*. Castelló de la Plana: Universitat Jaume I. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=7QIbYg-OC5AC&pg=PA549&dq=lignina&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwjpkoCd4J3sAhWRwFkKHRYGB1cQ6AEwAHoECAIQAg#v=onepage&q=lignina&f=false

Tejada, C., Paz, I., & Villabona, A. (2018). Aprovechamiento del Jacinto de Agua (Eichhornia crassipes) para la síntesis de carboximetilcelulosa. *Revista Cubana de Quimica*, 211-221. Obtenido de https://cubanaquimica.uo.edu.cu/index.php/cq/article/view/3666

Terán, E., & Escalera, R. (2007). OBTENCIÓN DE CARBOXIMETILCELULOSA A PARTIR DE LINTER DE ALGODÓN. *INVESTIGACIÓN & DESARROLLO, No. 7, Vol. 1:*, 100-113. Obtenido de http://www.upb.edu/revista-investigacion-desarrollo/index.php/id/article/view/100

Thielking, H., & Schmidt, M. (2000). Carboxymethyl cellulose. En F. Ullman, *Ullman's Encyclopedia of Industrials Chemistry* (págs. 381-387). Walsrode, Germany: VCH.

Torres, C., & Larrea, M. (2018). 007. ANÁLISIS DE LOS RESIDUOS DE LA PRODUCCIÓN DEL BANANO DE. *Mcientificas*. Obtenido de https://ecotec.edu.ec/content/uploads/mcientificas2018/9medio-ambiente-sociedad/007.pdf

Ureta, I., & Hernández, G. (2017). Consumo de plátano en Ecuador: Habitos de compra y disponibilidad a pagar d los consumidores. *Revista em Agronegócio e Meio Ambente*, 995-1014.

Valbuena, A. (2011). Obtencion y caracterizacion de la carboximetilcelulosaa partir del pseudotallo de platano musa paradisiaca (sp). *Revista Iberoamericana de Polimeros. Vol. 12 N° 6*, 317-323. Obtenido de https://www.researchgate.net/publication/318351666_OBTENCION_Y_CARACTE

RIZACION_DE_LA_CARBOXIMETIL_CELULOSA_A_PARTIR_DEL_PSEUDOTALLO_DE_PLATANO_MUSA_PARADISIACA_SP

Vásquez, M. (2018). Producción y caracterización de nanofibras de celulosa desde diferentes especies de Eucalyptus para biomateriales en base de celulosa. *Repositorio Bibliotecas UdeC*, 6. Recuperado el 17 de Junio de 2020, de http://repositorio.udec.cl/bitstream/11594/3005/4/Tesis_Produccion_y_caracterizacion_de_nanofibras.Image.Marked.pdf

Vera, F. (2011). *DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE USO DEL ALMIDÓN MODIFICADO EN EL MEJORAMIENTO DE.* Guayaquil: DSPace. Recuperado el 14 de Marzo de 2020, de https://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/16214/1/D-90278.pdf

Willis, C. (1995). *Problem-Solving in General Chemistry.* Barcelona: Reverté. Obtenido de https://books.google.com.ec/books?id=RLIkAQAAIAAJ&q=Problem-Solving+in+General+Chemistry.&dq=Problem-Solving+in+General+Chemistry.&hl=es&sa=X&ved=2ahUKEwiYm9ag4Z3sAhVDvlkKHbjPBsYQ6AEwAXoECAEQAg

ANEXOS

Anexo 1 Tratamiento de materia prima

Figura 13. Recolección de cáscaras de plátano variedad dominico.

Figura 14. Selección de cáscaras de plátano adecuadas para uso como materia prima.

Figura 16. Reducción de tamaño de las cáscaras de plátano variedad dominico.

Figura 15. Lavado de las cáscaras de plátano

Figura 17. Cáscara de plátano antes del secado.

Figura 18. Cáscaras de plátano después del secado.

Anexo 2 Elaboración de celulosa a partir de cáscara de plátano (*Musa AAB*) variedad dominico

Figura 19. Materiales y equipos para la obtención de celulosa

Figura 20. Eliminación de lignina por medio de hidrolisis alcalina

Figura 21. Filtrado de la celulosa para separar el caldo negro de la celulosa.

Figura 22. Celulosa después del lavado con agua destilada

Figura 23. Proceso de blanqueado de celulosa

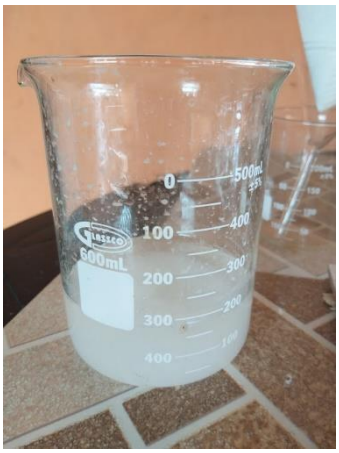


Figura 25. Remoción de hemicelulosa mediante lavado con bisulfato de sodio.

Figura 24. Secado de la celulosa en horno a 50 °C

Figura 26. Celulosa seca

Anexo 3 Elaboración de Carboximetilcelulosa

Figura 28. Mezcla de celulosa, isopropanol, NaOH y Acido monocloroacético.

Figura 27. Filtración de CMC y lavado con etanol

Figura 29. Carboximetilcelulosa sódica a partir de la cáscara de plátano (Musa AAB) variedad dominico.

Anexo 4 Determinación de pureza

Figura 30. Pesado y proceso de determinación de pureza del CMC

Anexo 5 Determinación de grado de sustitución

Figura 31. Materiales para determinación de grado de sustitución del CMC

Figura 32. Cocción del CMC con etanol y ácido nítrico

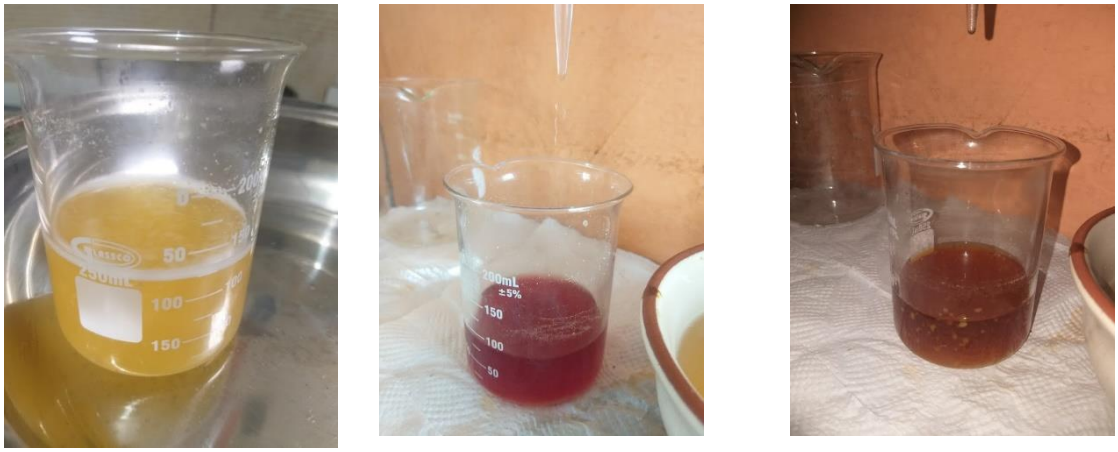


Figura 33. Titulación de la carboximetilcelulosa ácida

Anexo 6 Análisis FTIR para celulosa al 5% de NaOH

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL	INFORME DE RESULTADOS	Página: 1 de 2	Laboratorio
		FPT-7.8-07-01	

INFORME No. I-LAI-020-33

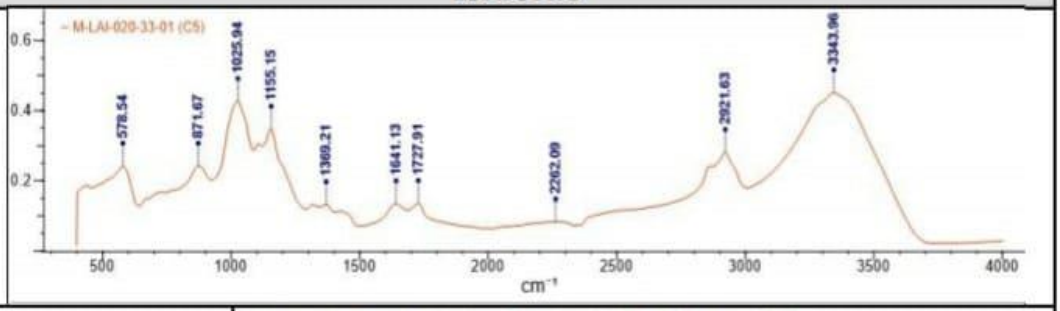
Orden de Trabajo No. DQ-OT0047-2020

INFORMACION CLIENTE			
Cliente / Empresa:	Erick Palmiro	**Persona de contacto:**	Erick Palmiro
Dirección / Telf.:	Guayaquil, Cdla. Las Tejas, mz #16, villa 1 / 0969168734	**E-mail:**	erick.palmiro@gmail.com
PARAMETROS DE LA MUESTRA			
Identificación:	**M-LAI-020-33-01**	**Fecha de muestreo:**	No especificado por el cliente
Muestra:	C5	**Plan de muestreo:**	No especificado por el cliente
Tipo de contenedor:	Vidrio	**Fecha inicio del ensayo:**	15/9/2020
Fecha de recepción:	15/9/2020	**Fecha entrega informe:**	25/9/2020
CONDICIONES DE TRABAJO			
Temperatura y %HR ambiente:	18,6 °C 36 %	**Norma de referencia:**	PE-7.2-04-01
		Procedimiento interno:	Método interno

RESULTADOS

LONGITUD DE ONDA (cm^{-1})	GRUPO FUNCIONAL	RANGO (cm^{-1})	MODO DE VIBRACIÓN	MUESTRA
578,54	Si-Cl	600-535	Antisimétrico	
871,67	C-H	980-780	Deformación	
1025,94	-C-O	1075-1000	Estiramiento Carbono Secundario	
1155,15	-C-O	1210-1100	Estiramiento Carbono Terciario	
1369,21	OH	1390-1330	Deformación	
1641,13	-NH	1650-1550	Deformación	
1727,91	-C=O	1740-1720	Estiramiento	
2262,09	No determinado	No determinado	No determinado	
2921,63	C-H	2936-2916	Antisimétrico	
3343,96	OH	3400-3200	Estiramiento	

ESPECTRO



DECLARATORIAS	Los ensayos fueron realizados dentro de las instalaciones del laboratorio LAI. Los resultados reportados corresponden únicamente a los ítems ensayados. El laboratorio no se responsabiliza por la toma ni almacenamiento de la muestra antes de llegar a las instalaciones de la Institución. El muestreo es responsabilidad del cliente y los resultados aplican a las muestras como se recibieron. Queda prohibido la reproducción parcial o total del presente informe sin previa autorización.
OBSERVACIONES	No existe ninguna observación ni desviación durante el ensayo. Debido a la emergencia sanitaria, tanto el LAI como toda la EPN ha retomado las actividades semipresenciales a partir del 20 de julio del 2020; por tal motivo se ha extendido el plazo de entrega del presente informe a partir de la recepción de las muestras.

Elaborado por:	Revisado por:
Ing. Marcelo Cabrera	**Ing. Eliana Peña**
ANALISTA DE LABORATORIO	**RESPONSABLE TECNICA**

Anexo 7 Análisis FTIR para celulosa al 10% de NaOH

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL	INFORME DE RESULTADOS	Página: 2 de 2	Laboratorio
		FPT-7.8-07-01	

INFORME No. I-LAI-020-33

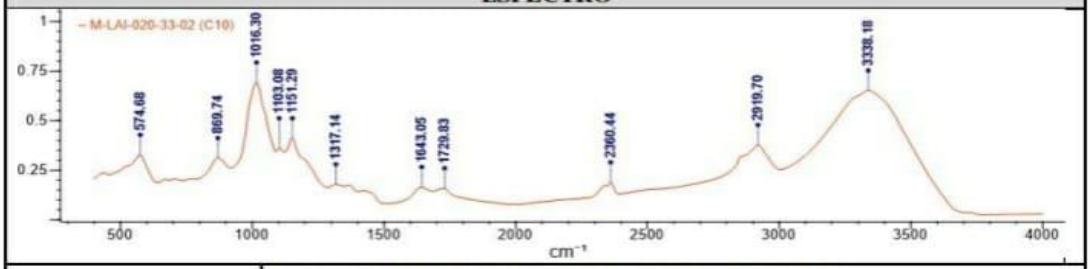
Orden de Trabajo No. DQ-OT0047-2020

INFORMACION CLIENTE					
Cliente / Empresa:	Erick Palmiro			**Persona de contacto:**	Erick Palmiro
Dirección / Telf.:	Guayaquil, Cdla. Las Tejas, mz #16, villa 1 / 0969168734			**E-mail:**	erick.palmiro@gmail.com
PARAMETROS DE LA MUESTRA					
Identificación:	**M-LAI-020-33-02**			**Fecha de muestreo:**	No especificado por el cliente
Muestra:	C10			**Plan de muestreo:**	No especificado por el cliente
Tipo de contenedor:	Vidrio			**Fecha inicio del ensayo:**	15/9/2020
Fecha de recepción:	15/9/2020			**Fecha entrega informe:**	25/9/2020
CONDICIONES DE TRABAJO					
Temperatura y %HR ambiente:	18,6	ºC	36 %	**Norma de referencia:**	PE-7.2-04-01
				Procedimiento interno:	Método interno

RESULTADOS

LONGITUD DE ONDA (cm^{-1})	GRUPO FUNCIONAL	RANGO (cm^{-1})	MODO DE VIBRACIÓN	MUESTRA
574,68	Si-Cl	600-535	Antisimétrico	
869,74	C-H	980-780	Deformación	
1016,3	-C-O	1075-1000	Estiramiento Carbono Secundario	
1103,08	-C-O	1210-1100	Estiramiento Carbono Terciario	
1151,29	-C-C	1160-1135	Intensidad variable de vil esquelético	
1317,14	OH	1350-1260	Deformación	
1643,05	-NH	1650-1550	Deformación	
1729,83	-C=O	1740-1720	Estiramiento	
2360,44	-PH2	2440-2275	Estiramiento	
2919,7	C-H	2936-2916	Antisimétrico	
3338,18	OH	3400-3200	Estiramiento	

ESPECTRO



DECLARATORIAS	Los ensayos fueron realizados dentro de las instalaciones del laboratorio LAI. Los resultados reportados corresponden únicamente a los ítems ensayados. El laboratorio no se responsabiliza por la toma ni almacenamiento de la muestra antes de llegar a las instalaciones de la Institución. El muestreo es responsabilidad del cliente y los resultados aplican a las muestras como se recibieron. Queda prohibido la reproducción parcial o total del presente informe sin previa autorización.
OBSERVACIONES	No existe ninguna observación ni desviación durante el ensayo. Debido a la emergencia sanitaria, tanto el LAI como toda la EPN ha retomado las actividades semipresenciales a partir del 20 de julio del 2020; por tal motivo se ha extendido el plazo de entrega del presente informe a partir de la recepción de las muestras.

Elaborado por:	Revisado por:
Ing. Marcelo Cabrera	**Ing. Eliana Peña**
ANALISTA DE LABORATORIO	**RESPONSABLE TÉCNICA**

Anexo 8 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 25% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH

ANALYTICAL LABORATORIES
TESTING & CONSULTING

INFORME DE RESULTADOS
IDR 29048-2020

Fecha: 02 de Octubre del 2020

DATOS DEL CLIENTE			
Nombre	**PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL**		
Dirección	Cdla las tejas Mz16 Villa 1		
Teléfono	0969168743		
Contacto	Sr. Erick Palmiro Yumbo		
DATOS DE LA MUESTRA			
Tipo de muestra	Carboximetilcelulosa	Cantidad	Aprox. 500 mL
No. de muestras	1 (n=1)	Lote	**N/A**
Presentación	Frasco de vidrio	Fecha de recepción	30 de Septiembre del 2020
Colecta de muestra	Realizado por el CLIENTE	Fecha colecta de muestra	N/A

CONDICIONES DEL ANALISIS			
Temperatura (°C)	25.1	Humedad (%)	58.1
Fecha de Inicio de Análisis		01 de Octubre del 2020	
Fecha de Finalización del análisis		02 de Octubre del 2020	

RESULTADOS

CODIGO CLIENTE	CODIGO UBA	PARAMETROS	METODO	RESULTADOS	Unidad	Límite de cuantificación
Disolución de Carboximetilcelulosa al 1% CMC1	UBA-29048-1	Viscosidad **(25°C)**	ASTM A 445 **(Tubo capilar)**	**1.02**	CSt	-

Observaciones:

1. Los resultados emitidos en este informe, corresponden únicamente a la(s) muestra(s) recibidas por el laboratorio. No siendo extensivo a cualquier lote.
2. Este reporte no debe ser reproducido parcial o totalmente, excepto con la aprobación escrita por parte del laboratorio.
3. La información relacionada con la toma de muestra fue proporcionada por el cliente. El Laboratorio no se responsabiliza de la veracidad de la información que ha sido proporcionada por el cliente y que puede afectar directamente a la validez de los resultados.

Av. Carlos L. Plaza Dañin, Cdla. La FAE Mz. 20 solar 12 (Frente al primer bloque de la Atarazana)
Conmutador: 04 2288 578 / 04 6017 745 **Celular:** 09 9273 7500 / 09 8478 0671
Email: nmontoya@uba-lab.com
Guayaquil - Ecuador

www.uba-lab.com

Anexo 9 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 20% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH

ANALYTICAL LABORATORIES
TESTING & CONSULTING

INFORME DE RESULTADOS
IDR 29049-2020

Fecha: 02 de Octubre del 2020

DATOS DEL CLIENTE	
Nombre	**PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL**
Dirección	Cdla las tejas Mz16 Villa 1
Teléfono	0969168743
Contacto	Sr. Erick Palmiro Yumbo

DATOS DE LA MUESTRA			
Tipo de muestra	Carboximetilcelulosa	Cantidad	Aprox. 500 mL
No. de muestras	1 (n=1)	Lote	**N/A**
Presentación	Frasco de vidrio	Fecha de recepción	30 de Septiembre del 2020
Colecta de muestra	Realizado por el CLIENTE	Fecha colecta de muestra	N/A

CONDICIONES DEL ANALISIS			
Temperatura (°C)	25.1	Humedad (%)	56.9
Fecha de Inicio de Análisis		01 de Octubre del 2020	
Fecha de Finalización del análisis		02 de Octubre del 2020	

RESULTADOS

CODIGO CLIENTE	CODIGO UBA	PARAMETROS	METODO	RESULTADOS	Unidad	Límite de cuantificación
Disolución de Carboximetilcelulosa al 1% CMC2	UBA-29049-1	Viscosidad **(25°C)**	ASTM A 445 **(Tubo capilar)**	**1.98**	CSt	-

Observaciones:

1. Los resultados emitidos en este informe, corresponden únicamente a la(s) muestra(s) recibidas por el laboratorio. No siendo extensivo a cualquier lote.
2. Este reporte no debe ser reproducido parcial o totalmente, excepto con la aprobación escrita por parte del laboratorio.
3. La información relacionada con la toma de muestra fue proporcionada por el cliente. El Laboratorio no se responsabiliza de la veracidad de la información que ha sido proporcionada por el cliente y que puede afectar directamente a la validez de los resultados.

Av. Carlos L. Plaza Dañin, Cdla. La FAE Mz. 20 solar 12 (Frente al primer bloque de la Atarazana)
Conmutador: 04 2288 578 / 04 6017 745 Celular: 09 9273 7500 / 09 8478 0671
Email: nmontoya@uba-lab.com
Guayaquil - Ecuador

www.uba-lab.com

Anexo 10 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 20% de NaOH con celulosa al 5% de NaOH

ANALYTICAL LABORATORIES
TESTING & CONSULTING

INFORME DE RESULTADOS
IDR 29050-2020

Fecha: 02 de Octubre del 2020

DATOS DEL CLIENTE			
Nombre	PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL		
Dirección	Cdla las tejas Mz16 Villa 1		
Teléfono	0969168743		
Contacto	Sr. Erick Palmiro Yumbo		
DATOS DE LA MUESTRA			
Tipo de muestra	Carboximetilcelulosa	Cantidad	Aprox. 500 mL
No. de muestras	1 (n=1)	Lote	N/A
Presentación	Frasco de vidrio	Fecha de recepción	30 de Septiembre del 2020
Colecta de muestra	Realizado por el CLIENTE	Fecha colecta de muestra	N/A

CONDICIONES DEL ANALISIS			
Temperatura (°C)	25.1	Humedad (%)	58.5
Fecha de Inicio de Análisis		01 de Octubre del 2020	
Fecha de Finalización del análisis		02 de Octubre del 2020	

RESULTADOS

CODIGO CLIENTE	CODIGO UBA	PARAMETROS	METODO	RESULTADOS	Unidad	Límite de cuantificación
Disolución de Carboximetilcelulosa al 1% CMC3	UBA-29050-1	Viscosidad (25°C)	ASTM A 445 (Tubo capilar)	**0.98**	CSt	-

Observaciones:

1. Los resultados emitidos en este informe, corresponden únicamente a la(s) muestra(s) recibidas por el laboratorio. No siendo extensivo a cualquier lote.
2. Este reporte no debe ser reproducido parcial o totalmente, excepto con la aprobación escrita por parte del laboratorio.
3. La información relacionada con la toma de muestra fue proporcionada por el cliente. El Laboratorio no se responsabiliza de la veracidad de la información que ha sido proporcionada por el cliente y que puede afectar directamente a la validez de los resultados.

FOR ADM. 04 R01

Página 1 de 1

Av. Carlos L. Plaza Dañin, Cdla. La FAE Mz. 20 solar 12 (Frente al primer bloque de la Atarazana)
Conmutador: 04 2288 578 / 04 6017 745 **Celular:** 09 9273 7500 / 09 8478 0671
Email: nmontoya@uba-lab.com
Guayaquil - Ecuador
www.uba-lab.com

Anexo 11 Resultados de análisis de viscosidad para Carboximetilcelulosa al 25% de NaOH con celulosa al 10% de NaOH

ANALYTICAL LABORATORIES
TESTING & CONSULTING

INFORME DE RESULTADOS
IDR 29051-2020

Fecha: 02 de Octubre del 2020

DATOS DEL CLIENTE	
Nombre	**PALMIRO YUMBO ERICK MIGUEL**
Dirección	Cdla las tejas Mz16 Villa 1
Teléfono	0969168743
Contacto	Sr. Erick Palmiro Yumbo

DATOS DE LA MUESTRA			
Tipo de muestra	Carboximetilcelulosa	Cantidad	Aprox. 500 mL
No. de muestras	1 (n=1)	Lote	**N/A**
Presentación	Frasco de vidrio	Fecha de recepción	30 de Septiembre del 2020
Colecta de muestra	Realizado por el CLIENTE	Fecha colecta de muestra	N/A

CONDICIONES DEL ANALISIS			
Temperatura (°C)	25.1	Humedad (%)	55.9
Fecha de Inicio de Análisis		01 de Octubre del 2020	
Fecha de Finalización del análisis		02 de Octubre del 2020	

RESULTADOS

CODIGO CLIENTE	CODIGO UBA	PARAMETROS	METODO	RESULTADOS	Unidad	Límite de cuantificación
Disolución de Carboximetilcelulosa al 1% CMC4	UBA-29051-1	Viscosidad **(25°C)**	ASTM A 445 **(Tubo capilar)**	**2.39**	CSt	-

Observaciones:

1. Los resultados emitidos en este informe, corresponden únicamente a la(s) muestra(s) recibidas por el laboratorio. No siendo extensivo a cualquier lote.
2. Este reporte no debe ser reproducido parcial o totalmente, excepto con la aprobación escrita por parte del laboratorio.
3. La información relacionada con la toma de muestra fue proporcionada por el cliente. El Laboratorio no se responsabiliza de la veracidad de la información que ha sido proporcionada por el cliente y que puede afectar directamente a la validez de los resultados.

FOR ADM. 04 R01

Página 1 de 1

Av. Carlos L. Plaza Dañin, Cdla. La FAE Mz. 20 solar 12 (Frente al primer bloque de la Atarazana)
Conmutador: 04 2288 578 / 04 6017 745 Celular: 09 9273 7500 / 09 8478 0671
Email: nmontoya@uba-lab.com
Guayaquil - Ecuador
www.uba-lab.com

Designation: D 1439 – 03

Standard Test Methods for Sodium Carboxymethylcellulose[1]

This standard is issued under the fixed designation D 1439; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 These test methods cover the testing of sodium carboxymethylcellulose.

1.2 The test procedures appear in the following order:

	Sections
Moisture	4-9
Degree of Etherification:	
Test Method A—Acid Wash	10-17
Test Method B—Nonaqueous Titration	10, 11, 18-23
Viscosity	24-30
Purity	31-38
Sodium Glycolate	39-47
Sodium Chloride	48-55
Density	56-62

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific hazard statements, see 15.1 and 20.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:* [2]

D 1347 Test Methods for Methylcellulose[3]

E 1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

3. Purity of Reagents

3.1 Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society[4], where such specifications are available. Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

3.2 Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean distilled water.

MOISTURE

4. Scope

4.1 This test method covers the determination of the volatile content of sodium carboxymethylcellulose.

4.2 The results of this test are used for calculating the total solids in the sample; and, by common usage, all materials volatile at this test temperature are designated as moisture.

5. Significance and Use

5.1 Moisture analysis (along with purity) is used to calculate the amount of active polymer in the material and must be considered when determining the amount of sodium carboxymethylcellulose to use in various formulations.

6. Apparatus

6.1 *Oven*—Gravity convection oven, capable of maintaining a temperature of 105 ± 3°C.

6.2 *Weighing Bottles*, low-form, 50-mm inside diameter by 30-mm height, or equivalent.

6.3 *Analytical Balance*.

7. Procedure

7.1 Weigh 3 to 5 g of the sample to the nearest 0.001 g in a tared and covered weighing bottle.

7.2 Place the bottle in an oven at 105°C for 2 h with the cover removed. Cool the bottle in a desiccator, replace the cover, and weigh.

[1] These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and are the direct responsibility of Subcommittee D01.36 on Cellulose and Cellulose Derivatives.

Current edition approved Dec. 1, 2003. Published January 2004. Originally approved in 1956. Last previous edition approved in 1997 as D 1439 – 97.

[2] For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

[3] Withdrawn.

[4] *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.

7.3 Replace the sample in the oven for 30 min, cool, and reweigh.

7.4 Continue this procedure to a mass loss of not more than 5 mg for 30 min drying time.

8. Calculation

8.1 Calculate the percent moisture, *M*, as follows:

$$M = (A/B) \times 100 \quad (1)$$

where:

A = mass loss on heating, g, and
B = sample used, g.

9. Precision and Bias

9.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory reproducibility test results on samples containing 2 to 10 % moisture indicates a precision of ±0.2 % absolute at the 95 % confidence level.

9.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring moisture because no suitable reference material exists.

DEGREE OF ETHERIFICATION

10. Scope

10.1 These test methods cover the determination of the degree of etherification (D.E.) of sodium carboxymethylcellulose.

10.2 Two test methods are included as follows:

10.2.1 *Test Method A (Acid Wash)*, for crude grades of sodium carboxymethylcellulose with degrees of etherification up to 0.85. Above 0.85 degree of etherification, slightly low results may be obtained.

10.2.2 *Test Method B (Nonaqueous Titration)*, for purified grades of sodium carboxymethylcellulose of all degrees of etherification. It is not applicable to the crude grades.

Test Method A—Acid Wash

11. Summary of Test Method

11.1 The water-soluble sodium carboxymethylcellulose is converted to the insoluble acid form, purified by washing, dried, and then a weighed sample is reconverted to the sodium salt with a measured excess of sodium hydroxide.

12. Significance and Use

12.1 These test methods determine the amount of substituent groups added to the cellulose backbone. The level can greatly affect solution properties, rheology, viscosity, hygroscopicity, salt tolerance, and many other properties of the polymer.

13. Apparatus

13.1 *Stirrer*, air-driven.

13.2 *Buchner Funnel*, 75-mm, fitted with a 70-mm fine-texture, heavy-duty filter paper. A 60-mm medium-porosity, fritted glass funnel may also be used.

13.3 *Drying Oven*, maintained at 105°C.

14. Reagents

14.1 *Diphenylamine Reagent*—Dissolve 0.5 g of diphenylamine in 120 mL of sulfuric acid (H_2SO_4, 9 + 2). The reagent should be essentially water-white. It will give a deep blue coloration with traces of nitrate or other oxidizing agents.

14.2 *Ethyl Alcohol (95 volume %)*—Denatured ethyl alcohol conforming to either Formula 2B, 3A, or 30 of the U. S. Bureau of Internal Revenue.

14.3 *Ethyl Alcohol (80 % by volume)*—Dilute 840 mL of Formula 2B, 3A, or 30 denatured alcohol to 1 L with water.

14.4 *Hydrochloric Acid, Standard* (HCl, 0.3 to 0.5 *N*).

14.5 *Methanol*, anhydrous.

14.6 *Nitric Acid (sp gr 1.42)*—Concentrated nitric acid (HNO_3).

14.7 *Sodium Hydroxide, Standard Solution* (0.3 to 0.5 *N*)—Prepare and standardize a 0.3 to 0.5 *N* solution of sodium hydroxide (NaOH).

14.8 *Sulfuric Acid (9 + 2)*—Carefully mix 9 volumes H_2SO_4 with 2 volumes of water.

15. Procedure

15.1 Weigh approximately 4 g of the sample into a 250-mL beaker and add 75 mL of ethyl alcohol (95 %). Stir the mixture with an air–driven stirrer until a good slurry is obtained. Add 5 mL of HNO_3, while agitating, and continue agitation for 1 to 2 min. Heat the slurry and boil for 5 min. (**Warning**—Exercise care to avoid fire.) Remove the heat and continue agitation for 10 to 15 min.

15.2 Decant the supernatant liquid through the filter and transfer the precipitate to the filter with 50 to 100 mL of ethyl alcohol (95 %). Wash the precipitate with ethyl alcohol (80 %) that has been heated to 60°C, until all of the acid has been removed.

15.3 Test for the removal of acid and salts (ash) by mixing a drop of the acid carboxymethylcellulose slurry from the filter with a drop of diphenylamine reagent on a white spot plate. A blue color indicates the presence of nitrate and the necessity for further washing. If the first drop of reagent does not produce a blue color, further drops should be added until an excess of reagent is known to be present, noting the color after each drop. Four to six washings will usually suffice to give a negative test for nitrate.

15.4 Finally, wash the precipitate with a small amount of anhydrous methanol and draw air through it until the alcohol is completely removed. Transfer the precipitate to a glass or aluminum weighing dish provided with a cover. Heat the uncovered dish on a steam bath until the odor of alcohol can no longer be detected (in order to avoid fires due to methanol fumes in the oven), then dry the dish and contents, uncovered for 3 h at 105°C. Place the cover on the dish and cool to room temperature in a desiccator.

15.5 The sulfate ash content of the sample at this point should be less than 0.5 % when determined on 0.5 g of the sample by the procedure given in the Ash as Sulfate section of Test Methods D 1347. If the ash content is greater than 0.5 %, rewash the sample with ethyl alcohol (80 %). If necessary, repeat the procedure described in 13.1-13.3 to 13.4.

15.6 Weigh, to the nearest 0.01 g, about 1 to 1.5 g of the dried acid carboxymethylcellulose (depending on the normality of the acid and base to be used) into a 500-mL Erlenmeyer flask. Add 100 mL of water and 25.00 mL of 0.3 to 0.5 *N*

NaOH solution, while stirring. Heat the solution to boiling, and boil for 15 to 30 min.

15.7 Titrate the excess NaOH, while the solution is hot, with the 0.3 to 0.5 *N* HCl to a phenolphthalein end point.

16. Calculation

16.1 Calculate the degree of etherification, *G*, as follows:

$$A = (BC - DE)/F \quad (2)$$

$$G = 0.162A/(1 - 0.0584A) \quad (3)$$

where:

A	=	milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
B	=	NaOH solution added, mL,
C	=	normality of the NaOH solution,
D	=	HCl required for titration of the excess NaOH, mL,
E	=	normality of the HCl,
F	=	acid carboxymethylcellulose used, g,
162	=	gram molecular mass of the anhydroglucose unit of cellulose, and
58	=	net increase in molecular mass of anhydroglucose unit for each carboxymethyl group substituted.

17. Precision and Bias

17.1 *Precision*—Statistical analysis of intralaboratory (repeatability) test results indicates a precision of ±0.04 D.E. units at the 95 % confidence level.

17.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring degree of etherification because no suitable reference material exists.

Test Method B—Nonaqueous Titration

18. Summary of Test Methods

18.1 This measurement is based upon a nonaqueous acid-base titration. The sample is refluxed with glacial acetic acid, and the resulting sodium acetate is titrated with a standard solution of perchloric acid in dioxane, to a potentiometric end point. Impurities containing alkaline sodium will also be titrated under these conditions. Sodium chloride does not interfere.

19. Apparatus

19.1 *pH Meter*, equipped with a standard glass electrode and a calomel electrode modified as follows:

19.1.1 Discard the aqueous potassium chloride solution, then rinse and fill with the calomel electrode solution as described in 20.2.

19.1.2 Add a few crystals of potassium chloride and silver chloride or silver oxide to the electrode.

19.2 *Buret*, micro, 10-mL capacity.

20. Reagents

20.1 *Acetic Acid*, glacial.

20.2 *Calomel Electrode Solution*—Add 2 g of potassium chloride (KCl) and 2 g of silver chloride (AgCl) or silver oxide (Ag_2O) to 100 mL of methanol and shake thoroughly to saturate. Use the supernatant liquid.

20.3 *1,4-Dioxane*.

20.4 *Perchloric Acid* (0.1 *N*)—Add 9 mL of concentrated perchloric acid ($HClO_4$, 70 % to 1 L of dioxane, with stirring (**Warning**—The solution of perchloric acid in dioxane should never be heated or allowed to evaporate.). Store in an amber glass bottle. Any slight discoloration that appears on standing may be disregarded.

20.4.1 Standardize the solution as follows: Dry potassium acid phthalate for 2 h at 120°C. Weigh 2.5 g to the nearest 0.0001 g into a 250-mL volumetric flask. Add glacial acetic acid, shake to dissolve, and then make up to volume and mix thoroughly. Pipet 10 mL into a 100-mL beaker and add 50 mL of acetic acid. Place on a magnetic stirrer and insert the electrodes of the pH meter. Add nearly the required amount of $HClO_4$ from a buret, then decrease the increments to 0.05 mL as the end point is approached. Record the millilitres of titrant versus millivolts, and continue the titration a few millilitres beyond the end point. Plot the titration curve and read the volume of titrant at the inflection point. Calculate the normality, *N*, as follows:

$$N = (A \times 10 \times 1000)/(B \times 204.22 \times 250) \quad (4)$$

where:

A	=	potassium acid phthalate used, g,
B	=	$HClO_4$ added, mL,
204.22	=	gram molecular mass of potassium acid phthalate,
10	=	potassium acid phthalate solution added, mL, and
250	=	glacial acetic acid used to dissolve potassium acid phthalate, mL.

20.5 *Potassium Acid Phthalate*, primary standard, National Institute of Standards and Technology Standard Sample No. 84.

21. Procedure

21.1 Weigh 0.2 g of the sample, to the nearest 0.0001 g, into a 250-mL Erlenmeyer flask with ground-glass joint. Add 75 mL of acetic acid, connect to a water-cooled condenser, and reflux gently on a hot plate for 2 h.

21.2 Cool, and transfer the solution to a 250-mL beaker with the aid of 50 mL of acetic acid. Place on the magnetic stirrer and titrate to a potentiometric end point with 0.1 *N* $HClO_4$ in accordance with 20.4.

22. Calculation

22.1 Calculate the degree of etherification, *H*, as follows (Note 1):

$$M = (AN \times 100)/(G \times (100 - B)) \quad (5)$$

$$H = 0.162\,M/(1.000 - (0.080\,M)) \quad (6)$$

where:

M	=	milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
A	=	$HClO_4$ added, mL,
N	=	normality of $HClO_4$,
G	=	sample used, g,
B	=	percent moisture, determined on a separate sample, in accordance with Sections 4-7,

where:
V = volume of distilled water, mL, and
S = mass of sample, g.

27.4 Add the calculated quantity of water to the jar. Position the stirrer in the jar allowing minimum clearance between the stirrer and the bottom of the container.

27.5 Begin stirring and slowly add the sodium carboxymethylcellulose specimen. Adjust the stirring speed to approximately 900 ± 100 r/min and mix for exactly 2 h. Do not allow the stirring speed to exceed 1200 r/min since higher speeds tend to affect viscosity on certain grades of sodium carboxymethylcellulose.

NOTE 2—If the specimen is added too rapidly, agglomeration will occur. This may prevent complete dissolution within the required mixing time.

27.6 Remove the stirrer and transfer the specimen container to the constant-temperature bath for 1 h. Check the specimen temperature with a thermometer at the end of 1 h to ensure that the test temperature has been reached.

27.7 Remove the specimen container from the bath and shake vigorously for 10 s. Measure the viscosity with the Brookfield viscometer, selecting the proper spindle and speed from Table 1. Allow the spindle to rotate for three min before taking the reading.

28. Calculation

28.1 Calculate the viscosity, V, in centipoises as follows:

$$V = \text{reading} \times \text{factor} \quad (9)$$

29. Report

29.1 Report the results as Brookfield viscosity at 25 C, stating the solution concentration and the spindle and speed used.

30. Precision and Bias

30.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory (reproducibility) test results indicates a precision of ± 10 % at the 95 % confidence level.

30.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring viscosity because no suitable reference material exists.

PURITY OF CRUDE SODIUM CARBOXYMETHYLCELLULOSE

31. Scope

31.1 This test method covers the determination of purity or percent of active ingredient in crude sodium carboxymethylcellulose containing no phosphate. The test method has been standardized on materials having a degree of etherification of about 0.85 or less.

31.2 For determination of purity of refined sodium carboxymethylcellulose (purity approximately 98 % or higher), analysis for individual or combined impurities and calculation of purity by difference will give more reliable results.

32. Summary of Test Method

32.1 A 3-g sample is stirred mechanically in a beaker for 15 min with each of two 150-mL portions of ethanol (80 % by volume) at a temperature of 60 to 65°C. The supernatant liquid is decanted through a tared filtering crucible after each treatment. The undissolved matter is transferred quantitatively to the crucible, dried, weighed, and calculated as percent of sodium carboxymethylcellulose. The temperature of the ethanol during the leaching need not be closely controlled, but the concentration of the ethanol must be closely controlled (sp gr within 0.001).

33. Significance and Use

33.1 This test method is intended for use in testing sodium carboxymethylcellulose for applications in which purity is not a critical property. If purity greater than 98 % is required, analysis for individual impurities (sodium chloride and sodium glycolate) is essential.

34. Apparatus

34.1 *Filtering Crucible*, fritted glass, medium-porosity, 50-mL capacity.

34.2 *Mechanical Stirring Motor*, electric or air-driven, with any convenient stirrer of appropriate size.

34.3 *Water Bath*, constant-temperature, maintained at 60 to 65°C.

34.4 *Cover*—A lid to keep a 400-mL beaker substantially covered during mechanical stirring in bath. A flanged lid, preferably of stainless steel, with a slot, wide enough to pass the shaft of the mechanical stirrer, cut from the rim to the center, has been found satisfactory. The center should be cut out somewhat larger than the shaft of the stirrer to permit free rotation of the stirrer. Such a lid serves to weight down the beaker as well as to minimize the evaporation losses during leaching.

35. Reagents

35.1 *Ethanol (95 volume %)*—Undenatured or specially denatured ethanol conforming to Formula 2B (Note 3) of the U. S. Bureau of Internal Revenue.

NOTE 3—Other grades of denatured alcohol, such as Formula 3A, are not satisfactory for this purpose.

35.2 *Ethanol (80 volume %)*—Dilute 840 mL of 95 % ethanol (30.1) to 1 L with water. The specific gravity should be 0.857± 0.001 at 25/25°C. If necessary, add water or ethanol until the specific gravity is within the specified limits.

35.3 *Ethyl Ether*, anhydrous, ethanol-free.

36. Procedure

36.1 Weigh 3 to 5 g of the sample into a tared low-form, 65-mm diameter glass weighing dish fitted with a cover. Dry to constant mass at 105 ± 1°C in either a gravity or a mechanical convection oven. Weigh at the end of an initial 2-h heating period, then continue with 30-min heating periods until the change in mass during a 30-min heating period is not more than 0.10 %. If there is an increase in mass of the sample during one or more drying periods, record the lowest mass observed as the mass for use in the calculation of moisture content. Calculate the loss in mass as the percent of moisture in the sample.

36.2 Weigh 3 ± 0.1 g of the sample, in the "as-received" condition, to the nearest 0.001 g and transfer to a 400-mL beaker.

36.3 Add 150 mL of ethanol (80 %) that has been heated to between 60 and 65°C, and immediately place the beaker in a constant-temperature water bath maintained at 60 to 65°C. The level of the water in the bath should be somewhat higher than the level of the liquid in the beaker. Cover the beaker as completely as possible with a lid that will permit mechanical stirring. Lower a mechanical stirrer almost to the bottom of the beaker, and stir for 10 min at a rate suitable to provide good agitation without spattering material on the walls of the beaker above the liquid level.

36.4 Stop the stirrer. Allow the undissolved matter to settle with the beaker still in the bath, and then decant the hot supernatant liquid as completely as possible through a tared, fritted-glass filtering crucible.

36.5 Add 150 mL of ethanol (80 %), at 60 to 65°C to the beaker and proceed in accordance with 32.3 and 32.4.

36.6 After decanting the supernatant liquid as completely as possible, transfer the insoluble matter to the crucible with the aid of ethanol (80 %) at 60 to 65°C in a wash bottle, being careful to scrape all insoluble matter from the lid, the stirrer, and the beaker. A total of about 250 mL of ethanol (80 %) will normally be required to transfer the insoluble matter to the crucible and to further wash the insoluble matter in the crucible. During the operations prescribed in this paragraph, apply suction only while filtration is in progress. Make every effort to avoid drying-out of the filter cake. If fines appear to pass through the filter, use only gentle suction.

36.7 Wash the residue in the crucible with 50 mL of ethanol (95 %) at room temperature, and finally with several portions of ether at room temperature (Note 4). Without permitting suction to continue longer than necessary, place the crucible in a beaker or weighing bottle on the steam bath until no odor of ether can be detected.

NOTE 4—Thorough washing with ether is necessary to remove ethanol completely from the insoluble matter. If ethanol is not completely removed before oven drying, it may not be completely removed during the oven drying.

36.8 Place the crucible in an oven at 105 ± 1°C for 1 h. Stir the contents of the crucible with a dissecting needle or thin rod (preferably of smooth-surfaced metal) to break up the cake and facilitate complete drying. Again, dry at 105 ± 1°C for 1 h. Place the crucible in a desiccator. Cover it with a flat glass plate, weighing bottle cover, or other suitable cover to minimize absorption of moisture from the atmosphere in the desiccator; and cool to room temperature (at least 30 min). Weigh the uncovered crucible as rapidly as possible.

36.9 Dry the crucible for additional 1-h periods until the change in mass during a 1-h drying period does not exceed 0.003 g. If increases in mass are observed after such additional drying periods, record the lowest mass observed as the mass of the crucible plus dry sodium carboxymethylcellulose.

37. Calculation

37.1 Calculate the percent sodium carboxymethylcellulose, S, on the dry basis as follows:

$$S = (A \times 10\,000)/[B\,(100 - C)] \quad (10)$$

where:

A = mass of dried residue, g,
B = mass of specimen used, g, and
C = moisture in the specimen as received, %.

38. Precision and Bias

38.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory (reproducibility) test results indicate a precision of ± 0.6 % absolute at the 95 % confidence level.

38.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring purity of crude sodium carboxymethylcellulose because no suitable reference material exists.

SODIUM GLYCOLATE

39. Scope

39.1 This test method covers the determination of the sodium glycolate content of purified sodium carboxymethylcellulose containing not more than 2.0 % sodium glycolate.

40. Summary of Test Method

40.1 The sodium carboxymethylcellulose is dissolved in acetic acid (50 %), precipitated with acetone and sodium chloride and the insoluble material filtered off. The filtrate containing the sodium glycolate (as glycolic acid) is treated to remove the acetone and reacted with 2,7-dihydroxy naphthalene. The resulting color is measured at 540 nm with a spectrophotometer calibrated with known solutions.

41. Significance and Use

41.1 This test method (along with moisture and sodium chloride) is used to calculate the amount of active polymer in the material. It must be used when analyzing highly purified (>98 %) grades of sodium carboxymethylcellulose, especially in government-regulated applications (that is, food, pharmaceuticals, cosmetics, etc.).

42. Apparatus

42.1 *Spectrophotometer or Filter Photometer*, suitable for measuring absorbance at 540 nm.

42.2 *Absorption Cells*, for spectrophotometer, 1-cm light path.

42.3 *Aluminum Foil*—Cut to approximately 2-in. (51-mm) squares.

43. Reagents

43.1 *Acetic Acid*, glacial.

43.2 *Acetone*.

43.3 *Dihydroxy Naphthalene Reagent (0.100 g/L)*—Dissolve 0.100 g of 2,7-dihydroxy naphthalene in 1 L of sulfuric acid (H_2SO_4). Before using, allow the solution to stand until the initial yellow color disappears. If the solution is very dark, discard it and prepare a new solution from a different supply of H_2SO_4. This solution is stable for approximately 1 month if stored in a dark bottle.

43.4 *Glycolic Acid, Standard Solution (1 mg glycolic acid/mL)*—Dry several grams of glycolic acid in a desiccator at room temperature overnight. Accurately weigh 0.100 g of the dried material, dissolve in water, and make up to volume in a