

Oxidación de celulosa bacteriana por medio de ácido peracético e hibridación con nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>

Julián Esteban Gómez Lozano  
Trabajo de grado para optar el título de Químico

Marianny Yajaira Combariza Montañez  
Química, Ph. D.  
Director

Maria Andrea Gamboa Suárez  
Química, M. Sc  
Codirector

Universidad Industrial de Santander  
Centro de Estudios e Investigaciones Ambientales (CEIAM)  
Facultad de Ciencias  
Escuela de Química  
Química  
Bucaramanga  
2025

### **Dedicatoria**

A mis padres, Aurora Lozano y David Gómez.

A mis hermanos, Cristian, Blanca Cecilia y Diana María, por ser un apoyo incondicional en todas las etapas de mi vida, por estar siempre ahí para mí, sin importar el momento, la circunstancia o el lugar. Su ejemplo, tanto en lo profesional como en lo personal, ha sido una guía constante. Son tan especiales para mí que estas palabras quedan cortas para expresar lo que merecen. Gracias, hermanos, por su amor y respaldo inquebrantable.

A mi mejor amigo, Sebastián Ramírez (Oni), quien sin pedirlo llegó a mi vida como un hermano más.

Y, por último, a ti, Astrid García. Agradezco profundamente los casi seis años de compañía, fuerza y amor que compartimos. Tu presencia fue un pilar importante para llegar hasta aquí.

Para todos ustedes, esta etapa de mi vida les pertenece tanto como a mí.

### **Agradecimientos**

A la Universidad Industrial de Santander, y a los grupos de investigación GIFTEX y CEIAM, por brindarme sus instalaciones.

Al Parque Tecnológico Guatiguará, por ofrecerme espacios de esparcimiento y crecimiento.

A la profesora Marianny Yajaira Combariza y María Andrea Gamboa, por la dirección de este trabajo y el apoyo recibido.

Agradezco al equipo de trabajo de los laboratorios, a todo el personal profesional y técnico que aporta su grano de arena para que estos proyectos avancen. En especial, a Manuel Fonseca, Amelia Calderón, Laura Rojas y la profesora Yaneth Quintero.

Agradezco de manera especial a Olga Lucía Saavedra Sanabria y a Jesús Oñate, por el tiempo y la colaboración brindados durante la etapa final de este proyecto.

Finalmente, agradezco al equipo del Laboratorio de Rayos X, al grupo Surflab y al CICAT, por los servicios prestados.

## TABLA DE CONTENIDO

<b>TABLA DE CONTENIDO</b> .....	<b>4</b>
<b>Introducción</b> .....	<b>12</b>
<b>1. Planteamiento del problema</b> .....	<b>15</b>
1.2. Hipótesis.....	15
<b>2. Objetivos</b> .....	<b>16</b>
2.1. Objetivo general .....	16
2.2. Objetivos específicos.....	16
<b>3. Marco referencial</b> .....	<b>17</b>
3.1. Celulosa.....	17
3.2. Oxidación celulosa .....	20
3.2.1. Oxidación con ácido peracético.....	24
3.3. Nanopartículas de ZnO y SiO <sub>2</sub> .....	26
3.4. Híbridos de nanopartículas y celulosa oxidada .....	28
<b>4. Antecedentes</b> .....	<b>29</b>
<b>5. Metodología</b> .....	<b>34</b>
5.1. Materiales y Reactivos. ....	34
5.2. Etapa 1. Obtención y caracterización de celulosa bacteriana oxidada .....	35
5.2.1. Síntesis del ácido peracético (APA) .....	35
5.2.2. Obtención de celulosa bacteriana .....	36
5.2.3. Blanqueo de celulosa bacteriana.....	36
5.2.4. Caracterización de celulosa blanqueada .....	36
5.2.4.1. Conductimetría.....	36
5.2.4.2. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) .....	37
5.2.5. Oxidación de celulosa bacteriana con ácido peracético .....	37
5.3. Etapa 2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO <sub>2</sub> ..	38
5.3.1. Obtención de híbridos ZnO/POBN.....	38
5.3.2. Obtención de híbridos SiO <sub>2</sub> /POBN. ....	39
5.3.3. Caracterización de los materiales (NPs de ZnO y SiO <sub>2</sub> ), POBN y de los biocompositos .....	40
5.3.3.1. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) .....	40
5.3.3.2. Difracción de rayos X (DRX).....	41

5.3.3.3. Fluorescencia de rayos X (FRX).....	41
5.3.4.3. Espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) .....	41
5.3.4.4. Absorción de luz de los biocompositos .....	41
5.4. Etapa 3. Obtención de películas a partir de los biocompositos.....	42
5.4.1. Obtención de películas de POBN, ZnO/POBN y SiO <sub>2</sub> /POBN.....	42
5.5. Etapa 4. Propiedades de las películas formadas a partir de los híbridos de POBN. ....	42
5.5.1. Propiedades hidrófilas e hidrofóbicas de la superficie de las películas.....	42
5.5.2. Actividad antibacterial.....	42
<b>6. Resultados y discusión .....</b>	<b>44</b>
6.1. Etapa 1. Obtención y caracterización de celulosa bacteriana oxidada.....	44
6.1.1. Síntesis del ácido peracético (APA) .....	44
6.1.2. Obtención y blanqueo de celulosa bacteriana.....	48
6.1.3. Oxidación de celulosa bacteriana con ácido peracético .....	52
6.2. Etapa 2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO <sub>2</sub> ..	60
6.2.1. Obtención de nanopartículas de ZnO y SiO <sub>2</sub> .....	60
6.2.2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO <sub>2</sub> .....	68
6.3. Etapa 3. Obtención de películas de POBN/ZnO y POBN/SiO <sub>2</sub> .....	71
6.3.1. Caracterización de películas obtenidas de híbridos de POBN con nanopartículas .....	72
6.4. Etapa 4. Propiedades de las películas formadas a partir de los híbridos de POBN. ....	78
6.4.1. Propiedades hidrófilas de la superficie de las películas. ....	78
6.4.2. Actividad antibacterial.....	80
<b>7. Conclusiones.....</b>	<b>82</b>
<b>8. Recomendaciones.....</b>	<b>83</b>
<b>Bibliografía .....</b>	<b>84</b>
<b>Apéndices .....</b>	<b>101</b>

**Lista de Tablas**

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1</b> <i>Potencial de reducción para varios compuestos oxidantes</i> .....	25
<b>Tabla 2</b> <i>Concentración de APA obtenido en este trabajo vs otras fuentes</i> .....	46
<b>Tabla 3</b> <i>Resultados del diseño experimental</i> .....	53
<b>Tabla 4</b> <i>Resultados potencial Z y DLS</i> .....	56
<b>Tabla 5</b> <i>Resultados FRX para SiO<sub>2</sub> extraído del raquis y obtenido por TEOS</i> .....	63
<b>Tabla 6</b> <i>Tamaño de partícula y potencial Z para NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub></i> .....	67
<b>Tabla 7</b> <i>Índice de cristalinidad</i> .....	73
<b>Tabla 8</b> <i>Porcentaje de reducción de células bacterianas viables para E. coli.</i> .....	80
<b>Tabla 9</b> <i>Porcentaje de reducción de células bacterianas viables para S. Aureus.</i> .....	80

## Lista de Figuras

	Pág.
<b>Figura 1</b> Estructura química de la celulosa.....	18
<b>Figura 2</b> Conversión de los polimorfos de celulosa I a celulosa II.....	20
<b>Figura 3</b> <i>Transición de fase entre varios alomorfos cristalinos de celulosa</i> .....	20
<b>Figura 4</b> <i>Representación de algunos tratamientos de modificación superficial</i> .....	22
<b>Figura 5</b> <i>Mecanismo de oxidación mediada por TEMPO</i> .....	23
<b>Figura 6</b> <i>Posibles especies formadas en la oxidación de CB con APA</i> .....	26
<b>Figura 7</b> <i>Cantidad de artículos publicados desde el 2005 al 2025 acerca de celulosa oxidada y nanopartículas, y del 2009 al 2025 acerca de celulosa bacteriana oxidada y nanopartículas</i> ...	30
<b>Figura 8</b> <i>Esquema general de la metodología empleada</i> .....	34
<b>Figura 9</b> Curvas de titulación ácido peracético a diferentes días de uso .....	45
<b>Figura 10</b> <i>Relación de la concentración del APA con el tiempo</i> .....	45
<b>Figura 11</b> <i>Espectro infrarrojo del ácido peracético vs ácido acético.</i> .....	47
<b>Figura 12</b> <i>CB sin blanquear (A) y CB blanqueada por medio de APA (B)</i> .....	49
<b>Figura 13</b> <i>Espectros infrarrojos de CB y CB blanqueada con APA</i> .....	50
<b>Figura 14</b> <i>Curva de conductimetría celulosa blanqueada</i> .....	51
<b>Figura 15</b> <i>Curvas de conductimetría de celulosa bacteriana oxidada</i> .....	54
<b>Figura 16</b> <i>Espectros IR de CB oxidada a diferentes pH</i> .....	59
<b>Figura 17</b> <i>Espectro UV y FT-IR de las NPs de ZnO</i> .....	60
<b>Figura 18</b> <i>Reacción sol-gel como precursor de sílice TEOS</i> .....	61
<b>Figura 19</b> <i>Espectro UV y FT-IR de NPs de SiO<sub>2</sub></i> .....	62
<b>Figura 20</b> <i>Difractograma SiO<sub>2</sub> obtenido de raquis de palma</i> .....	63
<b>Figura 21</b> <i>Espectro de fluorescencia de rayos X para NPs de SiO<sub>2</sub> obtenidas del raquis de palma y por TEOS</i> .....	64
<b>Figura 22</b> <i>Mecanismo de formación híbridos de POBN/ZnO</i> .....	68
<b>Figura 23</b> <i>Espectro IR de híbridos de POBN con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub></i> .....	69
<b>Figura 24</b> <i>Espectro UV-vis de híbridos de POBN con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub></i> .....	71
<b>Figura 25</b> <i>Imagen de una película obtenidas de híbridos de POBN con nanopartículas de ZnO</i> .....	71
<b>Figura 26</b> <i>Espectro DRX de los biocompositos</i> .....	72
<b>Figura 27</b> <i>Espectros XPS de alta resolución para caracterizar las NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub></i> .....	75
<b>Figura 28</b> <i>Ángulo de contacto de las películas</i> .....	78

**Lista de Apéndices**

	<b>pág.</b>
<b>Apéndice A.</b> Determinación concentración del ácido peracético .....	101
<b>Apéndice B.</b> Distribuciones de tamaño obtenidas por análisis DLS.....	101
<b>Apéndice C.</b> Distribuciones de tamaño obtenidas por análisis DLS para NPs de ZnO y SiO <sub>2</sub> .	103
<b>Apéndice D.</b> Espectros de alta resolución XPS.....	104

## Glosario

**APA:** Ácido Peracético

**CB:** Celulosa bacteriana

**NPs:** nanopartículas

**POBN:** Nanofibras de celulosa oxidada por ácido peracético (peracetic acid oxidized bacterial cellulose nanofibers)

**DO:** Grado de Oxidación (Degree oxidation)

**CA:** Ángulo de contacto (Contact angle)

## Resumen

**Título:** Oxidación de Celulosa Bacteriana por Medio de Ácido Peracético e Hibridación con Nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>\*

**Autor:** Julián Esteban Gómez Lozano\*\*

**Palabras Clave:** Celulosa Bacteriana, ácido peracético, oxidación, nanopartículas, raquis de palma, biocompositos, propiedades barrera.

### Descripción:

El aumento de los impactos ambientales negativos de los polímeros sintéticos ha impulsado la búsqueda de materiales provenientes de fuentes renovables y sostenibles que los sustituyan. Este trabajo presenta los resultados de la oxidación de celulosa bacteriana (CB) mediante ácido peracético (APA) y su posterior hibridación con nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>, con el objetivo de obtener películas con propiedades funcionales. La oxidación con APA mostró un grado de oxidación (DO = 0,0657) y contenido de grupos carboxilato ( $\sigma = 0,40$ ) relativamente bajos en comparación con otros agentes oxidantes como TEMPO. No obstante, técnicas como FT-IR y XPS confirmaron la funcionalización de la celulosa al identificar señales asociadas a grupos carboxilato. Además, análisis por DLS revelaron fibrillas con tamaños entre 1013 d.nm y 178 d.nm, y un potencial Z de -52 mV, lo cual indica suspensiones estables, características de celulosa oxidada. Posteriormente, la celulosa oxidada (POBN) se empleó como matriz para incorporar nanopartículas (NPs) de ZnO y SiO<sub>2</sub> mediante dos metodologías: síntesis *in situ* y dispersión. Las técnicas FT-IR, DRX, XPS y UV-Vis confirmaron la incorporación de las NPSs a la matriz celulósica. Las películas obtenidas exhibieron propiedades barrera prometedoras, como aumento en el ángulo de contacto al agua, lo que indica menor hidrofiliidad, y actividad antimicrobiana frente a bacterias Grampositivas y Gramnegativas, esta última particularmente en biocompuestos con NPSs de ZnO dispersas. Este estudio demuestra el potencial de la POBN como matriz híbrida para el desarrollo de materiales funcionales sostenibles con aplicaciones en empaques activos o recubrimientos antimicrobianos.

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de ciencias. Escuela de Química. Química. Directora: Marianny Y Combariza. Química, Ph.D. Codirector: Maria Andrea Gamboa Suárez. M. Sc en química.

**Abstract**

**Title:** Oxidation of Bacterial Cellulose Using Peracetic Acid and Hybridization with ZnO and SiO<sub>2</sub> Nanoparticles \*

**Author(s):** Julián Esteban Gómez Lozano <sup>1</sup>

**Key Words** Bacterial cellulose, peracetic acid, oxidation, nanoparticles, palm rachis, biocomposites, barrier properties.

**Description:**

The increasing negative environmental impact of synthetic polymers has driven the search for materials derived from renewable and sustainable sources to replace them. This work presents the results of the oxidation of bacterial cellulose (BC) using peracetic acid (PAA) and its subsequent hybridization with ZnO and SiO<sub>2</sub> nanoparticles, aiming to obtain films with functional properties. Oxidation with PAA showed a relatively low degree of oxidation (DO = 0.0657) and carboxyl group content ( $\sigma = 0.40$ ) compared to other oxidizing agents such as TEMPO. However, techniques such as FT-IR and XPS confirmed the functionalization of cellulose by identifying signals associated with carboxyl groups. Additionally, DLS analysis revealed fibrils with sizes ranging from 1013 d.nm to 178 d.nm, and a Z-potential of -52 mV, indicating stable suspensions—typical of oxidized cellulose. Subsequently, the oxidized cellulose (POBN) was used as a matrix to incorporate ZnO and SiO<sub>2</sub> nanoparticles (NPs) using two methodologies: *in situ* synthesis and dispersion. FT-IR, XRD, XPS, and UV-Vis techniques confirmed the incorporation of the NPs into the cellulosic matrix. The resulting films exhibited promising barrier properties, such as increased water contact angle, indicating reduced hydrophilicity, and antimicrobial activity against both Gram-positive and Gram-negative bacteria, the latter particularly evident in biocomposites with dispersed ZnO NPs. This study demonstrates the potential of POBN as a hybrid matrix for the development of sustainable functional materials with applications in active packaging or antimicrobial coatings.

---

\* Bachelor Thesis

<sup>1</sup>Faculty of Sciences. School of Chemistry. Director: Marianny Yajaira Combariza Montañez. Ph.D in Chemistry. Co-director: Maria Andrea Gamboa Suárez. M. Sc in Chemistry.

## Introducción

En los últimos años, ha crecido la conciencia ambiental y ecológica, así como el interés por encontrar materiales naturales que sean renovables, biodegradables, no tóxicos, sostenibles y, en términos generales, respetuosos con el medio ambiente. Esto con el propósito de reemplazar y encontrar alternativas a polímeros y materiales a base de petróleo, que generalmente, son fuentes de residuos, contaminantes, subproductos difíciles de tratar, entre otros. En este contexto, los biopolímeros emergen como una alternativa prometedora, ya que provienen de recursos abundantes, naturales y renovables, y cuentan con un gran potencial para diversas aplicaciones (A. Khan et al., 2018; J. Zeng et al., 2021).

La celulosa es el polímero natural más abundante en la tierra, con una producción de  $10^{11}$  a  $10^{12}$  toneladas al año (Suhas et al., 2016). Su estructura consiste en una secuencia de D-glucopiranosas unidas por enlaces glucosídicos  $\beta(1-4)$ , lo que da lugar a una cadena polimérica lineal empaquetada en microfibrillas con regiones altamente ordenadas, lo que implica un alto grado de cristalinidad. Estas microfibrillas pueden aislarse mediante tratamientos mecánicos, mientras que un tratamiento químico permite modificar su superficie (Suhas et al., 2016), confiriéndole mejores propiedades y adaptándola a diversas aplicaciones o funcionalidades específicas. Entre los tratamientos químicos más comunes se encuentran la oxidación, esterificación, amidación, metilación, entre otros (Gurunathan et al., 2015).

La oxidación usando el radical 2,2, 6,6-tetrametildipepiridina-1-oxilo (TEMPO) permite obtener nanofibras y nanocristales de celulosa que pueden usarse para formar películas delgadas con buenas propiedades físicas, mecánicas, ópticas, térmicas y de barrera (Chitbanyong et al., 2020; Kwon et al., 2020). Sin embargo, el método tiene desventajas como el uso de radicales

reactivos y sustancias básicas. En investigaciones previas realizadas por los grupos GIFTEX y CEIAM, se ha demostrado que es posible obtener nanocelulosa mediante un método alternativo de oxidación usando ácido peracético (APA), un reactivo comúnmente empleado en procesos de desinfección. Aunque este enfoque es más amigable con el medio ambiente, hasta la fecha ha mostrado un grado de oxidación (DO) y un nivel de funcionalización inferiores en comparación con la oxidación con TEMPO (Cuevas García, 2021). Ante esta limitación, se plantea como estrategia la incorporación de NPs inorgánicas para mejorar las propiedades de la celulosa oxidada. Un ejemplo destacado es el trabajo Xiaofei Tian y colaboradores, quienes desarrollaron materiales híbridos de celulosa con NPs de ZnO logrando superficies con propiedades de barrera a gases y actividad antimicrobiana (Tian et al., 2017). Este enfoque ha demostrado ser efectivo y no constituye un caso aislado. En la literatura se reportan múltiples investigaciones en las que la incorporación de nanopartículas inorgánicas en matrices celulósicas permite conferir funcionalidades adicionales a los biocompuestos. Entre las propiedades más relevantes se encuentran la fotocatalisis, la absorción y dispersión de radiación UV, el comportamiento retardante de llama, y la mejora en propiedades mecánicas (Ning et al., 2017). Asimismo, se han obtenido híbridos con características superhidrofóbicas, estabilidad térmica mejorada y propiedades ignífugas mediante el uso de nanopartículas de dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>) (Liu et al., 2020; Wang et al., 2022).

Existen varios métodos usados para obtener híbridos de celulosa con nanocompuestos inorgánicos. Los más destacados son la deposición en fase líquida, obtención *in situ* o capa por capa y dispersión o desorción de las partículas por métodos mecánicos (Thomas et al., 2018). Los biocompuestos de celulosa tienen aplicaciones en áreas como la medicina, la construcción, la industria cosmética y la industria de alimentos. En esta última hay gran interés en la producción

de películas con propiedades antimicrobianas y de barrera a gases, además de resistencia mecánica y térmica. Teniendo en cuenta lo anterior, en este trabajo se propone la oxidación de CB por medio de APA y la obtención de películas de biocompositos híbridos que incorporen una matriz de celulosa oxidada que contenga NPs de óxidos inorgánicos como el óxido de zinc y el dióxido de silicio.

## 1. Planteamiento del problema

¿Es posible desarrollar biocompuestos a partir de celulosa bacteriana oxidada con ácido peracético e incorporada con nanopartículas de óxido de zinc (ZnO) y dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>), capaces de formar películas con propiedades antibacterianas y de protección frente a la radiación ultravioleta (UV)?

### 1.2. Hipótesis

Dado que las nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub> son reconocidas por su capacidad para absorber radiación UV e inhibir el crecimiento microbiano, se plantea que es posible formular biocompuestos híbridos a base de celulosa bacteriana oxidada con ácido peracético y óxidos metálicos de Zn y Si, capaces de generar películas con propiedades antibacterianas y de filtro UV.

## 2. Objetivos

### 2.1. Objetivo general

- Obtener un material híbrido de celulosa bacteriana oxidada con nanopartículas de óxido de zinc (ZnO) y dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>) y evaluar sus propiedades antimicrobianas y de protección ultravioleta.

### 2.2. Objetivos específicos

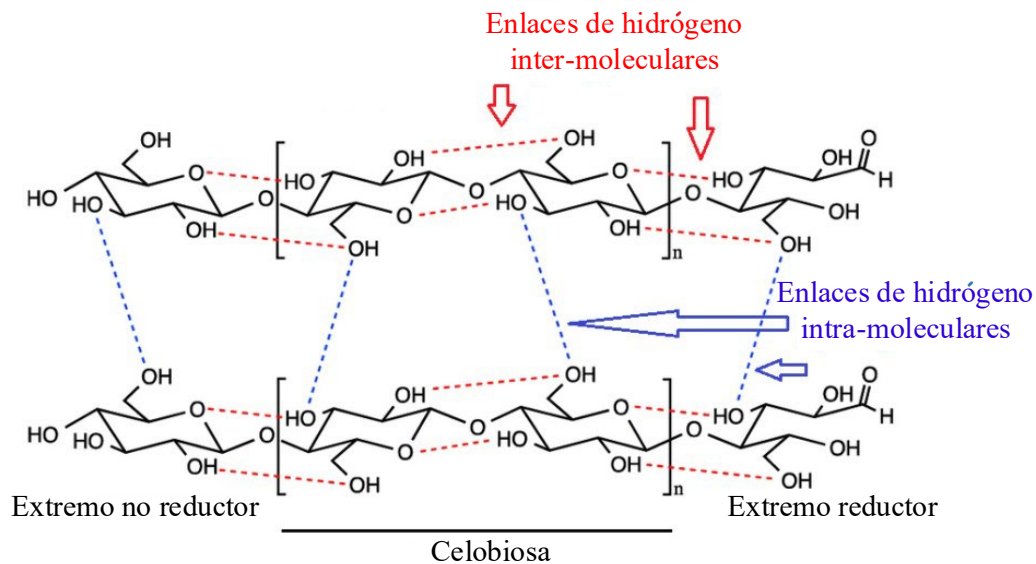
- Obtener y caracterizar celulosa bacteriana oxidada para usarla como matriz de dispersión de nanopartículas de óxido de zinc y dióxido de silicio.
- Obtener películas a partir de los híbridos sintetizados y evaluar sus propiedades antimicrobianas y de protección ultravioleta.

### 3. Marco referencial

#### 3.1. Celulosa

Entre los polímeros naturales renovables, versátiles, biodegradables, la celulosa es la más prometedora. Considerada el biopolímero más abundante en la tierra con una producción de  $10^{11}$ - $10^{12}$  toneladas anuales (Suhas et al., 2016). Existente en paredes celulares de las plantas, animales, hongos y bacterias (Madera, algodón, fibra, *Dictyostelium discoideum*, *Gluconacetobacter xilynus*), de ahí que se considere un recurso inagotable (Emenike et al., 2023; Suhas et al., 2016).

La celulosa se compone de  $\beta$ -D-glucopiranosas unidas por enlaces glucosídicos  $\beta$  (1-4) formando cadenas lineales de moléculas de glucosa, con un extremo reductor y uno no reductor. Ensamblada con enlaces de hidrógeno intra- e inter-moleculares que surgen entre los grupos hidroxilo y oxígenos convenientemente ubicados dentro de la misma molécula (**Figura 1**), permitiendo así formar fibrillas elementales con un alto grado de cristalinidad, lo que a su vez le confiere propiedades físicas, como resistencia y flexibilidad. Además, posee propiedades únicas, como biocompatibilidad, biodegradabilidad, insolubilidad en agua y estabilidad química (Baghaei & Skrifvars, 2020; Suhas et al., 2016; Thomas et al., 2018).

**Figura 1***Estructura química de la celulosa*

*Nota.* Se muestran los enlaces intra- e inter-moleculares. Tomado y adaptado de (Baghaei & Skrifvars, 2020).

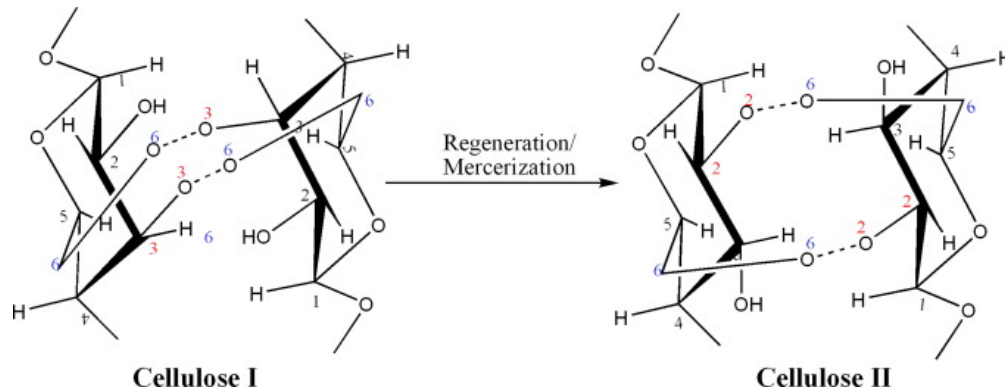
La celulosa generalmente se aísla de numerosos organismos vivos, incluidas plantas, microorganismos y algas. Las paredes vegetales son la principal fuente de celulosa. Por ejemplo, en la fibra de algodón, en el cáñamo seco y en la madera se encuentra aproximadamente 90%, 40% y 60% de celulosa respectivamente (Suhás et al., 2016). No obstante, estas fuentes vegetales contienen lignina, hemicelulosa y algunos minerales, por lo tanto, requieren procesos largos, costosos y contaminantes para obtener celulosa pura (Chitbanyong et al., 2020). Por otro lado, la CB, que se denomina así porque proviene de microorganismos bacterianos, es una alternativa en la producción de celulosa, ya que, en comparación a los métodos tradicionales, este es un proceso más sostenible y ecológico, que genera menos residuos y tiene un menor impacto ambiental. La CB se caracteriza por ser semicristalina, pura, de alta resistencia, moldeable, tener una naturaleza elástica, no tóxica, entre otras propiedades que la hacen atractiva para diversas aplicaciones.

La CB fue descrita por primera vez en 1886 por A.J. Brown, quien reportó su biosíntesis mediante un cultivo de *Gluconacetobacter xylinus* originalmente utilizado para la producción de ácido acético en presencia de glucosa y oxígeno (H. Khan et al., 2020). Aunque su estructura química [(C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>] es idéntica a la de la celulosa vegetal, las diferencias radican en su organización supramolecular, que influye en propiedades como la pureza, la estructura cristalina, el grado de polimerización, la morfología y la cristalinidad (Rosson et al., 2024). Una distinción clave entre ambas reside en la morfología de sus fibras: mientras la pulpa de madera presenta fibras de 10 a 50 μm de ancho y el algodón de 8 a 20 μm, la CB exhibe dimensiones nanométricas, con anchos de 80 a 150 nm y espesores de 3 a 8 nm. Estas nanofibras se organizan en microfibrillas cristalizadas que, a su vez, forman aglomerados, dando lugar a la estructura tridimensional característica de este biopolímero (Rosson et al., 2024). En dicha estructura, las regiones altamente ordenadas se empaquetan en cristalitos, estabilizados por una red compleja de puentes de hidrógeno. Este arreglo molecular puede adoptar diversas formas cristalinas, lo que determina sus propiedades fisicoquímicas únicas.

Entre las diversas formas cristalinas que existen de la celulosa (I, II, III<sub>I</sub>, III<sub>II</sub>, IV<sub>I</sub>, IV<sub>II</sub>), la CB es tipo I con el alomorfo I $\alpha$  (Celda unitaria triclinica), producto de los enlaces de hidrógeno e interacciones de van der Waals que contribuyen significativamente a la rigidez y la estructura específica de la celulosa (Seddiqi et al., 2021). Esta puede ser transformada en celulosa monoclinica II (**Figura 2**) por diversos tratamientos, como lo son: la regeneración, disolución -recristalización, mercerización, entre otros; siendo esta la estructura más estable. Por otro lado, la celulosa III se puede obtener a partir de celulosa I y II; y por medio de tratamientos térmicos se puede obtener celulosa IV (**Figura 3**) (Azman Mohammad Taib et al., 2022).

**Figura 2**

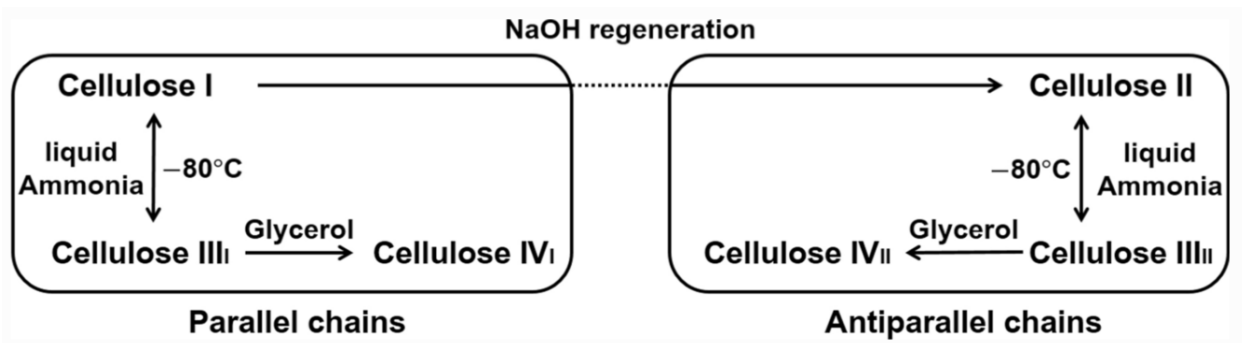
*Conversión de los polimorfos de celulosa I a celulosa II*



*Nota.* Tomado y adaptado de (Zuber et al., 2012).

**Figura 3**

*Transición de fase entre varios alomorfos cristalinos de celulosa*



*Nota.* Tomado y adaptado de (Seddiqi et al., 2021).

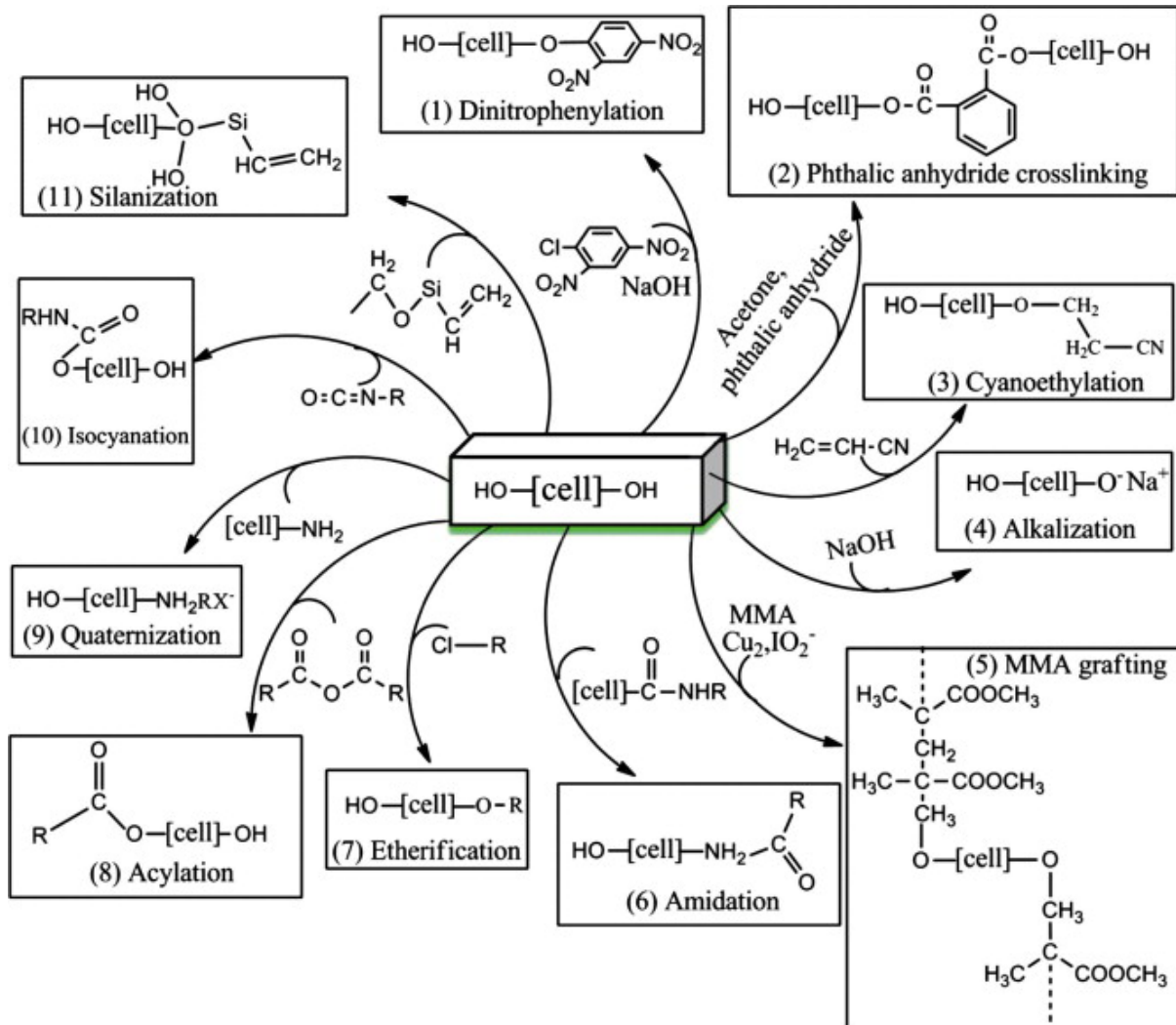
### 3.2. Oxidación celulosa

Existen diversos tratamientos mediante los cuales es posible modificar la celulosa (**Figura 4**). El propósito principal de estas modificaciones es cambiar su estructura superficial con el objetivo de producir materiales funcionales que posean mejores propiedades físicas, químicas y térmicas. Este proceso se basa en la reactividad y los ataques a los grupos hidroxilo ubicados en las posiciones C2, C3 y C6.

La CB, es clasificada como nanocelulosa, dado que en su biosíntesis se condensa en nanofibrillas con micrómetros de longitud y 20 nm – 100 nm de diámetro (Azman Mohammad Taib et al., 2022). Esta clase de celulosa se estima que posee una mayor flexibilidad, y mejor cristalinidad que las otras clases de celulosa; por ejemplo, CNF (Nanofibras de celulosa), CNC (Nanocristales de celulosa), MCC (Celulosa microcristalina), MFC (Microfibras de celulosa). Aun así, se necesita mejorar algunas propiedades para posibilitar su explotación a gran escala. Por esta razón, se exploran diversos tratamientos de modificación superficial. La oxidación es un método que trata de conseguir que la celulosa adquiera grupos funcionales que permitan nuevas propiedades o aplicaciones, y que a su vez mantenga las propiedades inherentes de la nanocelulosa (Azman Mohammad Taib et al., 2022). Su aplicabilidad se abre a una amplia gama de áreas, como lo son: industriales, alimenticias, cosméticas, electrónicas, biomédicas, ciencia de los materiales, entre otros. Algunos ejemplos más específicos son materiales de envasado de alimentos (biopelículas, bioempaques), materiales biomédicos, textiles, mascarar faciales y en general productos de envasado (Azman Mohammad Taib et al., 2022).

**Figura 4**

*Representación de algunos tratamientos de modificación superficial*



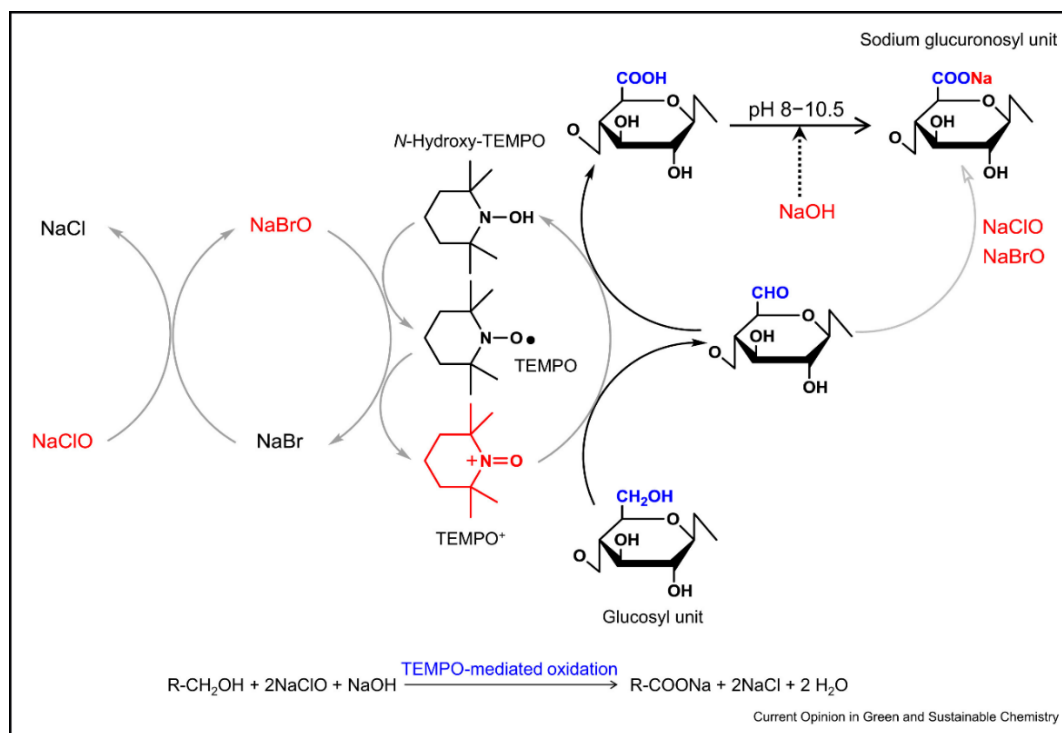
*Nota. Tomado y adaptado de (Gurunathan et al., 2015).*

Los procesos de oxidación por lo general buscan introducir grupos carbonilo y carboxilo transformando los grupos hidroxilo de la celulosa, previamente mencionados. Existen diversos agentes oxidantes como lo son: Ozono, hipoclorito, peróxidos, perácidos, persulfatos, peryodatos, compuestos con nitrógeno (nitrogenados), entre otros (Jaschinski et al., 2000). Quizás el método de oxidación en el cual la comunidad científica más se ha enfocado es la oxidación mediada por TEMPO, que se caracteriza en transformar regioselectivamente el grupo hidroxilo primario

ubicado en el C6 en grupos carboxilato y aldehído (Emenike et al., 2023). Este proceso se lleva a cabo usando el radical TEMPO en medio acuoso alcalino con hipoclorito de sodio y bromuro de sodio. El hipoclorito de sodio actúa como oxidante primario, mientras que el bromuro de sodio actúa como co-oxidante. Simultáneamente, se consume NaOH para mantener el medio de la reacción en pH 10 (Chitbanyong et al., 2020; Isogai et al., 2011; Ning et al., 2017). No obstante, esta metodología presenta varios inconvenientes como altos costos de operación, una metodología tediosa, uso de sustancias tóxicas y carcinógenas, una metodología dispendiosa, subproductos difíciles de tratar y por ende más perjudicial con el medio ambiente (Coseri, 2017; Wen et al., 2019).

### Figura 5

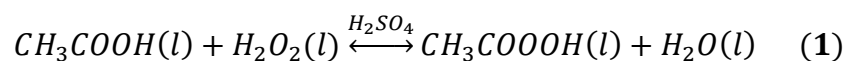
#### Mecanismo de oxidación mediada por TEMPO



Nota. Tomado y adaptado de (Isogai & Bergström, 2018).

### 3.2.1. Oxidación con ácido peracético

Idealmente, para la modificación superficial de la celulosa, se buscan procesos que sean económicos, sencillos, y respetuosos con el medio ambiente. Con estos parámetros, el uso de APA como agente oxidante puede ser una alternativa (Pascoli et al., 2022). Este reactivo es una solución en equilibrio compuesta de peróxido de hidrógeno, ácido acético y APA (**Ecuación 1**); donde dicha solución tiene un potencial de reducción de 1.96 V, superior a otros agentes oxidantes (Luukkonen, 2016) (**Tabla 1**), lo cual lo hace muy reactivo. Por otro lado, se considera que es un reactivo verde, ya que sus subproductos son sustancias no tóxicas, además, su fabricación no genera productos nocivos. Los productos de descomposición son ácido acético, peróxido de hidrógeno, oxígeno y agua. Además, la agencia europea de los productos químicos, reveló que la sustancia no persiste como contaminante debido a su reactividad y rápida degradación, es decir, no permanecen residuos remanentes en el medio ambiente ni en fuentes de alimentos (Kampf, 2018). Estas propiedades han hecho que se use como agente deslignificante, blanqueador, desinfectante y en otros casos como agente oxidante suave o avanzado para la desinfección de aguas degradando micro contaminantes (Kampf, 2018; Pascoli et al., 2022; Zhang & Huang, 2020).



**Tabla 1***Potencial de reducción para varios compuestos oxidantes*

Compuesto	E° [V]
Radical hidroxilo ( $\cdot\text{OH}$ )	2,80
Ozono ( $\text{O}_3$ )	2,01
Ácido peracético ( $\text{CH}_3\text{COOOH}$ )	1,96
Peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) pH bajo	1,78
Permanganato ( $\text{MnO}_4^-$ )	1,70
Hipoclorito ( $\text{HOCl}$ )	1,49
Dióxido de cloro ( $\text{ClO}_2$ )	1,27

*Nota.* Tomado y adaptado de (Luukkonen, 2016).

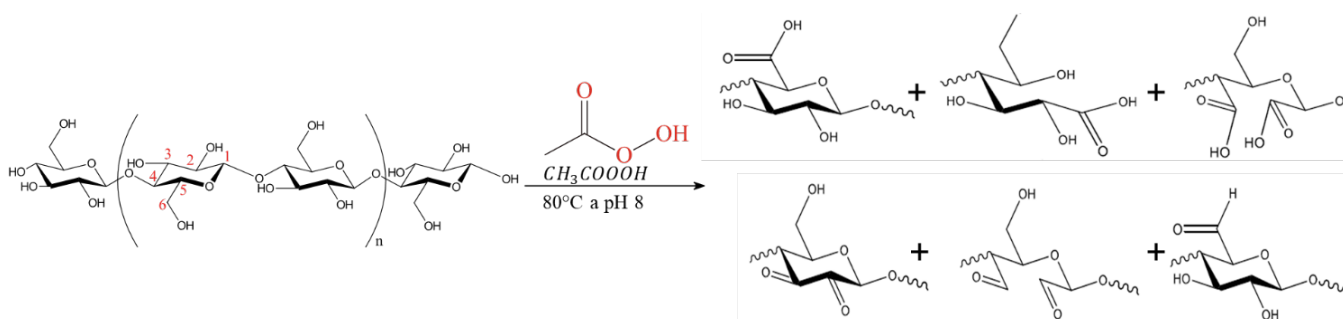
En general, el APA es reconocido por su alto potencial de oxidación y su capacidad para reaccionar selectivamente con la lignina. Además, se ha documentado que este compuesto puede oxidar los extremos reductores de los carbohidratos, generando cargas superficiales negativas que promueven su dispersión en soluciones acuosas (Pascoli et al., 2022). En este sentido, el APA ha demostrado ser efectivo como agente de pretratamiento para oxidaciones leves en biomasa. Sin embargo, su uso como oxidante principal no ha sido explorado en profundidad, particularmente en sistemas como la CB, donde los mecanismos de oxidación específicos aún no están completamente elucidados. Se sugiere que la reacción del APA con macromoléculas como carbohidratos, aminoácidos y otros compuestos orgánicos ocurre mediante vías radicalarias. Entre las especies reactivas más relevantes se encuentran los radicales hidroxilo ( $\cdot\text{OH}$ ) y acetiloxilo ( $\cdot\text{OCOCH}_3$ ), los cuales pueden derivar en la formación de radicales metilo ( $\cdot\text{CH}_3$ ). Estos últimos reaccionan rápidamente con oxígeno molecular, generando radicales metilperoxilo ( $\cdot\text{CH}_3\text{OO}$ ), que a su vez favorecen la formación de radicales secundarios (Zhang & Huang, 2020). Esta cascada de

reacciones hace que el mecanismo de oxidación de la celulosa por APA sea complejo y, en cierta medida, controversial.

No obstante, se ha establecido que estos radicales atacan principalmente los extremos reductores de la celulosa, así como los grupos hidroxilo en las posiciones C2, C3 y C6 de sus unidades glucosídicas. Como resultado, se promueve la formación de grupos funcionales como carboxilatos, aldehídos y cetonas, los cuales modifican las propiedades fisicoquímicas del biopolímero (**Figura 6**).

**Figura 6**

*Posibles especies formadas en la oxidación de CB con APA*



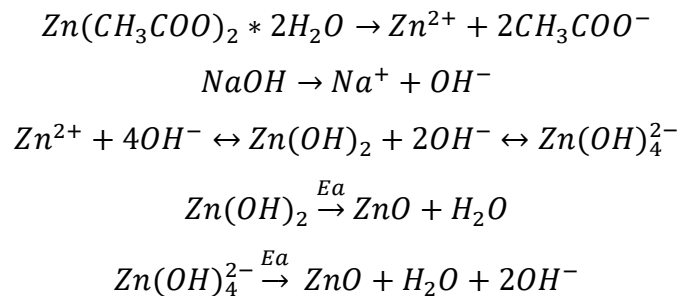
*Nota.* Tomado y adaptado de (Sandoval Miranda, 2021).

### 3.3. Nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>

Las NPs son un aglomerado de átomos o moléculas que alcanzan tamaños de 1 a 100 nanómetros, por eso su definición de nano. La nanotecnología ha despertado un interés creciente debido a sus prometedoras propiedades, que incluyen las mecánicas, ópticas, magnéticas, térmicas, biológicas y químicas (Pulit-Prociak et al., 2019). El desarrollo de nanoestructuras de óxidos inorgánicos como la plata, cobre, zinc, oro, silicio, titanio, entre otros, se ha usado para conferir diferentes propiedades y funcionalidades (Farooq et al., 2020; Mun et al., 2017). Para la industria

de alimentos, el interés se enfoca en las NPs de ZnO, dado que es un material multifuncional debido a sus características químicas, antibacterianas, ópticas, eléctricas, magnéticas, térmicas y catalíticas. Por ejemplo, se han encontrado aplicaciones de envasado, cosmética y dispositivos médicos por su amplio espectro antimicrobiano para diferentes microorganismos. Así mismo, tiene propiedades favorables como la no toxicidad para las células humanas, biocompatibilidad, apariencia blanca, costos de producción bajos y amigable con el medio ambiente. Además, está catalogado por la administración de drogas y alimentos de los estados unidos (FDA) como material generalmente reconocido seguro (Ghosh et al., 2022; Mohammadkazemi et al., 2019; Pulit-Prociak et al., 2019; Wasim et al., 2021). En la literatura científica se han descrito varias formas de obtener NPs, como lo son, métodos hidrotérmicos, método de precipitación simple, método sol-gel, método de descomposición térmica, método de combustión asistida por microondas, y entre otros estudios, se preparan NPs por medio de ultrasonido (Kumar et al., 2013).

Las principales reacciones químicas de este proceso se pueden describir de esta manera:



*Nota.* Tomado y adaptado de (Ovalle-Serrano et al., 2015).

En otro aspecto, las NPs de SiO<sub>2</sub> también son ampliamente estudiadas, llegando a una producción anual de 2.4 millones de toneladas anuales (C. Zeng et al., 2017). Sus aplicaciones varían en la cosmética, en la imprenta, materiales de construcción y aplicaciones biomédicas (C.

Zeng et al., 2017). No obstante, existe un particular interés en las propiedades de hidrofobicidad y retardante de llama que han mostrado en algunas investigaciones. Obtener estas propiedades contribuye a conseguir aplicaciones en resistencia térmica, autolimpieza, antihielo entre otras (Liu et al., 2020; Wang et al., 2022).

### **3.4. Híbridos de nanopartículas y celulosa oxidada**

La idea de hibridar la celulosa oxidada es conferirle las propiedades que tienen las NPs. Estos materiales híbridos, también conocidos como bionanocompositos, pueden tener funcionalidad térmica, mecánica, óptica, y eléctrica. Estos materiales actúan también como barreras frente a gases como el vapor de agua y oxígeno, o a la radiación UV y los microorganismos. Se puede considerar estudiar una amplia gama de propiedades dependiendo de las características del componente inorgánico, que en muchos casos aporta también refuerzo y estructuración (Chaurasia et al., 2010; Liu et al., 2020; Madivoli et al., 2022; Ning et al., 2017; Thomas et al., 2018; Tian et al., 2017).

En la literatura se encuentran varios enfoques para la síntesis y obtención de materiales híbridos. Se ha visto que las propiedades intrínsecas de las NPs están influenciadas por los métodos y condiciones de síntesis (Oun et al., 2020). Por ejemplo, en la obtención de NPs de ZnO al usar diferentes métodos de síntesis se obtuvieron formas esféricas, de varilla o microfloreas, a partir de las cuales al estudiar sus efectos antimicrobianos se vio una fuerte influencia (Talebian et al., 2013). Teniendo varios factores en consideración, como pueden ser los altos costos en una metodología, el uso de reactivos fuertes y peligrosos, e inclusive los retos que se presentan para una buena incorporación o integración de las NPs a la matriz de celulosa, se han identificado cuatro metodologías o enfoques recurrentes (Oun et al., 2020).

- Mezcla simple de nanocelulosa y NPs

- Síntesis de NPs utilizando agentes reductores o alcalinizantes
- Síntesis de NPs mediante modificación de la superficie de nanocelulosa
- Síntesis de NPs utilizando solo materiales de celulosa sin agentes reductores externos

Básicamente, el primer enfoque consiste en sumergir en un recipiente el compuesto celulósico en una suspensión previamente preparada de NPs. El segundo enfoque es un método que se usa ampliamente en muchas investigaciones. Este método utiliza un precursor de iones inorgánicos y un agente reductor o uno alcalinizante en presencia del material celulósico, donde la idea es que se formen las NPs inorgánicas y queden acopladas en el material. El tercer enfoque consiste en tratar superficialmente el material celulósico para que se les integren grupos funcionales capaces de reducir y estabilizar el precursor metálico. Por último, el cuarto enfoque, similar al tercero, con la diferencia de que la celulosa no recibe modificación previa (Oun et al., 2020).

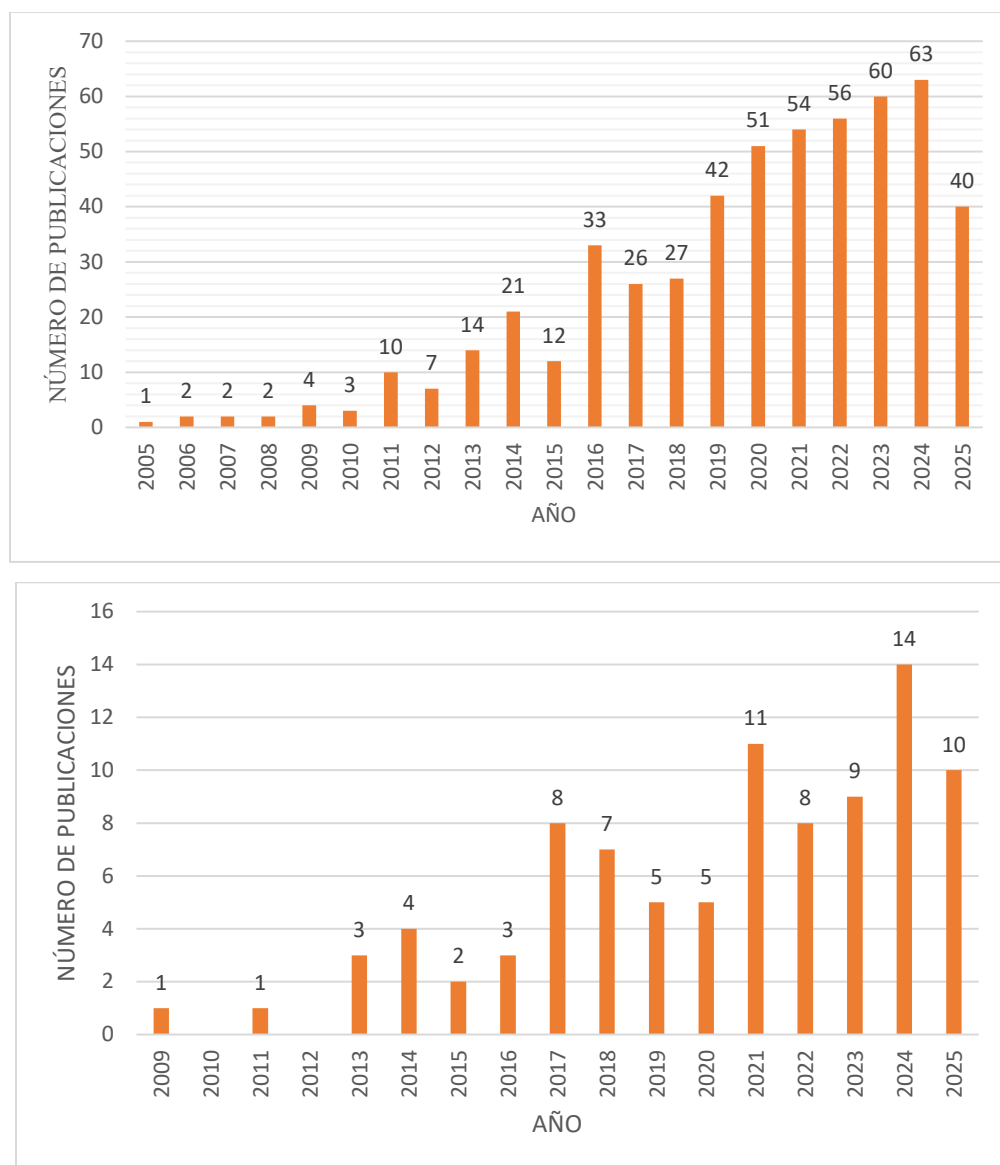
#### 4. Antecedentes

Con el propósito de evaluar la cantidad de artículos científicos que se publican acerca del tema de investigación (Oxidación de celulosa bacteriana por medio de ácido peracético y obtención de híbridos con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>), se usó la base de datos Scopus (Elsevier) con una ecuación de búsqueda TITTLE-ABS-KEY (Cellulose AND Oxidized AND Nanoparticles) que se comparó con (Cellulose AND Bacterial AND Oxidized AND Nanoparticles) (**Figura 7**), donde se pudo determinar que efectivamente a lo largo de los años las investigaciones al respecto del tema toman más relevancia, pero se basan más en celulosa vegetal que bacteriana. Por otra parte, para complementar, no se encuentran artículos relacionados donde el reactivo oxidante en celulosa sea el APA, y aunque sí se encuentran diversos artículos donde se hacen injertos, híbridos o combinaciones de celulosa o celulosa funcionalizada con NPs de toda índole, no se observa que

las NPs de SiO<sub>2</sub> tengan tanta relevancia como otras. Por las anteriores razones, se puede decir que la oxidación de CB por medio de APA e hibridación con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub> es un tema poco estudiado, novedoso y de gran interés científico.

### Figura 7

*Cantidad de artículos publicados desde el 2005 al 2025 acerca de celulosa oxidada y nanopartículas, y del 2009 al 2025 acerca de celulosa bacteriana oxidada y nanopartículas*



*Nota.* Fecha de búsqueda 14 de julio del 2025. Fuente Scopus (Elseiver).

Los grupos de investigación GIFTEX-CEIAM han enfocado sus intereses científicos en el desarrollo de metodologías eficientes para la producción de biocompositos funcionales mediante la modificación superficial de fibras celulósicas complejas. Donde destacan trabajos realizados por Gómez et al. (2017). En su investigación se interesaron por amidar nanofibras de celulosa oxidada mediante TEMPO, aplicando una metodología de oxidación similar a la usada por Saito & Isogai (2004). Como resultado consiguieron un DO de 1,25 mmol COOH/g valor similar al encontrado por otros autores (Levanič et al., 2020).

Otras investigaciones lograron desarrollar películas ópticamente transparentes, de alto rendimiento, mecánicamente resistentes, térmicamente estables y con un alto índice de barrera a gases. Tal es el caso de Kwon et al. (2020), donde usaron un método de filtración asistida por vacío para formar una película de tres capas: La primera y tercera de CNC y la intermedia de CNF oxidadas mediante TEMPO. Las caracterizaciones principales las realizaron por medio de análisis termogravimétrico, microscopia electrónica de barrido por emisión de campo (FE-SEM), microscopia electrónica de transmisión de emisión de campo (FE-TEM) y espectrofotometría UV-Vis. Esto les permitió identificar morfologías superficiales y la transmitancia óptica. Para las propiedades mecánicas usaron analizadores de textura y para las propiedades barrera siguieron metodologías estandarizadas para transmisión de vapor de agua (ASTM E96), obteniendo como resultados principales películas ópticamente transparentes, las cuales poseen una tasa de transmisión de vapor de agua (WVTR) de  $19 \text{ g} \cdot \text{mm}/\text{m}^2 \cdot \text{día}$  y una resistencia a la tracción de 114 MPa. Considerando que se buscan otros agentes oxidantes diferentes de TEMPO, los grupos de investigación GIFTEX y CEIAM han realizado estudios para evaluar alternativas de oxidación. Por ejemplo, en trabajos como los de Angélica Sandoval (2021) y Gladys Cuevas (2021) se llevaron a cabo metodologías similares para oxidar CB por medio de APA. En sus investigaciones

observaron un contenido de grupos carboxilato de 0,88 mmol/g COOH y 0,21 mmol/g COOH, respectivamente; es relevante destacar que este resultado demostró que ocurrió una oxidación superficial. Además, en ciertas condiciones se logra superar el valor mínimo de 0,8 mmol/g COOH para funcionalizarla. Estas variaciones de grupos carboxilato reportadas han llevado a estudiar más a fondo cómo usar el APA como agente oxidante. Para mejorar las propiedades de la celulosa luego de una posterior oxidación se propuso hibridar con NPs inorgánicas como lo son ZnO y SiO<sub>2</sub>. En investigaciones previas se ha abordado este tema. Por ejemplo, el trabajo realizado por Ovalle-Serrano et al. (2015) quienes sintetizaron con éxito NPs de ZnO en fibras de fique mediante métodos térmicos y sonoquímicos. Es relevante señalar que lo hicieron por un método de deposición de NPs de ZnO a fique, donde las NPs fueron sintetizadas usando como precursor de zinc, sulfato de zinc (ZnSO<sub>4</sub>). Asimismo, se facilitó la deposición de las NPs al cationizar la fibra en el grupo hidroxilo del C-6. Este proceso se realizó por medio de un tratamiento ácido/base que agregó grupos CH<sub>2</sub>O<sup>-</sup>Na<sup>+</sup> modificando así la fibra, de modo que actúe como un intercambiador de cationes. Como resultado de esta modificación, se permitió la transición de Zn<sup>2+</sup> de manera eficiente. Este proceso sirve para relacionar el cómo se pueden formar los híbridos de celulosa funcionalizada por medio de oxidación, ya que, en su mayoría, se obtienen grupos carboxilo y carboxilato (COOH, COO<sup>-</sup>); específicamente el grupo sustituyente es COO<sup>-</sup> Na<sup>+</sup> (**Figura 5**). Partiendo de esa idea, el Na<sup>+</sup> sería un buen intercambiador para las NPs inorgánicas. Un ejemplo del uso de celulosa oxidada para estabilizar NPs de ZnO es el estudio realizado por Yan et al. (2017) donde usaron un aislado de proteína de soya hibridado con NPs de ZnO y nanofibras de celulosa oxidada para crear películas multifuncionales. Como resultados principales obtuvieron que las NPs se dispersaron gracias a la celulosa oxidada, además, otras propiedades fueron

mejoradas, destacando las mecánicas, térmicas y antimicrobianas. La resistencia a la tracción aumentó en un 73% y la temperatura máxima de degradación aumentó en 10°C.

Adicionalmente, en el trabajo realizado por Abdalkarim et al. (2018) se evaluaron las propiedades antimicrobianas de los híbridos de celulosa con NPs de ZnO. En este estudio, se empleó un método analítico de matrices de agua simulada para ver el efecto antimicrobiano para bacterias grampositivas y gramnegativas (*S.aureus*, *E.coli*). Básicamente, se compara el efecto antimicrobiano de las nanofibras hibridadas con otro material, como el PHBV (Poli (3-hidroxi-butirato-co-3-hidroxi-valerato)). Para llevar a cabo esta comparación, se introducen las muestras en una solución de cultivo bacteriano y luego se evalúa su crecimiento al pasar por 12 h de incubación. El resultado de este experimento arrojó una inhibición del 100% para ambos tipos de bacteria, atribuido a las NPs de ZnO. Por otro lado, el PHBV no presentó ninguna clase de inhibición. Interesantemente, de esta investigación también se resaltan los experimentos hechos para el rendimiento de la protección UV que pueden presentar los híbridos de celulosa. Esto fue evaluado con un equipo de testeo UV (UV-2000F Textiles UV Factor Tester) según la norma AATCC 183:2000, como resultado, en la región UVA (315 nm - 400 nm) y UVB (280 nm - 315 nm) la radiación UV fue bloqueada casi en su totalidad, 99,72% y 99,95% respectivamente.

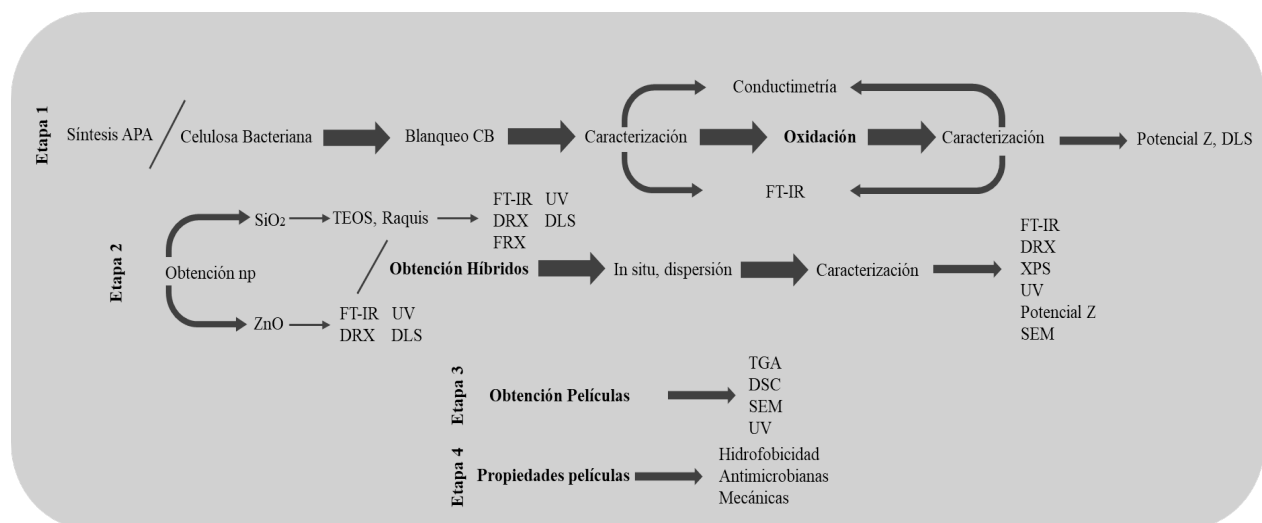
En la fabricación de biocompuestos híbridos con diferentes tipos de NPs, los procedimientos suelen ser generalizables. Por ejemplo, Li et al. (2023) reporta la síntesis de NPs de SiO<sub>2</sub> *in situ*, estabilizando las NPs con celulosa oxidada usando ortosilicato de tetraetilo (TEOS) como precursor de SiO<sub>2</sub>. Al igual que otras investigaciones, en este estudio las caracterizaciones del biocomposito se realizaron con FE-SEM y DRX. Encontrando que al introducir grupos carboxilato por medio de oxidación promovió al crecimiento de NPs de SiO<sub>2</sub>.

## 5. Metodología

La **Figura 8** presenta el esquema general de la metodología empleada en este estudio. El procedimiento experimental se estructuró en cuatro etapas fundamentales: (1) síntesis de APA, obtención y blanqueo de CB; (2) preparación de NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub> y obtención de los híbridos POBN/NPs; (3) fabricación de películas con los biocompuestos; y (4) caracterización de las propiedades de las películas obtenidas.

### Figura 8

*Esquema general de la metodología empleada*



### 5.1. Materiales y Reactivos.

La CB y el raquis de palma empleados fueron suministrados por el GIFTEX. El Ácido acético glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ , 30%), hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ , 37%), ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 97%), acetato de zinc di hidratado ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), etanol ( $\text{EtOH}$ ), ortosilicato de tetraetilo (TEOS), hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ , 32%), fueron adquiridos en Merck (Darmstadt, Alemania).

## 5.2. Etapa 1. Obtención y caracterización de celulosa bacteriana oxidada.

### 5.2.1. Síntesis del ácido peracético (APA)

La síntesis del APA se llevó a cabo siguiendo una adaptación de las condiciones reportadas por Suárez (2009) y Zhao et al. (2008). El procedimiento consistió en sumergir un Erlenmeyer de 250 mL en un beaker de 1000 mL en baño maría, donde se calentaron 61 mL de ácido acético glacial mezclados con 4 mL de ácido sulfúrico concentrado hasta alcanzar una temperatura de 40°C, manteniendo una agitación constante entre 280 y 290 rpm. Una vez estabilizada la temperatura, se agregaron gradualmente 164 mL de peróxido de hidrógeno al 30% bajo agitación continua. La reacción se mantuvo entre 45-50°C durante 3 h para completar la síntesis. Finalizado el tiempo de reacción, el producto se dejó enfriar a temperatura ambiente y se almacenó en un recipiente ámbar en la nevera.

La determinación de la concentración del APA se llevó a cabo mediante una titulación potenciométrica ácido-base, siguiendo metodologías similares a las planteadas por (Dorado Robelto, 2017) y Sode (2014). Para esto, se tomó una alícuota de APA de 1 mL y se diluyó con 40 mL de agua destilada fría en un vaso de precipitado de 100 mL. Posteriormente, se realizó el montaje para la titulación potenciométrica utilizando NaOH 0,5 M como titulante. El procedimiento consistió en adicionar el titulante en incrementos de 0,2 mL, registrando el pH después de cada adición mientras se mantenía una agitación constante durante todo el proceso.

Se hizo uso de programas de procesamiento de datos (ORIGINPRO) para generar el gráfico de la titulación (Volumen vs pH), por medio de la cual se obtuvo la primera y segunda derivada, con el fin de evaluar los volúmenes de los dos puntos de equivalencia que permitieron encontrar la concentración mediante la **Ecuación 2**.

$$\text{Ácido peracético (M)} = \frac{M_{NaOH} \times (V_{NaOH\ pe2} - V_{NaOH\ pe1})}{V_{analito}} \quad (2)$$

Donde  $M_{NaOH}$  es la concentración Molar del NaOH,  $V_{NaOH}$  es la alícuota de NaOH y  $V_{analito}$  es la alícuota de la disolución problema.

### 5.2.2. *Obtención de celulosa bacteriana*

La CB se produce en los grupos de investigación GIFTEX-CEIAM mediante un proceso de fermentación estática, utilizando como fuente de carbono exudado de mucilago de cacao y una cepa bacteriana *Gluconacetobacter xylinus* (Saavedra-Sanabria et al., 2021). Esta CB se recibió esterilizada por calor a 121°C por 15 min.

### 5.2.3. *Blanqueo de celulosa bacteriana*

El procedimiento que se realizó es una adaptación de lo reportado en la literatura (Abdel-Halim & Al-Deyab, 2011; Jiménez et al., 2008) y los experimentos realizados anteriormente en el grupo. Aproximadamente 40 g de películas de CB obtenidas por fermentación estática se sumergieron en un vaso de precipitado de 1 L que contenía 200 mL de una solución de APA al 4%. La mezcla se calentó a 70 °C durante 30 minutos a pH 6, seguido de un periodo adicional de 30 minutos a pH 10. Finalizada la reacción, las películas fueron lavadas con agua destilada caliente hasta eliminar completamente el medio y neutralizar el pH.

### 5.2.4. *Caracterización de celulosa blanqueada*

La CB blanqueada se caracterizó mediante titulación conductimétrica y un análisis por espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR).

#### 5.2.4.1. *Conductimetría*

A una suspensión acuosa de 50 mg (en seco) de CB blanqueada con APA se le agregó HCl 0,01 M hasta pH 2, luego se agitó durante 10 min. La suspensión se tituló con NaOH 0,01 M y con el uso de las ecuaciones (**Ecuación 3**, **Ecuación 4**) se calculó el grado de oxidación (DO) y la

densidad de carga superficial o contenido de grupo carboxilo ( $\sigma$ ) correlacionando los volúmenes de NaOH usados para la titulación (Ovalle-Serrano et al., 2018).

$$DO = \frac{162(V_2 - V_1)c}{[m - 36(V_2 - V_1)c]} \quad (3)$$

$$\sigma = \frac{[c(V_2 - V_1)]}{m} \quad (4)$$

Donde  $c$  es la concentración del NaOH,  $V_1$  y  $V_2$  son la cantidad de NaOH,  $m$  es la masa de la muestra de POBN (en g), 162 es el peso molecular de una unidad de anhidroglucosa (AGU) y 36 a la diferencia de peso entre AGU y ácido glucurónico (198 g/mol).

#### **5.2.4.2. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR)**

Se hizo uso del equipo FTIR-ATR4000 de JASCO en un rango de adquisición de 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ , un detector TGS, resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$  y velocidad de scan de 2mm/seg. se utilizó una muestra de POBN, la cual fue previamente secada durante 48 horas a 50 °C con el fin de obtener un sólido compacto, lo que facilitó su manipulación y permitió un adecuado contacto con el cristal del accesorio ATR.

#### **5.2.5. Oxidación de celulosa bacteriana con ácido peracético**

El procedimiento que se realizó es una adaptación de lo reportado en la literatura (Abdel-Halim & Al-Deyab, 2011; Shafie et al., 2009) y los experimentos realizados anteriormente en el grupo. Se prepararon suspensiones de CB al 0,5% p/v, luego se agregó APA hasta concentración del 12%. Posteriormente, se realizó un diseño experimental donde se usó como variable el pH de la reacción con el fin de encontrar la condición más favorable para llevar a cabo la oxidación. Estos experimentos se realizaron a una temperatura de 80°C, tiempo de reacción de 3h y se mantuvo a un pH establecido entre 4, 6 y 8, esto con ayuda de una solución de NaOH 1 M. Una vez terminada la reacción se removió el medio realizando lavados con agua destilada y centrifugando a 7000 rpm por 10 min. Para finalizar, se prepararon dispersiones de POBN al 0,5% p/v que se desintegraron

mecánicamente por ultrasonido durante 20 min con pulsos 1:1 y un ciclo de trabajo al 50%. Lo anterior para obtener nanofibras dispersas de CB oxidada (POBN).

### **5.3. Etapa 2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>.**

#### **5.3.1. Obtención de híbridos POBN/ZnO.**

Para la obtención de híbridos de NPs de ZnO y POBN se realizaron dos procedimientos. El primero, consistió en una síntesis *in situ* utilizando acetato de zinc di hidratado ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) como sal precursora de zinc en una suspensión de POBN al 0,5%, de forma tal que la carga de ZnO sea el 2% en peso seco de POBN (Ning et al., 2017). La mezcla se mantuvo bajo agitación constante a 60°C, ajustando inicialmente el pH a 7 con NaOH durante 30 min. Posteriormente, se elevó el pH a 8,5 con NaOH y se incrementó la temperatura a 80°C por 30 min adicionales para favorecer la formación de NPs (Guan et al., 2019). El crecimiento cristalino se completó mediante ultrasonido (20 min, pulsos 1:1) en un sonicador Vibra-Cell VC (20 kHz, 750 W) (Ovalle-Serrano et al., 2015). Finalmente, el producto se lavó con agua tipo I hasta pH neutro y se resuspendió hasta una concentración al 0,5% para su caracterización y posteriores usos.

El segundo método, por dispersión, consistió en obtener las NPs en suspensión individual, para luego incorporarlas a la suspensión de POBN (Kawano & Imai, 2006; Shi et al., 2014). Se disolvieron 5,60 g de acetato de zinc di hidratado ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en 50 mL de agua tipo I y se llevó a 60°C con agitación constante. Una vez alcanzada la temperatura, se añadió NaOH 0,5M hasta pH 8,5, con el fin de impulsar la precipitación química. Posteriormente, se impulsó la nucleación de cristales de ZnO mediante ultrasonido (20 min, pulsos 1:1) en un sonicador Vibra-Cell VC (20 kHz, 750 W) (Ovalle-Serrano et al., 2015). Para finalizar, el precipitado blanco se centrifugó y lavó repetidamente hasta pH neutro para posteriormente caracterizarlo. Para caracterizar el polvo blanco de NPs de ZnO se hizo uso de FT-IR y UV-vis.

Los híbridos de POBN/ZnO se formaron dispersando una solución previamente preparada de NPs de ZnO al 1% en la matriz de POBN al 0,5%. Tal que la cantidad de NPs de ZnO fuera equivalente al 2% en peso seco de la POBN (Ning et al., 2017).

### **5.3.2. Obtención de híbridos POBN/SiO<sub>2</sub>.**

Para la obtención de híbridos de NPs de SiO<sub>2</sub> y POBN se realizaron dos procedimientos. El primero, por síntesis *in situ*, similar a lo reportado en la literatura (Li et al., 2023; Rahman et al., 2021). Inicialmente, a una suspensión de POBN se le agregó una solución de 3 mL de TEOS (Orto silicato de tetraetilo) previamente disuelto en 50 mL de etanol. Posteriormente, se agitó durante 1h a temperatura ambiente. Al transcurrir este tiempo, se añadió 1 mL de hidróxido de amonio gota a gota. Luego, se mantuvo la agitación constante durante 30 min. Para finalizar, se realizaron lavados con agua destilada y etanol. Se recogió el producto por medio de centrifugación.

El segundo método, por dispersión, consistió en obtener las NPs por separado para luego agregarlas a la matriz de POBN. Las NPs de SiO<sub>2</sub> se obtuvieron por dos metodologías. La primera por extracción de biomasa residual y la segunda por medio de una síntesis a partir de un precursor de silicio. La extracción de biomasa residual se llevó a cabo a partir del raquis de palma, obtenido durante el proceso de extracción del aceite de palma. Este raquis fue suministrado por los grupos GIFTEX-CEIAM y requirió la eliminación de impurezas y humedad mediante lavados y secados. Posteriormente, similar a lo reportado en la literatura con otras fuentes naturales, como la cascara de coco y la cascara de arroz (Seghir et al., 2023; Singh et al., 2022), se obtuvieron cenizas a partir de raquis de palma mediante calcinación a 600°C por 6 h.

Una vez obtenidas las cenizas, se tomaron 15 g, se lavaron con 250 mL de HCl, HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, a una concentración de 1 M por 1 h a 90°C (Hincapié Rojas, 2017). El sólido resultante se

lavó con agua destilada hasta pH neutro y se secó por 3 h a 100°C. El precipitado blanco obtenido se dejó secar en horno eléctrico por 2 días a 50°C.

Para la síntesis de NPs de SiO<sub>2</sub> a partir de (TEOS), se preparó inicialmente una solución de 200 mL que contenía etanol (11,80 M) e hidróxido de amonio (0,3 M). Esta mezcla se calentó bajo agitación constante hasta alcanzar una temperatura de 60 °C. Una vez estabilizada la temperatura, se añadieron 65 mL de TEOS en forma controlada, gota a gota, manteniendo tanto la agitación como la temperatura (60 °C) durante 1 h. Transcurrido este tiempo, se observó la formación de un precipitado blanco, el cual fue separado mediante centrifugación. Posteriormente, el material obtenido se lavó repetidamente con agua tipo I y etanol hasta alcanzar un pH neutro. Finalmente, el sólido blanco se dispersó en agua tipo I mediante ultrasonido y se liofilizó para su posterior uso (Mercado et al., 2022).

Los híbridos de POBN/SiO<sub>2</sub> se formaron dispersando una solución previamente preparada de NPs de SiO<sub>2</sub> al 1% en la matriz de POBN al 0,5%. Tal que la cantidad de NPs de SiO<sub>2</sub> fuera equivalente al 2% en peso seco de la matriz de POBN (Ning et al., 2017).

Para caracterizar los óxidos de sílice obtenidos, se realizaron análisis mediante técnicas como FT-IR, FRX y DRX (Anuar et al., 2018; Ghorbani et al., 2015).

### ***5.3.3. Caracterización de los materiales (NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>), POBN y de los biocompositos***

#### ***5.3.3.1. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR)***

El análisis FT-IR de las muestras de POBN, ZnO NPs, SiO<sub>2</sub> NPs, POBN/ZnO y POBN/SiO<sub>2</sub> se llevó a cabo siguiendo el procedimiento descrito previamente en la sección de metodología **5.2.4.2.**

### **5.3.3.2. Difracción de rayos X (DRX)**

Los análisis de DRX se realizaron utilizando un difractómetro D8 Advance de la marca Bruker, equipado con una fuente de radiación monocromática CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ). Las mediciones se llevaron a cabo en un rango de  $2\theta$  de  $15^\circ$  a  $80^\circ$ , con una velocidad de escaneo de  $2^\circ/\text{min}$ . El generador de rayos X operó con una tensión de 40 kV y una corriente de 30 mA. Se empleó un detector de área VANTEC-500 para el registro de los difractogramas. Las muestras analizadas fueron POBN, SiO<sub>2</sub> extraído del raquis de palma, POBN/ZnO y POBN/SiO<sub>2</sub>.

### **5.3.3.3. Fluorescencia de rayos X (FRX)**

Para determinar la composición elemental de las muestras sintetizadas, se utilizó un espectrómetro de fluorescencia de rayos X (FRX) modelo S2 PICOFOX de la marca Bruker. El análisis se realizó sobre las muestras de SiO<sub>2</sub> sintetizadas a partir de ortosilicato de tetraetilo (TEOS), así como sobre el SiO<sub>2</sub> obtenido a partir del raquis de palma.

### **5.3.4.3. Espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS)**

La composición superficial de los híbridos de POBN fue determinada usando una plataforma de caracterización de superficies XPS/ISS/UPS SPECS (Alemania), con un analizador de energía PHOIBOS 150 2D-DLD y fuente de rayos X Al K $\alpha$  monocromática (FOCUS 500) operada a 100 W.

### **5.3.4.4. Absorción de luz de los biocompositos**

La absorción se caracterizó con un espectrofotómetro UV-Vis de 300 nm a 800 nm de longitud de onda (Wu & Cheng, 2017).

### **5.4. Etapa 3. Obtención de películas a partir de los biocompositos.**

#### ***5.4.1. Obtención de películas de POBN, POBN/ZnO y POBN/SiO<sub>2</sub>.***

Una vez obtenidos los biocompositos, las películas de POBN y de POBN/NPs se prepararon vertiendo una suspensión desgasificada y homogeneizada por ultrasonido (20 min con pulsos 1:1) de cada biocomposito (40g, 0,5%) en cajas Petri. Las muestras se secaron en un horno a 35 °C durante 3 días asegurando una evaporación uniforme del solvente y la formación de películas homogéneas (Valencia et al., 2020).

### **5.5. Etapa 4. Propiedades de las películas formadas a partir de los híbridos de POBN.**

#### ***5.5.1. Propiedades hidrófilas e hidrofóbicas de la superficie de las películas.***

Las propiedades de energía superficial de las películas se determinaron mediante medición del ángulo de contacto. Se depositó una gota de agua desionizada sobre las películas utilizando un dispositivo de medición OCA 15EC (Data Physics, Filderstadt, Alemania) equipado con una jeringa dosificadora, un 6x Lente de zoom y un sistema de video de alta resolución con una precisión de 0°–180° ± 0,1° para medición de ángulos (Gómez et al., 2017; Pal et al., 2018).

#### ***5.5.2. Actividad antibacterial.***

La actividad antimicrobiana de los bicompositos se determinó por medio del método de recuento en placa usando células bacterianas de *E.coli* (bacteria gramnegativa) y *S.aureus* (bacteria grampositiva) (Katepetch et al., 2013; Wu et al., 2023) .

Inicialmente cada bacteria se inoculó por separado en cajas Petri con medio LB (Luria-Bertani) por 24 h a 37°C para reactivarlas. Posteriormente, un asa de cada bacteria se llevó a un tubo de ensayo con 5mL de medio LB a incubar por 24 h a 37°C para adaptarlas al medio de prueba y asegurar una cantidad considerable de medio bacteriano. Estas suspensiones celulares se usaron como cultivos de siembra. Para ello, se prepararon tubos de ensayo con 5mL de medio LB con una concentración celular de  $1.5 \cdot 10^8$  UFC/mL calculado a través de la escala de Macfarland. Los

biocompositos previamente esterilizados se introdujeron a los tubos de ensayo preparados con el medio LB y el cultivo celular. Se incubaron las muestras por 24 h a 37°C, tras la incubación se realizó la metodología para hacer el recuento de unidades formadoras de colonia (recuento en placa) (Katepetch et al., 2013).

Para el recuento en placa, se realizaron 6 diluciones en tubos Eppendorf, cada uno con 900 µL de medio LB y 100 µL de muestra. Los tubos se agitaron en vortex para asegurar la homogeneidad. Una vez listos, se tomaron 10 µL de cada uno de los tubos y se depositaron en una caja Petri con sus respectivas divisiones (6). Previamente, la caja Petri se preparó con 20 mL de agar-LB. Posteriormente, se llevó a incubación por 24 h en un horno a 37°C y transcurridas las 24 h se realizó el conteo de unidades formadoras de colonias (UFC) correspondiente a cada incubación. Se hizo uso de la **Ecuación 5** para calcular el número de unidades formadoras de colonia por mililitro presentes en la muestra.

$$\frac{UFC}{mL} = Col \cdot 10^{|d|+2} \quad (5)$$

Donde UFC son las unidades formadoras de colonia, Col el número de colonias presentes en la disolución d, y d es el número de la disolución que se esté contabilizando. Esta es una metodología aportada por los grupos de investigación GIFTEX-CEIAM.

Luego de observar el crecimiento bacteriano, se calculó la reducción de células bacterianas viables mediante la **Ecuación 6**.

*Porcentaje de reducción de células bacterianas viables =*

$$\frac{(Células viables hora 0 - Células viables hora 24)}{Células viables hora 0} * 100 \quad (6)$$

## 6. Resultados y discusión

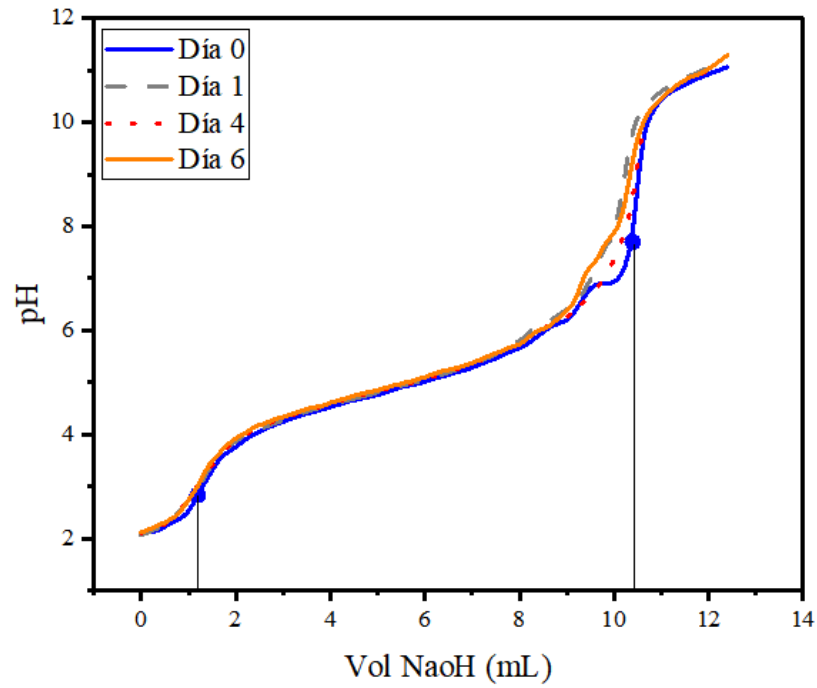
### 6.1. Etapa 1. Obtención y caracterización de celulosa bacteriana oxidada.

#### 6.1.1. Síntesis del ácido peracético (APA)

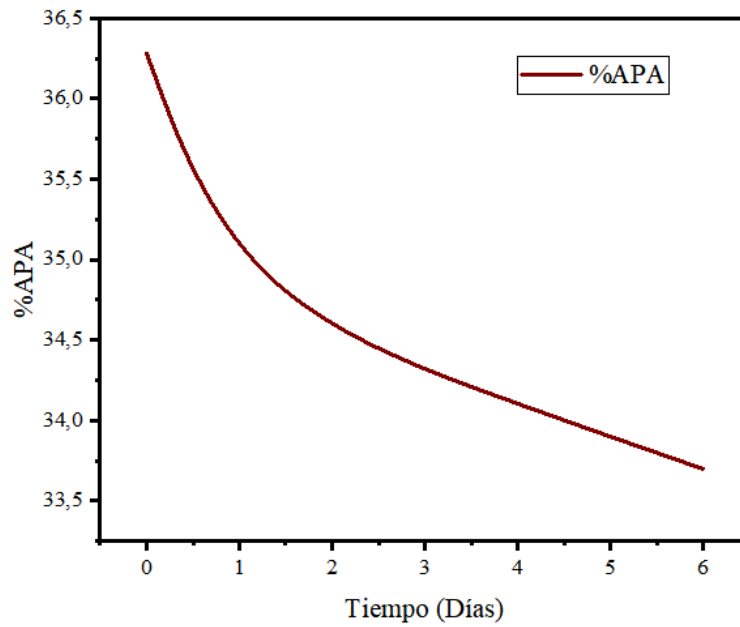
Al sintetizar el APA con ácido acético glacial, peróxido de hidrógeno y un catalizador ácido (ácido sulfúrico), la primera señal de formación de este compuesto líquido incoloro, es su particular olor acre, similar al ácido acético. Una vez transcurrido el tiempo de reacción bajo las condiciones mencionadas en la sección experimental, se determinó la concentración del APA por medio de una titulación ácido-base. Este método se fundamenta en identificar los puntos de equivalencia del APA y el ácido acético, que se encuentran en pH 4,8 y 8,2 respectivamente. Al graficar volumen de NaOH consumido vs pH de la solución se obtiene la **Figura 9**. Para una mayor precisión en la identificación de los dos puntos de equivalencia, se calculó la primera derivada de la curva (Apéndices A). Con el fin de mostrar la degradación del ácido con el transcurso de los días, se registraron las concentraciones obtenidas para cada día de medición, representadas en un gráfico de tiempo frente al porcentaje de APA calculado (Tiempo vs %APA) (**Figura 10**). Esta degradación es usual en el APA ya que este reactivo puede autocatalizarse dependiendo de la temperatura, radiación UV y concentración (Kunigk et al., 2014; Zhang & Huang, 2020).

**Figura 9**

*Curvas de titulación ácido peracético a diferentes días de uso*

**Figura 10**

*Relación de la concentración del APA con el tiempo*



En la **Tabla 2** se observa la concentración inicial obtenida comparada con las concentraciones encontradas en la literatura e investigaciones previas en el grupo. El aumento de la concentración se atribuye a los cambios metodológicos realizados, como factor principal, se asocia a la cantidad de catalizador usado que fue del 3% en p/p.

**Tabla 2**

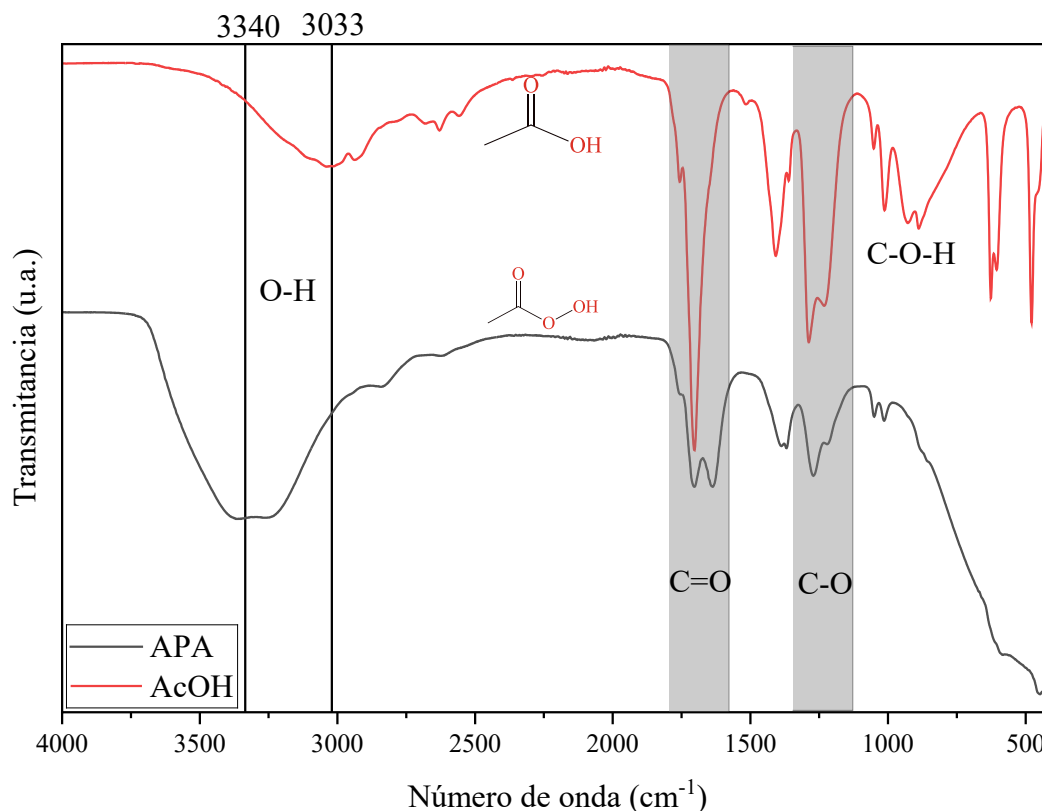
*Concentración de APA obtenido en este trabajo vs otras fuentes*

<b>Concentración APA (%)</b>	<b>Referencia</b>
35,83	Este trabajo
11,40	(Sandoval Miranda, 2021)
8,00	(Cuevas García, 2021)
5,00-25,00	Comercial(Cheng et al., 2020)
10,00-30,00	<i>(Process for the Production of Solutions of Pure Peracetic Acid, 1964)</i>

Por último, para confirmar la formación de APA, se realizó un análisis del espectro infrarrojo, donde se observan bandas típicas del ácido acético y los cambios estructurales al formar APA (**Figura 11**).

**Figura 11**

*Espectro infrarrojo del ácido peracético vs ácido acético.*



En la banda de 935 cm<sup>-1</sup> se observan las vibraciones de estiramiento y flexión de grupos C-O-H, la absorción de los grupos carbonilo (C=O) se encuentran entre 1710 cm<sup>-1</sup> y 1760 cm<sup>-1</sup>. La posición exacta depende de la molécula, es decir, de su ambiente químico y de si se encuentra de forma monomérica o con presencia de puentes de hidrógeno (dímeros). La absorción de las bandas que pertenecen a los grupos -OH del grupo carboxílico, está entre 2500 cm<sup>-1</sup> a 3300 cm<sup>-1</sup> (McMurry, 2018). En la **Figura 11** se observa que el espectro FTIR del APA presenta las bandas de absorción características previamente descritas. Particularmente, se destaca una banda ancha en la región comprendida entre 3250 y 3550 cm<sup>-1</sup>, atribuida a la vibración de estiramiento del enlace

O–H. Esta absorción es típica de grupos hidroxilo involucrados en enlaces de hidrógeno, como ocurre en alcoholes o ácidos carboxílicos.

El ligero desplazamiento hacia frecuencias más altas de esta banda, en comparación con otros sistemas más fuertemente hidrogenados, indica un entorno químico diferente para el grupo –OH en el APA. En este caso, dicho desplazamiento puede explicarse por el menor grado de interacción intermolecular del grupo hidroxilo, debido a su distancia estructural respecto al grupo carbonilo (C=O). Este fenómeno ha sido ampliamente documentado, ya que la proximidad del grupo –OH al C=O tiende a generar una mayor acidez y un mayor acoplamiento vibracional, desplazando la banda O–H hacia frecuencias más bajas cuando hay fuerte interacción (McMurry, 2018; Silverstein et al., 2014).

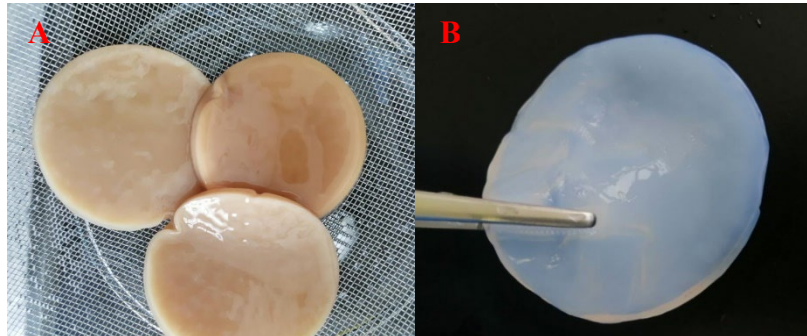
Además, la presencia de una banda intensa alrededor de  $\sim 1700\text{ cm}^{-1}$  confirma la vibración de estiramiento del grupo carbonilo, característica de los ácidos carboxílicos y peroxiácidos. La coexistencia de estas señales sugiere que el APA conserva su estructura funcional y no ha sufrido degradación significativa bajo las condiciones de almacenamiento.

### ***6.1.2. Obtención y blanqueo de celulosa bacteriana***

En la **Figura 12** se observan dos películas de CB, la primera correspondiente a la CB obtenida del bioproceso (Carreño Pineda, 2011; Saavedra-Sanabria et al., 2021) y la segunda es la obtenida posterior al tratamiento con APA al 4%. Como se ilustra en la imagen B, presenta un color blanco, translucido, señal de que el APA es un eficaz agente de blanqueo, como se ha reportado en la literatura (Kampf, 2018).

**Figura 12**

*CB sin blanquear (A) y CB blanqueada por medio de APA (B)*

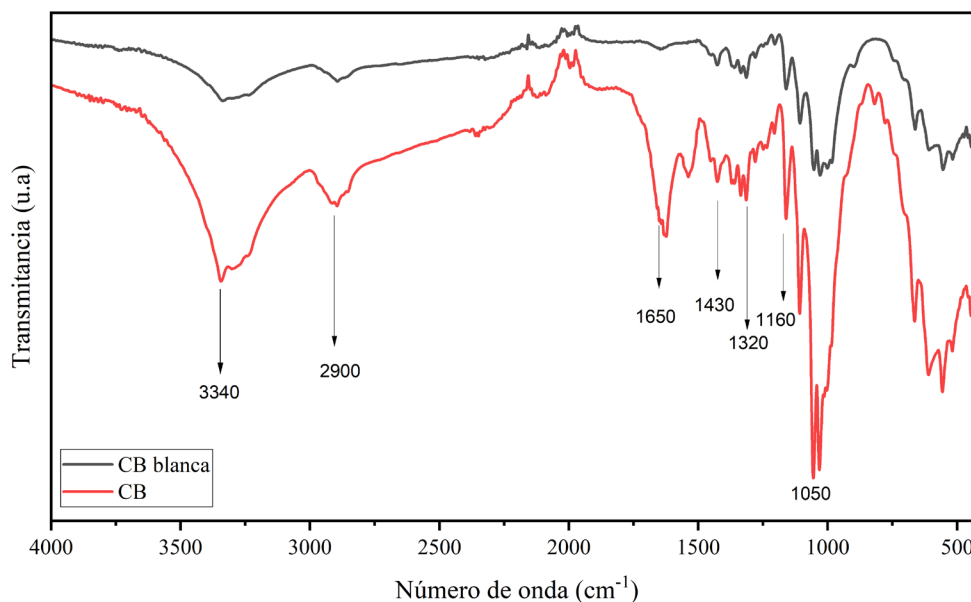


Las condiciones de blanqueo que se usaron se eligieron luego de analizar otras investigaciones, tanto de la literatura como de pruebas hechas anteriormente en el grupo (Abdel-Halim & Al-Deyab, 2011; Liang & Wang, 2015). Estas investigaciones han demostrado que el APA presenta una alta reactividad en medios ligeramente ácidos, reaccionando casi por completo en un rango de pH comprendido entre 6,0 y 6,5. Por otro lado, durante sus procesos de descomposición, el APA genera peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) como subproducto, un compuesto también ampliamente utilizado en procesos de oxidación y blanqueamiento. Se ha reportado que el consumo máximo de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ocurre en condiciones más alcalinas, específicamente entre pH 10,0 y 10,5, lo cual es consistente con su mayor tasa de descomposición catalítica en medios básicos. Por esta razón, esta reacción se realizó por 1 h a 70°C, donde los primeros 30 min ocurren a pH 6 y el tiempo restante a pH 10. En dichas investigaciones, se observó que, en algunos casos, ocurrían cambios superficiales atribuibles a la oxidación de fibras blanqueadas, principalmente mediante la formación de grupos funcionales como carbonilos y carboxilos. Es importante señalar que dichas fibras correspondían a tejidos de algodón, lo cual representa una matriz distinta a la de la celulosa bacteriana (CB), tanto en estructura como en comportamiento químico frente a agentes oxidantes.

Con el fin de evaluar si se produjeron modificaciones superficiales en la CB, específicamente en relación con la posible formación de grupos carbonilo y carboxilo, se adquirieron espectros de FT-IR para las muestras tratadas (**Figura 13**), permitiendo así identificar los posibles cambios en la composición funcional de la superficie.

### Figura 13

*Espectros infrarrojos de CB y CB blanqueada con APA*

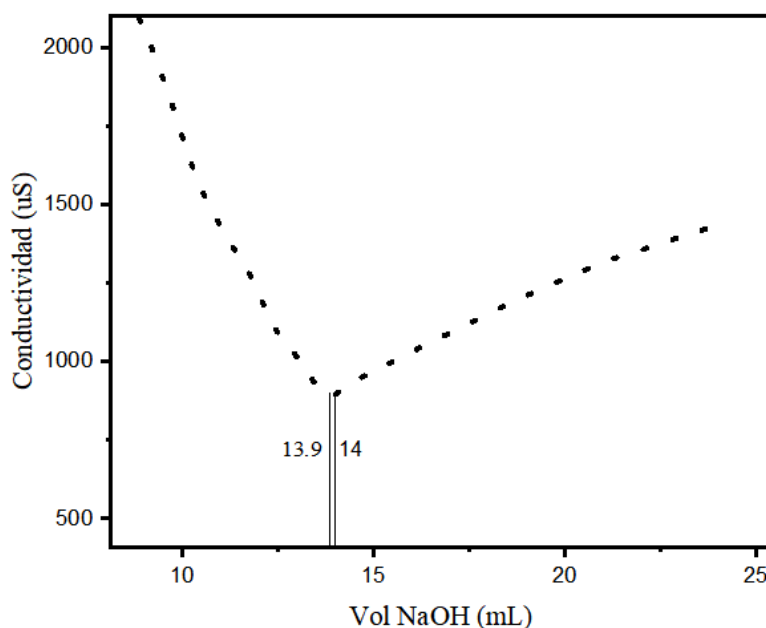


En el espectro infrarrojo se identifican los picos característicos de celulosa. En la banda de 3340 cm<sup>-1</sup> se observan las vibraciones de estiramiento de grupos hidroxilo (-OH) (Y. Hu et al., 2014), la banda de 2900 cm<sup>-1</sup> corresponden a vibraciones de estiramientos simétricos y antisimétricos de los enlaces C-H (Gómez-Jaimes et al., 2020; Lu et al., 2015), las bandas entre 1429 cm<sup>-1</sup> y 1320 cm<sup>-1</sup> son las vibraciones C-O-C, C-OH y C-H<sub>2</sub> características de modos de estiramiento de grupos laterales, la señal de 1160 cm<sup>-1</sup> corresponde a la vibración C-O característica de C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>, y C<sub>6</sub> de las unidades de AGU (Gómez-Jaimes et al., 2020) y las señales de 1055 cm<sup>-1</sup> a 1032 cm<sup>-1</sup> pertenecen a los modos de vibración del carbón anomérico. Por otra parte, la banda entre 1650 cm<sup>-1</sup> y 1640 cm<sup>-1</sup> se puede asignar a la presencia de agua, pero por la

composición y origen de la muestra, se atribuye a vibraciones y estiramientos -CO-NH- que pueden provenir de impurezas (células bacterianas, proteínas, aminoácidos, entre otros) (Santos et al., 2015). Esta banda no aparece en la CB blanqueada, siendo un indicativo de que el blanqueo eliminó este tipo de impurezas. Las bandas de grupos característicos de oxidación (grupos carboxilato, ácidos carboxílicos y grupos aldehído) no se encuentran presentes, estas señales aproximadamente son las señales de 1639 cm<sup>-1</sup> y 1720 cm<sup>-1</sup>, características a las vibraciones de estiramiento del C=O, por lo tanto, este proceso de blanqueo no fue oxidativo. Asimismo, para dar más sustento a esta conclusión se analiza el gráfico de conductimetría mostrado en la **Figura 14**.

**Figura 14**

*Curva de conductimetría celulosa blanqueada*



El gráfico de conductimetría de CB blanqueada, se obtiene al suspender 50 mg de CB (en seco) en HCl 0,01 M hasta pH2, esto con la intención de asegurar la protonación de los grupos formados por la oxidación (grupos carboxilato). Posteriormente, se titula mediante conductimetría utilizando NaOH 0,01 M. Normalmente se ven 3 etapas en este tipo de gráficos. La primera etapa

corresponde a la disminución de conductividad por la reacción del HCl con el NaOH, la segunda etapa corresponde a una disminución lenta debido a la reacción de ácidos débiles (grupos carboxilo) y el NaOH. Por último, se aprecia un aumento de la conductividad debido al exceso de NaOH que se va agregando. Por lo tanto, al considerar el volumen en el que inicia el descenso lento y el volumen en el que se observa nuevamente un aumento en la conductividad, y utilizando las **Ecuaciones 3 y 4**, es posible calcular el DO y la densidad de carga superficial ( $\sigma$ ) (Ovalle-Serrano et al., 2018). En este caso (**Figura 14**) evidenciamos que la segunda etapa no se cumple, es decir, no hay ácidos débiles que puedan ser neutralizados. Confirmando que no hubo oxidación en el blanqueo de la CB.

### ***6.1.3. Oxidación de celulosa bacteriana con ácido peracético***

Para realizar este procedimiento, se usó el ácido peracético sintetizado y caracterizado como se describe en la sección **6.1.1** y la celulosa blanqueada (ver **6.1.2**). Posteriormente, se realizaron una serie de experimentos donde se usó como variable el pH de la reacción con el fin de encontrar la condición más favorable para realizar la oxidación. Estos experimentos se realizaron a una temperatura de 80°C, tiempo de reacción de 4h, y se realizaron las diluciones tal que la concentración del APA quedara al 12% y la carga de celulosa en 0.5%. Luego de transcurrido el tiempo de la reacción, el material obtenido se lavó con agua destilada hasta pH neutro y se prepararon suspensiones de celulosa oxidada al 0.5%, sometiéndolas a sonicación por 20 minutos con pulsos 1:1 y un ciclo de trabajo al 50%.

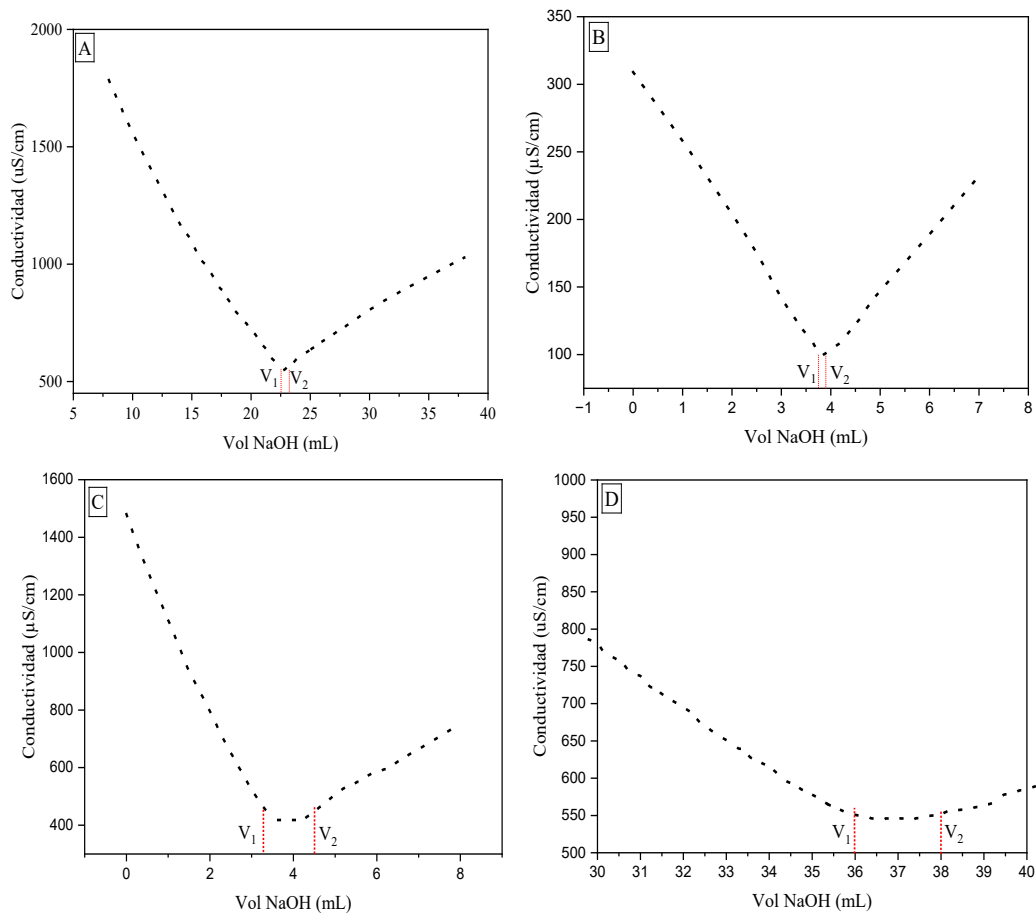
La **Tabla 3** presenta los resultados obtenidos a partir de la caracterización realizada por medio de conductimetría que permitió calcular el grado de oxidación del polímero (DO) y la densidad de carga superficial o contenido de grupo carboxilo ( $\sigma$ ) (Ovalle-Serrano et al., 2018).

**Tabla 3***Resultados del diseño experimental*

Exp	$\Delta\text{Vol}$	DO	$\sigma$ (mmol - COOH/g de celulosa)
A-Blanca	0,1	0,00324 $\pm$ 0,0016	0,02 $\pm$ 0,01
B-pH4	1,0	0,03260 $\pm$ 0,013	0,20 $\pm$ 0,08
C-pH6	1,6	0,05240 $\pm$ 0,015	0,32 $\pm$ 0,09
D-pH8	2,0	0,06570 $\pm$ 0,010	0,40 $\pm$ 0,06

*Nota.* CB blanqueada (A), CB oxidada con APA a pH4 (B), CB oxidada con APA a pH6 (C), CB oxidada con APA a pH8 (D).

Los valores reportados en la **Tabla 3** se obtienen del análisis de la **Figura 15**, que muestra las curvas conductimétricas obtenidas para cada experimento. Al igual que en la sección **6.1.2**, se evaluaron las 3 etapas que se observan en las curvas de conductimetría de la celulosa oxidada. Se observa que en la segunda etapa a medida que crece el pH de reacción también creció la diferencia de volumen, es decir, hubo un aumento en el DO. El aumento en los valores de DO, y  $\sigma$  revelan que la oxidación superficial del biopolímero con APA depende del pH de la reacción. Para determinar el pH que condujo a un mayor grado de oxidación de la celulosa, los resultados obtenidos se complementaron con FTIR, DLS y potencial Z. Estos análisis confirmaron que la condición de pH 8 favoreció la oxidación más eficiente, reflejándose en cambios de la estructura química, el tamaño de partícula y la carga superficial del material.

**Figura 15***Curvas de conductimetría de celulosa bacteriana oxidada*

*Nota.* CB blanqueada (A), CB oxidada a pH4 (B), CB oxidada a pH6 (C), CB oxidada a pH8 (D).

El potencial Z es una medida indirecta de la carga superficial neta de partículas en suspensión, y se relaciona con la estabilidad coloidal y la densidad de grupos funcionales ionizables presentes en la superficie de la celulosa. En la **Tabla 4** se observa el efecto del pH de la reacción de oxidación con APA sobre las propiedades superficiales de CB a través de la medición del potencial Z. En primer lugar, el cambio de potencial Z generado por la integración de grupos carboxilato en la superficie conduce una carga electrostática negativa, lo cual mejora la capacidad de dispersión en agua (Lu et al., 2015). En segundo lugar, la distribución de tamaño

relacionada con el radio hidrodinámico; en la cual a medida que este radio disminuye, se espera que las características de dispersión sean más eficientes. La presencia de distribuciones de tamaño menores en comparación con la CB blanqueada indica que el proceso oxidativo fue efectivo, favoreciendo la desfibrilación de las fibras y otorgándoles características propias de nanofibras. En este sentido, la correlación entre el potencial Z y los resultados obtenidos por DLS debe evidenciarse claramente, ya que la incorporación de grupos carboxilato contribuiría a mejorar las propiedades de dispersión del sistema. (Calderón-Vergara et al., 2020; Isogai et al., 2011). La muestra de CB blanqueada sin tratamiento con APA presentó un potencial zeta de  $-31,1$  mV, valor atribuible a la presencia de grupos hidroxilo y a una cierta cantidad de grupos carboxilo y carbonilo residuales en la superficie. Al someter la celulosa a un tratamiento con APA a pH 4 (muestra B), se observó una disminución significativa en el potencial zeta hasta  $-42,6$  mV, lo cual sugiere un aumento en la densidad de grupos aniónicos, principalmente carboxilos, generados por la oxidación selectiva de los grupos hidroxilo primarios en la superficie de la celulosa.

Este efecto fue más pronunciado a pH 6 (muestra C), con un potencial zeta de  $-47,8$  mV, y alcanzó su máximo en pH 8 (muestra D) con un valor de  $-52,0$  mV. El incremento progresivo en la magnitud del potencial zeta (valores más negativos) con el aumento del pH indica una mayor incorporación de grupos funcionales ionizables en la superficie de la celulosa. Este comportamiento puede explicarse por la mayor eficiencia de la oxidación en condiciones básicas, donde el ácido peracético presenta un equilibrio más favorable hacia la formación del ion peracetato, especie más reactiva en la oxidación de alcoholes primarios a ácidos carboxílicos.

Además, a pH más altos, los grupos carboxilo generados tienden a encontrarse en su forma ionizada ( $-\text{COO}^-$ ), lo cual contribuye a un aumento en la densidad de carga negativa sobre la superficie de la celulosa, reflejada en los valores más negativos del potencial zeta.

**Tabla 4***Resultados potencial Z y DLS*

<b>Exp</b>	<b>Potencial Z (mV)</b>	<b>Tamaño 1 (d.nm)</b>	<b>Tamaño 2 (d.nm)</b>
A-Blanca	-31,1	2341	NA
B-pH4	-42,6	865,5	NA
C-pH6	-47,8	1099	340
D-pH8	-52,0	1013	178

Por otra parte, el tamaño del radio hidrodinámico presentó dos distribuciones promedio principales (**Apéndices B**), a 1013 d,nm y 178 d.nm. Lo cual indica que a pH 8 se obtienen un incremento en la obtención de nanofibras de celulosa (Calderón-Vergara et al., 2020).

Los resultados obtenidos evidencian que el pH del medio de oxidación con ácido peracético influye directamente sobre la química superficial de la celulosa bacteriana, aumentando la densidad de grupos aniónicos (principalmente carboxilos) a medida que el pH se incrementa. Esto se refleja en una mayor magnitud del potencial zeta (valores más negativos), lo cual sugiere no solo una oxidación más eficiente en condiciones ligeramente básicas, sino también una mayor estabilidad coloidal de las dispersiones resultantes. Este efecto puede ser aprovechado para diseñar materiales con propiedades superficiales modulables, adecuados para aplicaciones en biocompositos funcionales como se discutirá más adelante.

En la **Figura 16** se observa la caracterización por medio de espectroscopia IR, donde se comparan los espectros obtenidos para la CB sin purificar, la CB blanqueada y sus respectivas oxidaciones a pH 4, pH 6 y pH 8. Los espectros IR muestran las bandas características para la superficie de la celulosa, descritas en la sección **6.1.2**. Las bandas de grupos de oxidación

característicos (grupos carboxilato, ácidos carboxílicos y grupos aldehído) se encuentran aproximadamente en 1639 cm<sup>-1</sup>, 1720 cm<sup>-1</sup> y 1730 cm<sup>-1</sup> atribuidas a las vibraciones de estiramiento del C=O (Gómez-Jaimes et al., 2020). Las señales de 1600 cm<sup>-1</sup> a 1639 cm<sup>-1</sup> son típicas del grupo carbonílico protonado (COO-Na<sup>+</sup>) mientras que en su forma acida (COOH) tiende más a desplazarse a la región de 1730 cm<sup>-1</sup> (Ovalle-Serrano et al., 2018; Toshikj et al., 2019). Considerando esto, las señales identificadas en la región de 1712 cm<sup>-1</sup> corresponden a solapamientos por la interacción de ambas especies presentes en la superficie del material, esto debido a que la oxidación se realizó en medio básico, y a su vez, se hicieron lavados hasta pH neutro, lo que permitió este equilibrio de las dos especies. Estas señales, junto con los resultados de DLS y potencial Z confirman la oxidación para el experimento realizado a pH 8. Sin embargo, la comparación directa con resultados previos es limitada, dado que esta metodología de oxidación no ha sido ampliamente explorada en la literatura. En la mayoría de los casos, el APA ha sido utilizado como agente de pretratamiento para procesos de deslignificación, blanqueo y/o como paso previo a oxidaciones tipo TEMPO (Abdel-Halim & Al-Deyab, 2011; Pascoli et al., 2022). En este trabajo, se alcanzó un contenido de grupos carboxilo de 0,40 mmol COOH/g de celulosa. Este valor es superior al reportado por Abdel-Halim & Al-Deyab (2011), quienes obtuvieron 0,285 mmol COOH/g de celulosa mediante un blanqueo suave de fibras de algodón por medio de APA.

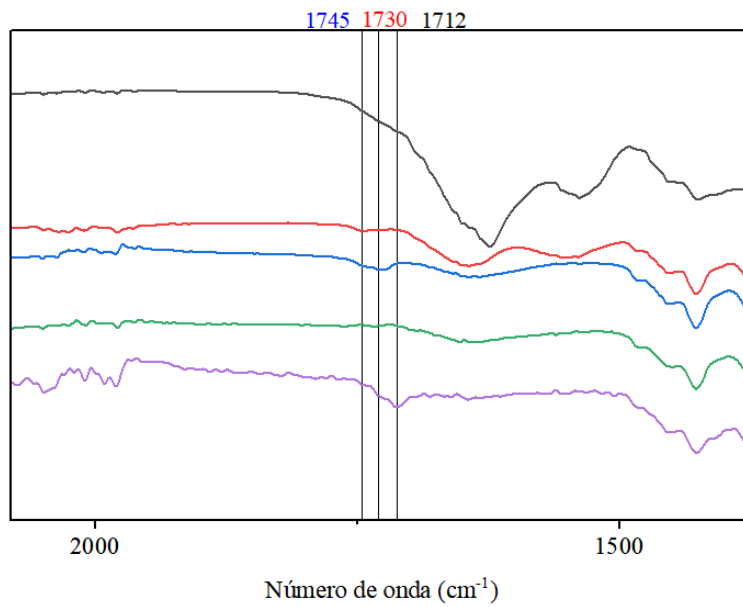
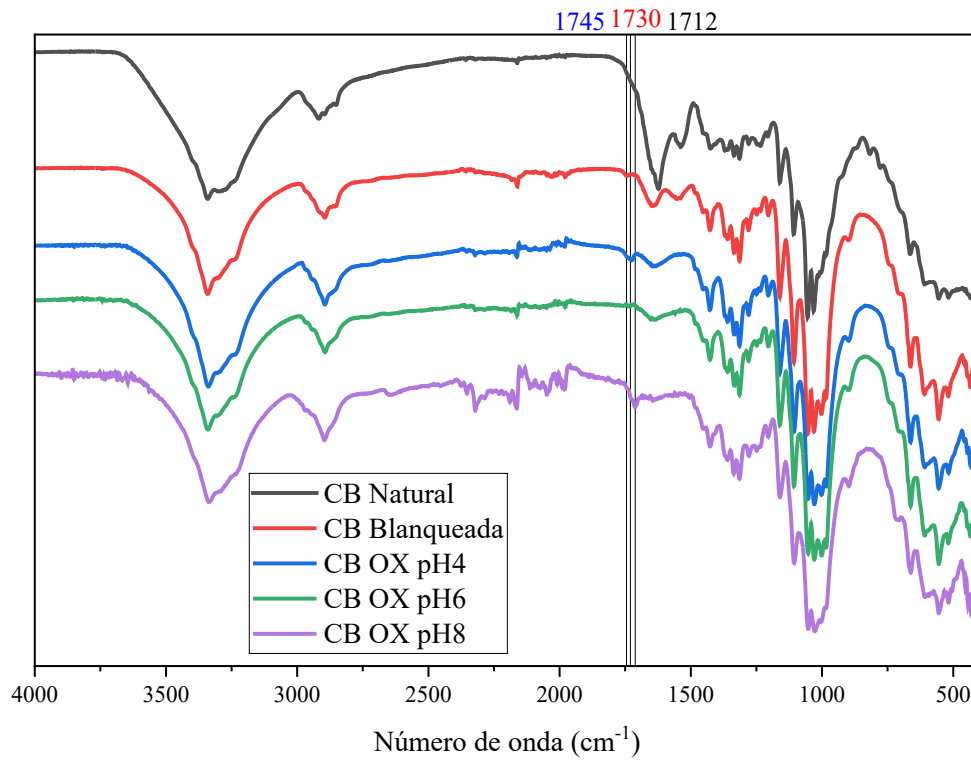
La diferencia observada puede atribuirse a varios factores, incluyendo el uso de condiciones de reacción más agresivas en el presente estudio (mayores concentraciones de APA, temperaturas y tiempos de reacción), así como a las diferencias en la materia prima. Mientras que ellos trabajaron con fibras de algodón, en este trabajo se utilizaron fibras de CB que presentan mayor cristalinidad, generando menor acceso a grupos hidroxilo, lo cual influye directamente en la eficiencia de la oxidación. Por otra parte, aunque el contenido de grupos carboxilo obtenido

mediante oxidación TEMPO supera al alcanzado en este trabajo, con valores superiores a 1 mmol COOH/g de celulosa (Calderón-Vergara et al., 2020; Isogai et al., 2011; Isogai & Bergström, 2018; Martínez-Ramírez et al., 2023), se observa una notable similitud en cuanto a la estabilidad coloidal de las suspensiones, evaluada mediante el potencial Z. En este estudio, los valores de potencial Z oscilaron entre -40 y -52 mV, muy cercanos a los reportados en la literatura para nanofibras obtenidas por la vía TEMPO, cuyos valores varían típicamente entre -30 mV y -75 mV. Dichos valores están asociados a una elevada estabilidad coloidal y a una fuerte repulsión coulombica entre fibras, lo cual favorece una alta individualización fibrilar (Calderón-Vergara et al., 2020; Isogai et al., 2011; Isogai & Bergström, 2018; Martínez-Ramírez et al., 2023).

Según Martínez-Ramírez et al. (2023), los sistemas que presentan potenciales Z dentro de ese rango pueden contener entre 0,5 y 1,6 mmol COOH/g de celulosa, lo que sugiere que la estabilidad coloidal no depende exclusivamente de la densidad de grupos carboxilo, sino también de otros factores como la morfología de las fibras y la distribución de carga en la superficie.

**Figura 16**

*Espectros IR de CB oxidada a diferentes pH*



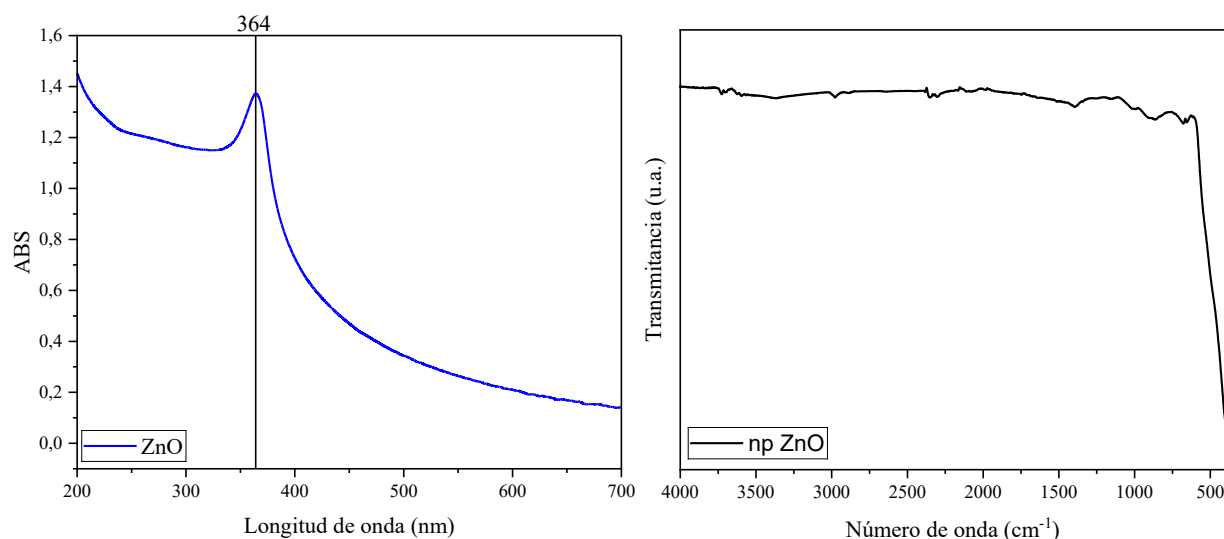
## 6.2. Etapa 2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>

### 6.2.1. Obtención de nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>

En la **Figura 17**, se observa el espectro UV, el cual revela una señal característica de ZnO en una longitud de onda de 364 nm. Esta señal se asigna a la transición de electrones de la banda de valencia a la banda de conducción ( $O_{2p} \rightarrow Zn_{3d}$ ) (Khorsand Zak et al., 2013).

#### Figura 17

*Espectro UV y FT-IR de las NPs de ZnO*



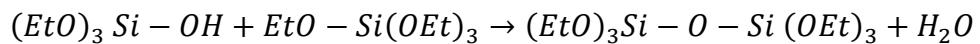
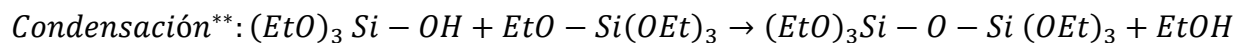
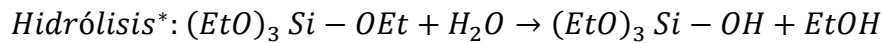
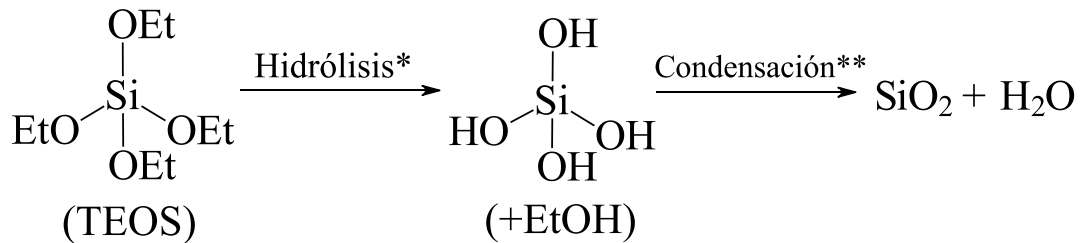
En el Espectro IR ilustrado en la **Figura 17** se observa un pico característico asociado a la vibración Zn-O en  $416\text{ cm}^{-1}$ , cuya posición varía entre  $400\text{ cm}^{-1}$  y  $600\text{ cm}^{-1}$ . Lo cual va a depender del tamaño y la morfología de las NPs. Además, aparecen unos picos en la región de  $1400\text{ cm}^{-1}$  a  $1500\text{ cm}^{-1}$ , producto de la formación de carbonatos por el CO<sub>2</sub> atmosférico (Zamiri et al., 2014).

Como se describió en la sección **5.3.2**, se usaron dos metodologías para la obtención de NPs de SiO<sub>2</sub>. La primera, el método sintético más común, el cual puede denominarse método sol-gel o método stöber. Este consiste en usar un precursor organometálico, en el cual se impulsa una reacción de policondensación, donde la pérdida de agua, inicia un proceso de polimerización,

formando una red tridimensional, que facilita la formación de redes Si-OH, que luego se convertirá en redes Si-O-Si al perder moléculas de agua (*Silica Nanoparticles* | SpringerLink, s. f.) (**Figura 18**).

### Figura 18

Reacción sol-gel como precursor de sílice TEOS



*Nota.* Tomado y adaptado de (*Silica Nanoparticles* | SpringerLink, s. f.).

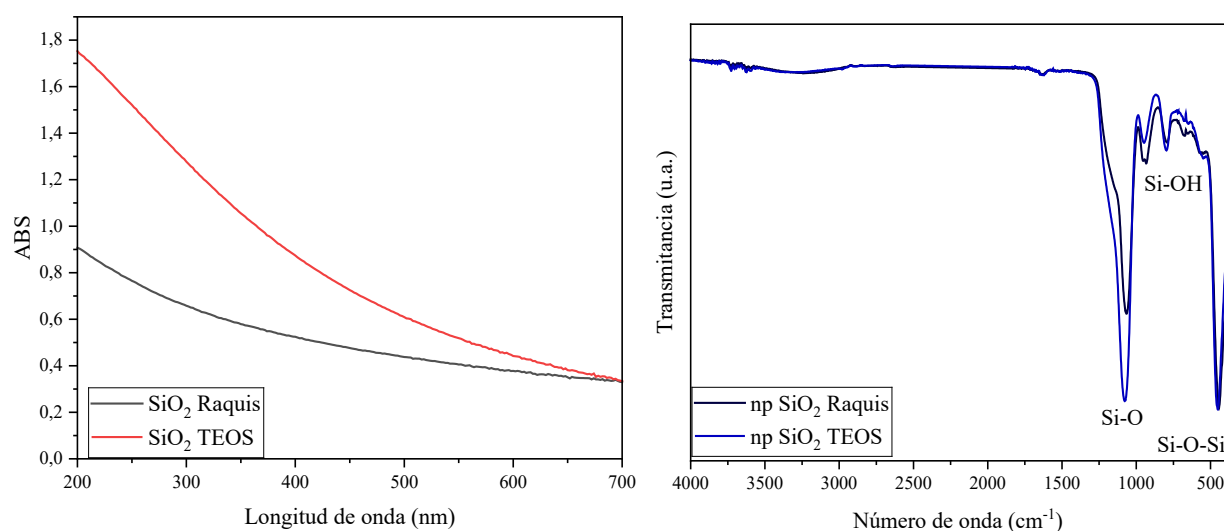
La segunda metodología consiste en la obtención de NPs de SiO<sub>2</sub> por medio del aprovechamiento de fuentes naturales, en este caso, se usó el raquis de palma. (Seghir et al., 2023). Se usaron varios métodos de extracción, primero se usó uno térmico, para obtener toda la ceniza del material. Y segundo, se usó uno por lixiviación acida, que consistió en tratar la ceniza obtenida con ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) y ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), para obtener sílice amorfa con un alto grado de pureza.

En la **Figura 19**, se aprecian los espectros de absorción UV para ambos tipos de SiO<sub>2</sub> obtenidos, como primera instancia, se observa la ausencia de un pico de absorción característico, dado que la sílice amorfa es ópticamente transparente, lo que se detecta es la dispersión de luz

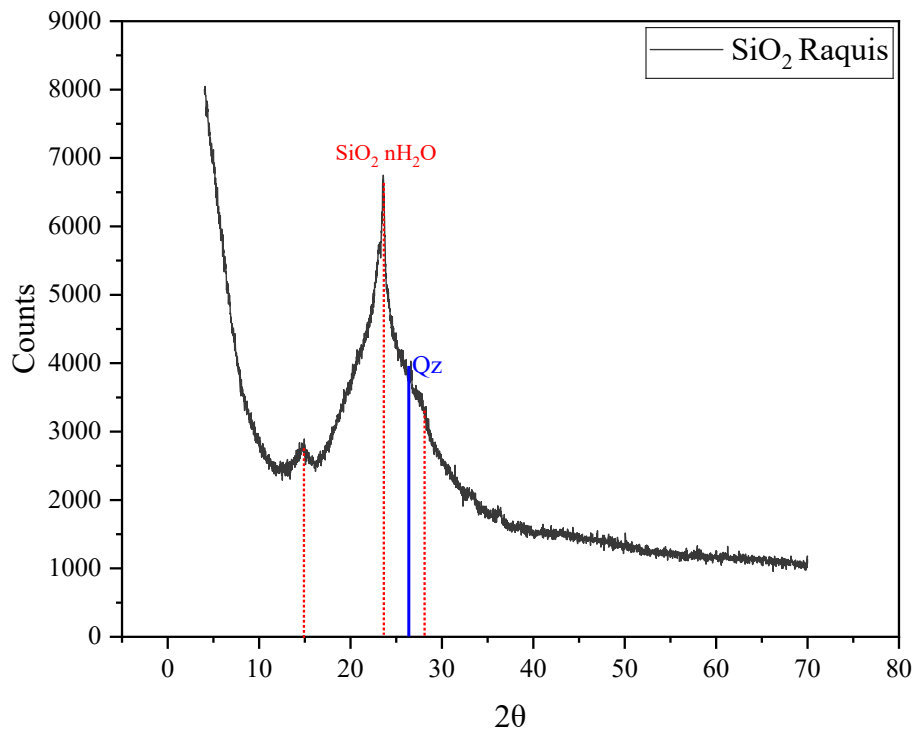
consecuente de las partículas en suspensión. El espectro UV también da un indicio de la estabilidad, y/o dispersión de la muestra ya que presentan intensidades de absorción diferentes y la concentración de ambas dispersiones era la misma. Como se puede apreciar, la dispersión es mayor para la suspensión de NPs de SiO<sub>2</sub> provenientes de la síntesis con TEOS, esto probablemente se deba a que el tamaño de partícula del SiO<sub>2</sub> obtenido del raquis es mayor al contar con un tamaño de origen micrométrico (Hincapié Rojas, 2017).

### Figura 19

*Espectro UV y FT-IR de NPs de SiO<sub>2</sub>*



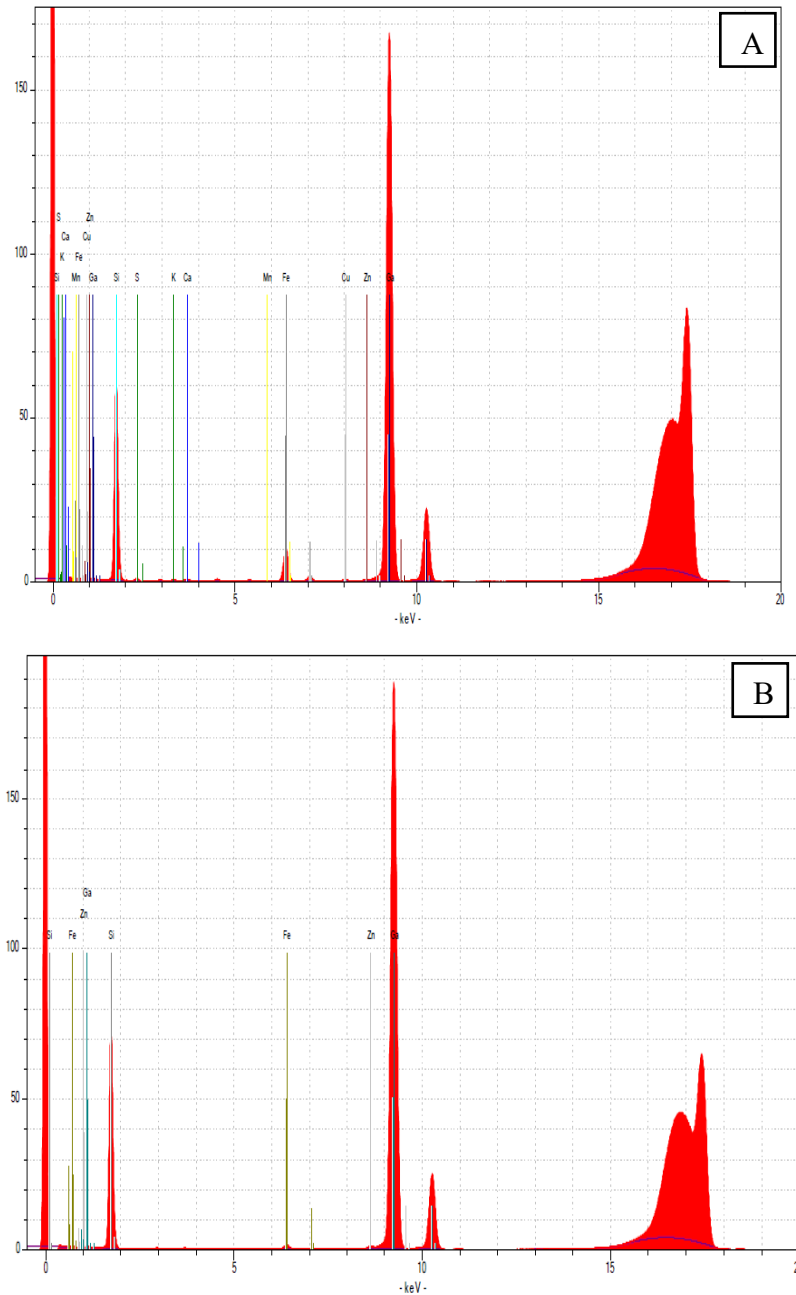
El espectro IR (**Figura 19**) nos muestra picos característicos de sílice amorfa. Las bandas de 1067-1043 cm<sup>-1</sup> y las de 805 cm<sup>-1</sup> corresponden a modos de vibración simétricos y antisimétricos de Si-O o en general, de los siloxanos. Los picos que se encuentran entre 930-940 cm<sup>-1</sup> corresponden a vibraciones de flexión del grupo silanol Si-OH, mientras que el pico de absorción en 446 cm<sup>-1</sup> corresponde a modos de vibración de Si-O-Si. Por último, la banda ancha alrededor de 3250 cm<sup>-1</sup> es producto del grupo hidroxilo OH, atribuido al grupo silanol o a las moléculas de agua atrapadas en la muestra (Mahalingam & Sivaraju, 2023; R. Subitha & G. S. Prabha Littis Malar, 2020).

**Figura 20***Difractograma SiO<sub>2</sub> obtenido de raquis de palma***Tabla 5***Resultados FRX para SiO<sub>2</sub> extraído del raquis y obtenido por TEOS*

<b>Raquis</b>		<b>TEOS</b>	
<b>Elemento</b>	<b>Concentración %</b>	<b>Elemento</b>	<b>Concentración %</b>
<b>Si</b>	99,38	<b>Si</b>	99,96
<b>S</b>	0,24	<b>Fe</b>	0,03
<b>K</b>	0,06	<b>Zn</b>	0,01
<b>Ca</b>	0,05		
<b>Mn</b>	0,01		
<b>Fe</b>	0,24		
<b>Cu</b>	0,01		
<b>Zn</b>	0,01		

**Figura 21**

*Espectro de fluorescencia de rayos X para NPs de SiO<sub>2</sub> obtenidas del raquis de palma y por TEOS*



*Nota.* Donde A son las NPs obtenidas de raquis de palma y B son NPs obtenidas por la ruta sintética con TEOS.

Para comprobar la extracción del SiO<sub>2</sub> de la biomasa, y determinar la pureza tanto de las muestras obtenidas de la biomasa como de las sintetizadas, se usó difracción de rayos X (**Figura 20**) y fluorescencia de rayos X respectivamente (**Figura 21**).

En el difractograma puede apreciarse el espectro típico para material amorfo, además se identifican las fases cristalinas para el cuarzo y para hidratos de silicio (Le et al., 2013).

Como análisis complementario, se hizo un análisis cuantitativo de las muestras de NPs de SiO<sub>2</sub> por fluorescencia de rayos X. En este análisis se puede determinar la composición elemental de la muestra, se usó un protocolo donde principalmente se dispersaba la muestra con ayuda de un tensoactivo, en presencia de una cantidad conocida de una muestra patrón. Los resultados de composición se presentan en la **Tabla 5**.

Como se puede observar, tanto el SiO<sub>2</sub> extraído del raquis como el obtenido mediante la ruta sintética utilizando tetraetilortosilicato (TEOS) presentan una alta pureza, alcanzando valores de 99,38% y 99,96%, respectivamente. Estos resultados son congruentes con lo reportado en la literatura. En particular, el SiO<sub>2</sub> obtenido del raquis puede compararse con sílice extraída de otras fuentes naturales. Por ejemplo, Anuar y colaboradores (2018) reportaron una pureza del 91,76% al utilizar ceniza de cáscara de coco, tras un tratamiento ácido destinado a la remoción de impurezas. De manera similar, Hincapié Rojas (2017) empleó cascarilla de arroz como materia prima, logrando una pureza del 98,48% mediante una metodología comparable.

Estos estudios destacan la importancia del tratamiento ácido como etapa clave en la purificación del SiO<sub>2</sub>, principalmente por su eficacia en la eliminación de óxidos inorgánicos y otras impurezas residuales presentes en materiales de origen vegetal. Por tanto, la elevada pureza

obtenida a partir del raquis en este trabajo confirma la eficiencia del protocolo empleado y posiciona a esta biomasa como una fuente viable para la obtención de sílice de alta calidad.

Con el objetivo de caracterizar el tamaño de partícula y la carga superficial de las NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>, se realizaron análisis mediante DLS y potencial Z (**Tabla 6**). Los resultados obtenidos para las NPs de ZnO evidenciaron una amplia distribución de tamaño hidrodinámico, comprendida entre aproximadamente 90 nm y 300 nm, con una fracción menor de partículas cercanas a 1 nm. Asimismo, se determinó un potencial Z positivo en torno a +29,5 mV, lo que concuerda parcialmente con lo reportado en la literatura. Por ejemplo, Fatehah et al (2014) sintetizaron NPs de ZnO con una pureza del 99,5%, reportando un radio hidrodinámico de 389 d.nm y un potencial Z de +23 mV a pH neutro, condiciones similares a las de este estudio.

En cuanto a las NPs de SiO<sub>2</sub> extraídas del raquis, se observó una mayor dispersión en la distribución de tamaños, con valores entre 211 nm y 611 nm. En contraste, las NPs de SiO<sub>2</sub> sintetizadas mediante la ruta con TEOS presentaron una distribución unimodal centrada en 406 nm. En ambos casos, los valores de potencial Z fueron negativos, aproximadamente -30 mV, lo cual es consistente con lo documentado en la literatura, ya que las superficies de sílice en solución acuosa suelen adquirir carga negativa debido a la ionización de grupos silanol (Si-OH) (Martínez-Ramírez et al., 2023).

Cabe destacar que el valor del potencial Z del SiO<sub>2</sub> está fuertemente influenciado por el pH del medio. A medida que el pH aumenta, los grupos silanol experimentan desprotonación según el equilibrio ácido-base  $\text{SiOH} \rightleftharpoons \text{SiO}^- + \text{H}^+$ , incrementando así la carga negativa superficial (Xu et al., 2006).

Adicionalmente, es importante considerar que los valores de tamaño obtenidos mediante DLS corresponden al radio hidrodinámico, el cual representa el tamaño efectivo de la partícula en solución, incluyendo la capa de solvatación. Este parámetro asume una geometría esférica y refleja el comportamiento dinámico de la partícula en suspensión (*Hydrodynamic Radius - Radius of Gyration*, s. f.). Por esta razón, las propiedades ópticas y fisico-químicas de estos materiales pueden diferir significativamente, incluso entre NPs de composición similar pero obtenidas por rutas distintas.

En algunos casos, los análisis de DLS mostraron dos distribuciones de tamaño, lo cual sugiere la presencia de más de una población de partículas en suspensión. Esto puede deberse a varios factores, como la formación de agregados en la dispersión, la coexistencia de partículas primarias y secundarios aglomerados. Además, dado que el DLS es más sensible a partículas grandes en la distribución por intensidad, incluso una pequeña proporción de agregados puede generar un segundo pico evidente. Esta doble distribución puede reflejar heterogeneidad en la síntesis, inestabilidad coloidal o condiciones subóptimas de dispersión.

**Tabla 6**

*Tamaño de partícula y potencial Z para NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>*

NPs	Potencial Z (mV)	Tamaño 1(d.nm)	Tamaño 2(d.nm)
SiO <sub>2</sub> Raquis	-30,1	615	211
SiO <sub>2</sub> TEOS	-37,6	406	NA
ZnO	29,5	319	90

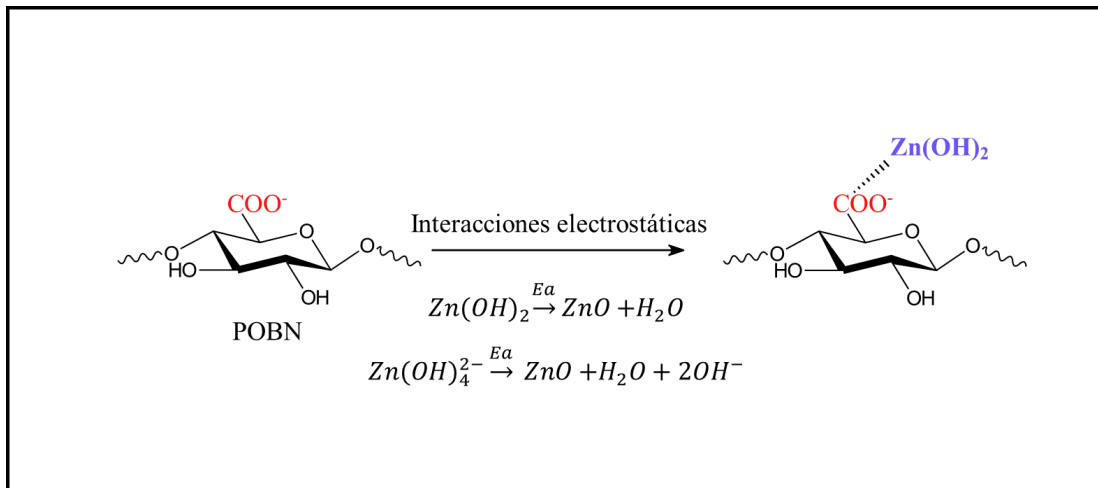
### 6.2.2. Obtención de híbridos de celulosa oxidada con nanopartículas de ZnO y SiO<sub>2</sub>

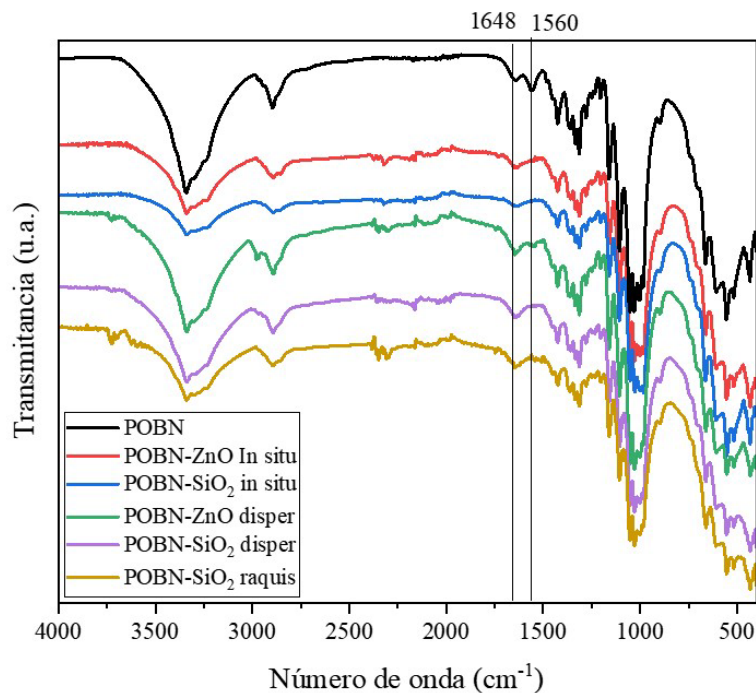
La obtención de los híbridos de POBN con las NPs metálicas mencionadas se basó en dos metodologías; la primera, en la obtención a través de la dispersión de las NPs en nuestra matriz de POBN, donde las NPs representarían el 2% de peso seco de la POBN; esta dispersión se realizó en medio acuoso en una suspensión de POBN al 0,5%.

La segunda, en una síntesis *in situ* de NPs sobre la matriz de POBN. Se esperaba que el ion carboxilato integrado a la POBN por efecto de la oxidación, fuera un puente electrostático que facilitara la formación de NPs (**Figura 22**). En esta metodología la síntesis se realizó sobre la dispersión acuosa de POBN, integrando el precursor metálico y el agente alcalinizante, tal que la reacción se llevara a cabo, para luego de los lavados y secados se evaluara la integración de NPs.

#### Figura 22

Mecanismo de formación híbridos de POBN/ZnO



**Figura 23***Espectro IR de híbridos de POBN con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>*

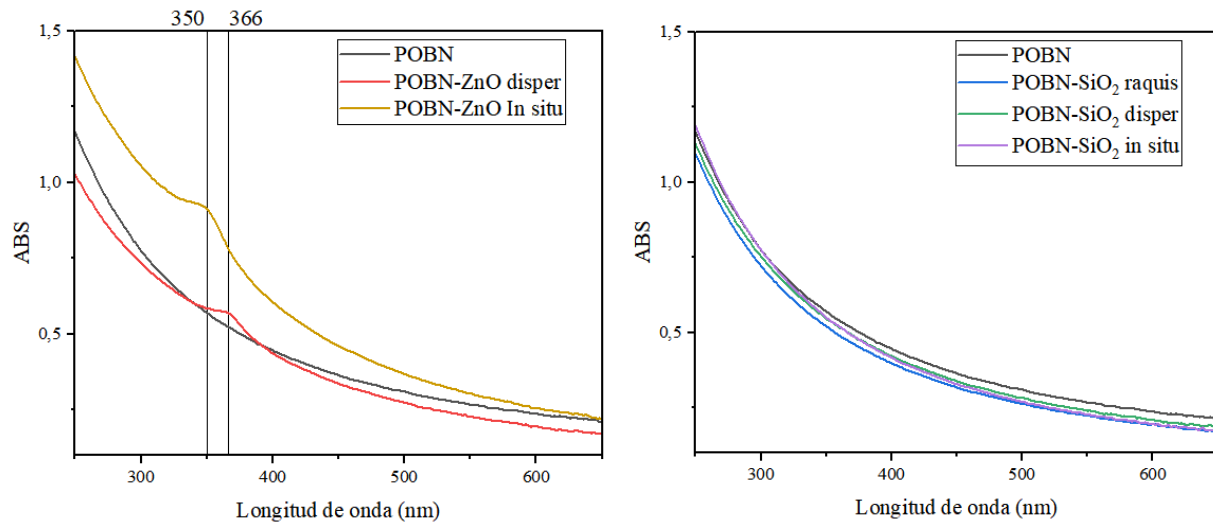
En la **Figura 23** muestra el espectro infrarrojo para los biocompositos, en este, se exhiben señales características de la celulosa, y de la celulosa oxidada descritos anteriormente. Por la poca selectividad del método de oxidación, y la variedad de grupos que se pueden integrar y/o formar por efecto de la oxidación con APA, se muestra la señal en 1560 cm<sup>-1</sup>, atribuida a la variación de grupos carboxilato. Su intensidad también se atribuye a la superposición con las deformaciones características de los grupos hidroxilo, ya sean aquellos provenientes de agua adsorbida o de los grupos hidroxilos intrínsecos de la celulosa. Al formar los híbridos de POBN con las NPs metálicas, se observa el corrimiento de la señal a 1648 cm<sup>-1</sup> producto de la integración de las NPs, demostrando que está interactuando con los grupos carboxilato, y por ende esta señal perdió intensidad, o por la adición de las NPs en la matriz, de tal forma que interactúa con otras áreas, dando como resultado una interacción de grupos hidroxilo con el ion Zn<sup>2+</sup> (Guan et al., 2019; W.

Hu et al., 2010; Katepetch et al., 2013). Para el caso de las NPs de SiO<sub>2</sub> el cambio puede ser producto de la formación de grupos silanol (Si-OH), lo que provocan el corrimiento de la banda. Por otra parte, la integración de Si-O-Si, causa la disminución de la intensidad de bandas características de grupos -OH, efecto de que el recubrimiento interfiera al acceso de estos (Azman Mohammad Taib et al., 2022; Liu et al., 2020; Rahman et al., 2021).

Los resultados UV-vis (**Figura 24**) muestran que las NPs de ZnO se integraron a la matriz al encontrar dos picos de absorción característicos, en 350 nm para la POBN con ZnO incorporados *in situ* y en 366 nm para la POBN con ZnO incorporados por dispersión, confirmando la integración con éxito (Guan et al., 2019). En contraste con lo reportado en la literatura, los experimentos de transmitancia realizados en otros estudios demostraron que los materiales híbridos evaluados presentan una alta capacidad de filtrado de radiación ultravioleta, especialmente en las regiones UV-A (320–400 nm), UV-B (280–320 nm) y UV-C (100–280 nm). Estas propiedades sugieren un alto potencial de aplicación en películas transparentes a la luz visible, pero con capacidad de protección frente a la radiación UV (Ning et al., 2017). Por el lado de las NPs de SiO<sub>2</sub> ocurre otro fenómeno, al no presentar pico característico de absorción por ser ópticamente transparente, solo vemos en el espectro que hay una reflectancia de luz, también similar a la POBN sin hibridar. Los resultados obtenidos con las NPs de ZnO sugieren que el SiO<sub>2</sub> se encuentra introducido en la matriz de POBN.

**Figura 24**

*Espectro UV-vis de híbridos de POBN con NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>*

**6.3. Etapa 3. Obtención de películas de POBN/ZnO y POBN/SiO<sub>2</sub>.**

La obtención de películas a partir de los biocompositos se realizó mediante la evaporación lenta (*solvent casting*) de una suspensión de concentración conocida como se menciona en la sección 5.4.1. (Figura 25) (Valencia et al., 2020).

**Figura 25**

*Imagen de una película obtenidas de híbridos de POBN con nanopartículas de ZnO*



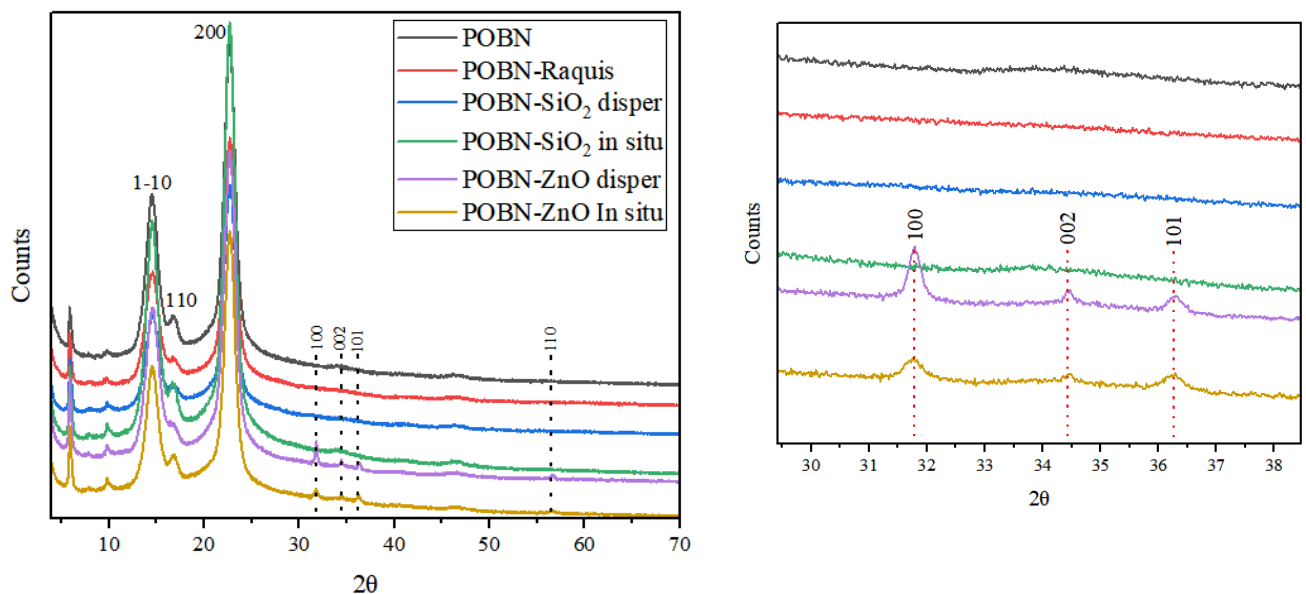
### 6.3.1. Caracterización de películas obtenidas de híbridos de POBN con nanopartículas

La caracterización se realizó usando DRX y XPS, técnicas que permiten analizar la superficie del material, encontrar posibles formas de la interacción de las NPs con la matriz de POBN, además, permiten complementar los datos obtenidos por otras técnicas como FTIR.

En la **Figura 26** se muestra el espectro DRX para los biocompositos. Se observan las señales de celulosa I $\beta$  alrededor de 14°, 16,8° y 22,6° correspondientes a los planos (1-10), (110) y (200) (Liu et al., 2020) características de celulosa nativa. Para los biocompositos POBN/ZnO se ven las señales en 31,8°, 34,4°, 36,3° y 56,6° correspondientes a los planos (100), (002), (101) y (110) de ZnO hexagonal correspondiente a wurzita o zincita (Ovalle-Serrano et al., 2015). El pico característico de SiO<sub>2</sub> amorfo ubicado alrededor de 22° se superpone con los picos de la POBN, observándose únicamente variaciones en la intensidad y el ancho de banda específicamente en las muestras de POBN/SiO<sub>2</sub>; en la señal en 16,7° se nota este solapamiento de bandas producto del amorfismo del material (Li et al., 2023; Liu et al., 2020).

**Figura 26**

*Espectro DRX de los biocompositos*



**Tabla 7***Indice de cristalinidad*

NPs	IC(%)
POBN	68,0
POBN/SiO <sub>2</sub> Raquis	67,0
POBN/SiO <sub>2</sub> disper	70,0
POBN/SiO <sub>2</sub> <i>in situ</i>	85,0
POBN/ZnO disper	86,5
POBN/ZnO <i>in situ</i>	96,0

El índice de cristalinidad es una medida que cuantifica el grado de organización regular y periódica de las moléculas en un material, influyendo directamente en propiedades como la dureza, transparencia, elasticidad y resistencia mecánica, entre otras. En la **Tabla 7** se presentan los valores de cristalinidad obtenidos para los híbridos de POBN. Para la POBN, se registró un valor de 68%, usado como referencia para comparar con los demás resultados. Según la literatura, la CB suele presentar un índice de cristalinidad que oscila entre el 64% y el 100%, lo que permite inferir que el método de limpieza/blanqueamiento empleado no alteró significativamente la estructura cristalina de la celulosa (Abdelraof et al., 2022; de Lima et al., 2024; Saavedra-Sanabria et al., 2021).

Por otro lado, se observó una disminución leve en la cristalinidad para la muestra de POBN/SiO<sub>2</sub> Raquis, atribuible al alto grado de amorfismo presente en el material integrado, como se evidencia en la **Figura 20**. En contraste, para las demás muestras, la cristalinidad aumentó. Este incremento puede asociarse a que las NPs incorporadas rellenaron los espacios de la fase amorfa de la POBN, lo que aparentemente incrementó la fracción cristalina. Además, la incorporación de NPs podría haber favorecido el reordenamiento de las cadenas poliméricas y contribuido a la

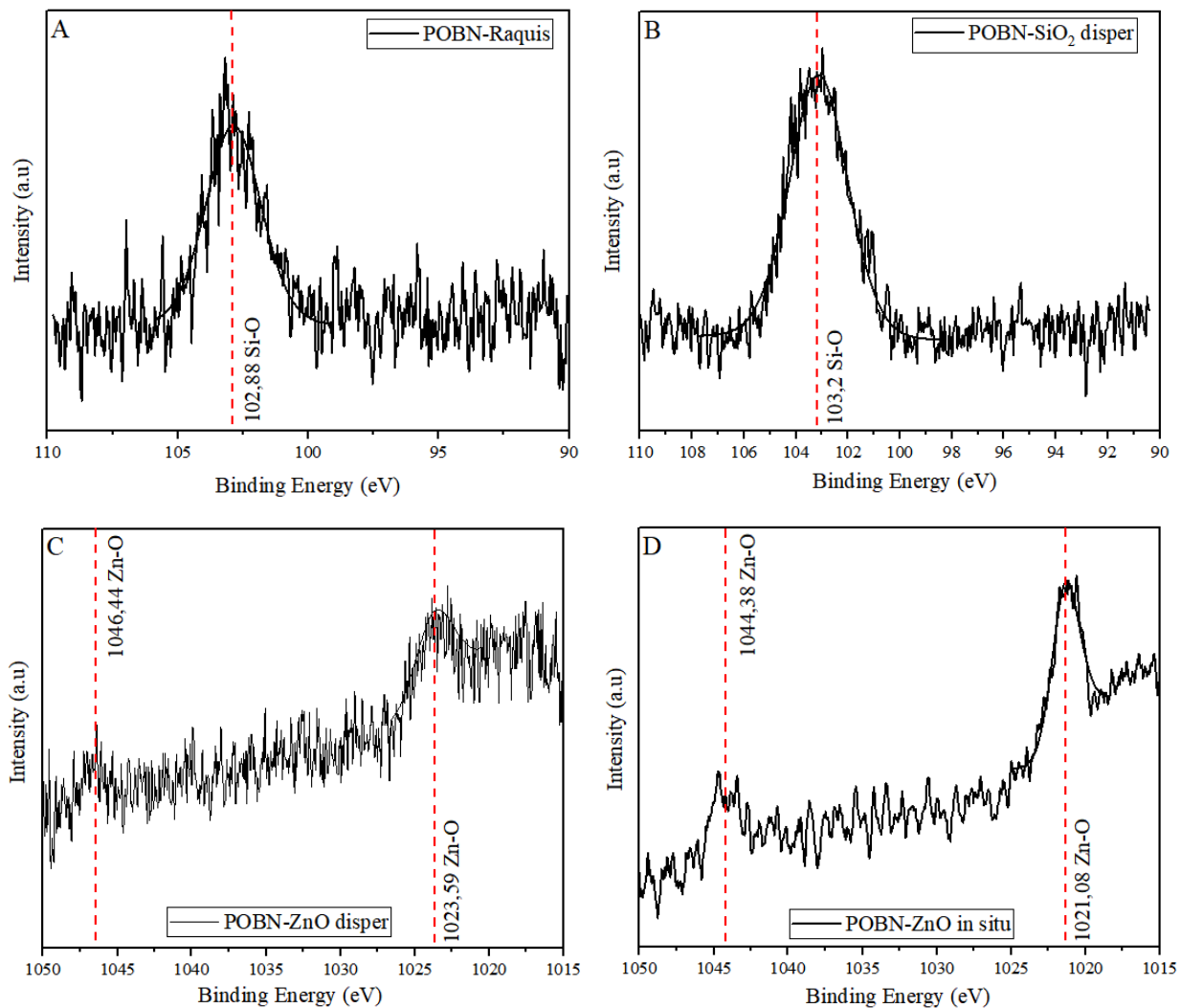
relajación molecular, limitando el movimiento de las cadenas amorfas. Este efecto fue particularmente notable en la muestra de POBN/ZnO *in situ*, donde la cristalinidad alcanzó un valor del 96%.(Liu & Liang, 2021; Vishnu Chandar et al., 2017; Yu & Cheng, 2020). Estos resultados sugieren que la integración de NPs podría haber reforzado estructuralmente la matriz de celulosa, lo que potencialmente mejoraría sus propiedades mecánicas y funcionales.

La espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS) es una técnica analítica de alta resolución ampliamente utilizada para la caracterización de la química superficial de los materiales. Esta técnica permite obtener información detallada de las capas más externas del sólido, con una profundidad de análisis típica de hasta 10 nm. Su sensibilidad superficial la hace particularmente adecuada para el estudio de películas delgadas, proporcionando datos tanto cuantitativos como cualitativos sobre la composición elemental, los estados de oxidación de los elementos presentes, y las interacciones químicas en la interfaz del material (Martínez-Ramírez et al., 2023; *XPS-ESCA*, s. f.).

En este estudio, la espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS) se utilizó como herramienta cualitativa para identificar la presencia de NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub> en la matriz de POBN. Adicionalmente, esta técnica permitió examinar las posibles interacciones químicas entre dichas NPs y los elementos constituyentes de la celulosa, particularmente el carbono y el oxígeno, proporcionando indicios sobre la naturaleza de los enlaces formados y la compatibilidad entre los componentes del sistema híbrido. Se utilizó el software Casa XPS para tratar los datos, adicionalmente, los espectros se calibraron con el C 1s a 284,8 eV, como se indica por Martínez-Ramírez y colaboradores (2023) en su investigación.

**Figura 27**

*Espectros XPS de alta resolución para caracterizar las NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>*



*Nota.* Donde A) POBN- SiO<sub>2</sub> raquis, B) POBN- SiO<sub>2</sub> disper, C) POBN-ZnO disper y D) POBN-ZnO *in situ*.

Los espectros XPS para determinar cualitativamente la presencia de NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub> se presentan en la **Figura 27**, el espectro para la muestra de POBN-SiO<sub>2</sub> *in situ* se encuentra en el **apendice D**. Se logra observar para las muestras que contienen NPs de ZnO señales características de energías de enlace entre 1022 y 1046 eV, correspondientes a Zn 2p<sub>3/2</sub> y Zn 2p<sub>1/2</sub>, respectivamente. Estas señales indican la presencia de partículas de ZnO en la superficie de los

biocompositos. Esto corresponde a lo encontrado en la literatura, como en el estudio de Ovalle-Serrano y colaboradores (2015), donde sintetizaron NPs de ZnO en la superficie de fibras de fique. Por otra parte, en las muestras que contienen NPs de SiO<sub>2</sub> se observaron señales con energías de enlace cercanas a 103 eV, correspondientes al orbital Si 2p. Estos resultados coinciden con lo reportado en estudios previos, en los que se incorporó la superficie de nanotubos de carbono con NPs de SiO<sub>2</sub> y se detectaron energías de enlace similares en la región de 103 eV. Este hallazgo respalda la incorporación exitosa del SiO<sub>2</sub> en la superficie del material analizado (Oke et al., 2019; Prakash et al., 2018). Es importante mencionar que, en el caso particular de la muestra de POBN-SiO<sub>2</sub> sintetizada *in situ*, los lavados realizados antes de la formación de la película redujeron significativamente la cantidad de SiO<sub>2</sub> retenida en la superficie, lo cual limitó su detección mediante XPS (Apéndice D).

En el Apéndice D se presentan los espectros de alta resolución correspondientes a las regiones C 1s y O 1s, a partir de los cuales se evaluó el entorno químico de la POBN y sus híbridos. En el espectro C 1s se identificaron las siguientes componentes: C<sub>1</sub> (C–C/C–H), C<sub>2</sub> (C–O), C<sub>3</sub> (O–C–O/C=O) y C<sub>4</sub> (O–C=O), con energías de enlace de 284,8 eV, 286,2 eV, 287,4 eV y 288,0 eV, respectivamente, en la muestra de POBN. Las señales correspondientes a las componentes C<sub>3</sub> y C<sub>4</sub> se asociaron a la presencia de grupos carboxilato (–COO<sup>–</sup>), lo cual indica una oxidación parcial de la CB (Le Gars et al., 2020; Martínez-Ramírez et al., 2023). En las muestras híbridas, se observaron energías de enlace similares a las de la POBN, pero con ligeros desplazamientos atribuibles a la interacción de la matriz polimérica con las NPs de ZnO o SiO<sub>2</sub>, según corresponda (Islam et al., 2023; Katepetch et al., 2013; Yumei et al., 2022).

Adicionalmente, en el espectro de O 1s se identificaron componentes asociadas a enlaces Si–O, Zn–O, C–O–Si y C–O–Zn, las cuales están relacionadas con las interacciones formadas

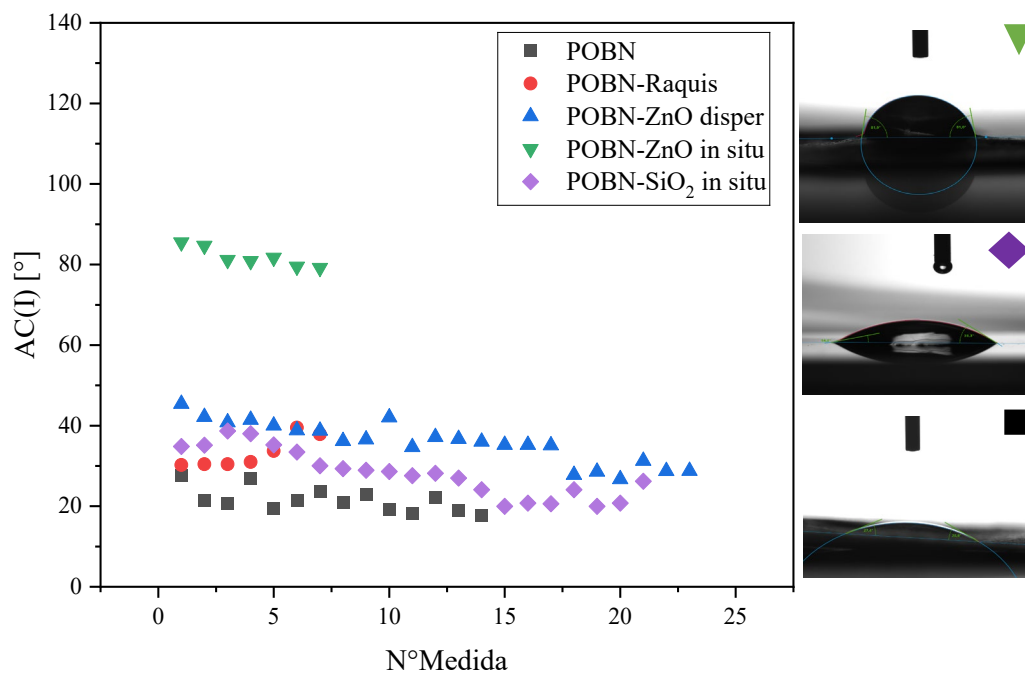
entre la matriz de POBN y las NPs. Para explicar el comportamiento observado, debe considerarse que la celulosa oxidada, al contener una mayor cantidad de grupos oxigenados como aldehídos y carboxilos, presenta una densidad electrónica aún más elevada que la celulosa nativa. Esta estructura favorece no solo interacciones electrostáticas con los iones metálicos presentes en los precursores —en particular con  $Zn^{2+}$ —, sino también fenómenos de acomplejamiento o coordinación mediados por retrodonación electrónica desde los átomos de oxígeno hacia los orbitales vacíos del metal. Estas interacciones, tanto electrostáticas como coordinativas, contribuyen a la estabilización de los iones metálicos en la matriz polimérica, promoviendo la nucleación y el crecimiento de nanoestructuras metálicas que quedan ancladas y estabilizadas por estos sitios funcionales. Este mecanismo resulta fundamental para entender las características estructurales y funcionales de los materiales obtenidos, lo cual modificó el entorno químico local, generando nuevos componentes espectrales y desplazamientos en las señales existentes (Islam et al., 2023; Katepetch et al., 2013; Yumei et al., 2022).

#### 6.4. Etapa 4. Propiedades de las películas formadas a partir de los híbridos de POBN.

##### 6.4.1. Propiedades hidrófilas de la superficie de las películas.

**Figura 28**

*Ángulo de contacto de las películas*



El ángulo de contacto (CA) es el ángulo formado entre una superficie sólida y la tangente a la curva de una gota de líquido en el punto de contacto con dicha superficie. Su medición se realiza trazando una línea tangente en el borde de la gota, en el punto donde esta toca el sólido. Esta propiedad se utiliza para evaluar la humectabilidad o hidrofobicidad de un material. Un valor de  $\theta < 90^\circ$  indica una superficie hidrofílica, mientras que  $\theta > 90^\circ$  corresponde a una superficie hidrofóbica; valores de  $\theta > 150^\circ$  se asocian con superficies superhidrofóbicas (*Contact Angle Measurements and Wettability | Nanoscience Instruments, s. f.*).

El valor del CA va a depender de muchos factores, entre ellos, las fuerzas de cohesión y las fuerzas adhesivas, es decir, entre la afinidad que tengan las moléculas de hacer puentes de

hidrógeno y la afinidad superficial que exista a causa de la polaridad o grupos funcionales de la molécula. Otros factores que van a afectar esta medida de CA suelen ser la rugosidad (por efecto Cassie-Baxter) y en general los efectos sinérgicos que existan por la química superficial y la estructural del material (Danish, 2022; Park et al., 2023).

En la **Figura 28** se observa que para la POBN el ángulo de contacto fue inferior a 90°, lo cual indica una superficie con carácter hidrofílico. Este comportamiento se atribuye a la alta afinidad para formar puentes de hidrógeno con los grupos -OH y COO<sup>-</sup> de la POBN (Calderón-Vergara et al., 2020). Asimismo, los materiales POBN/SiO<sub>2</sub> *in situ*, POBN/SiO<sub>2</sub> Raquis, POBN/SiO<sub>2</sub> TEOS también mostraron carácter hidrofílico. Esto se atribuye a varios factores, por ejemplo, con los materiales POBN/SiO<sub>2</sub> *in situ* y POBN/SiO<sub>2</sub> TEOS se asocia a la ausencia de grupos de óxidos de silicio superficialmente expuestos que afectarían el CA. Además, se presume la presencia de grupos silanol Si-OH en el material, los cuales aumentarían la capacidad hidrofílica del material (Yang et al., 2016).

Por otro lado, el comportamiento hidrofílico del material POBN/SiO<sub>2</sub> obtenido a partir de raquis se relaciona con la baja uniformidad estructural del compuesto. En este caso, el SiO<sub>2</sub> extraído del raquis tiende a formar aglomerados de tamaño micrométrico, lo que afecta la rugosidad superficial y, por consiguiente, la medida del ángulo de contacto. En contraste, los materiales POBN/ZnO, independientemente del método de síntesis empleado, presentaron un aumento en el ángulo de contacto en comparación con la matriz POBN. Aunque no alcanzaron un valor  $\theta > 90^\circ$ , se evidenció una mejora en sus propiedades superficiales. Esta mejora puede explicarse por el incremento en la rugosidad superficial, que favorece la formación de microcavidades de aire entre la superficie y la gota, generando el denominado efecto Cassie-Baxter. Dicho efecto podría potenciarse aún más mediante una mejor dispersión de las NPs, una

mayor uniformidad estructural y un incremento en la concentración de ZnO en la matriz (Ning et al., 2017).

#### 6.4.2. Actividad antibacterial.

**Tabla 8**

*Porcentaje de reducción de células bacterianas viables para E. coli.*

<i>E. Coli</i>				
Muestra	Dilución calculada	Hora 0	Hora 24	Porcentaje de reducción de células bacterianas viables
POBN	10 <sup>6</sup>	15 UFC	20 UFC	NA
POBN-Raquis	10 <sup>4</sup>	19 UFC	25 UFC	NA
POBN-SiO <sub>2</sub> disper	10 <sup>6</sup>	4 UFC	6 UFC	NA
POBN-SiO <sub>2</sub> <i>in situ</i>	10 <sup>6</sup>	7 UFC	7 UFC	0%
POBN-ZnO disper	10 <sup>8</sup>	3 UFC	2 UFC	33,33%
POBN-ZnO <i>in situ</i>	10 <sup>6</sup>	5 UFC	5 UFC	0%

**Tabla 9**

*Porcentaje de reducción de células bacterianas viables para S. Aureus.*

<i>S. Aureus</i>				
Muestra	Dilución calculada	Hora 0	Hora 24	Porcentaje de reducción de células bacterianas viables
POBN	10 <sup>6</sup>	3 UFC	5 UFC	NA
POBN-Raquis	10 <sup>6</sup>	2 UFC	2 UFC	0%
POBN-SiO <sub>2</sub> disper	10 <sup>6</sup>	1 UFC	2 UFC	NA
POBN-SiO <sub>2</sub> <i>in situ</i>	10 <sup>6</sup>	4 UFC	7 UFC	NA
POBN-ZnO disper	10 <sup>6</sup>	4 UFC	3 UFC	25,00%
POBN-ZnO <i>in situ</i>	10 <sup>6</sup>	3 UFC	3 UFC	0%

Los resultados de las pruebas de actividad antimicrobiana se presentan en las **Tablas 8 y 9**. La única muestra que evidenció una inhibición del crecimiento bacteriano fue POBN/ZnO disper, la cual mostró actividad antimicrobiana frente a ambas cepas evaluadas. En contraste, la muestra POBN/ZnO *in situ* presentó un efecto bacteriostático, caracterizado por la estabilidad en el número de unidades formadoras de colonias (UFC) entre 0 y 24 h, sin incremento ni disminución de la carga microbiana. Las demás muestras exhibieron respuestas variables, con algunos casos que sugieren un posible efecto proliferativo sobre las bacterias evaluadas. Cabe destacar que los biocompuestos que contienen ZnO, independientemente del método de incorporación, presentan actividad antimicrobiana frente a bacterias Gram positivas y Gram negativas, lo que resalta el potencial del ZnO como agente antimicrobiano en matrices poliméricas. Aunque no se obtuvieron resultados comparables a los reportados, en otros estudios, como los de Katepetch y colaboradores (2013) y Guan y colaboradores (2019), lograron porcentajes de inhibición de hasta un 99,8 % utilizando diferentes tipos de síntesis y morfologías de NPs, esta diferencia podría atribuirse a la baja concentración de ZnO en la superficie de los biocompuestos evaluados en el presente trabajo. En dichos estudios, la carga de NPs alcanzó valores cercanos al 38 % en peso seco, lo que podría explicar la mayor eficacia antimicrobiana observada. Por otra parte, los biocompuestos basados en SiO<sub>2</sub> también han demostrado potencial antimicrobiano. Por ejemplo, Sagar y colaboradores (2024) reportaron actividad inhibitoria mediante la metodología de difusión en disco, observando diámetros de inhibición atribuibles a las propiedades intrínsecas de las NPs de SiO<sub>2</sub>. Entre los mecanismos asociados a dicha actividad se destacan su hidrofobicidad, oleofobicidad, naturaleza catiónica, resistencia a ácidos, así como su excelente flexibilidad y resistencia a la abrasión y corrosión, características que en conjunto limitan la adhesión y proliferación de microorganismos en la superficie del material (Sagar et al., 2024).

## 7. Conclusiones.

El tratamiento con APA, empleado como agente de blanqueo, resultó eficaz en la eliminación de impurezas presentes en la CB. Esta metodología, además de ser considerada una alternativa verde, demostró ser rápida y poco agresiva. Los valores obtenidos de DO y  $\sigma$  fueron considerablemente inferiores a los reportados para métodos convencionales basados en agentes oxidantes más agresivos, lo que confirma su efectividad y menor impacto sobre la estructura de la celulosa.

El uso de APA como agente oxidante presentó ciertas controversias, ya que los valores de DO y  $\sigma$  obtenidos fueron inferiores a los esperados. Sin embargo, técnicas espectroscópicas como FT-IR y XPS confirmaron la oxidación de la CB, proporcionando evidencia suficiente para concluir que el tratamiento tuvo un efecto oxidativo. Además, los resultados obtenidos mediante DLS y potencial Z indicaron la formación de suspensiones estables y homogéneamente dispersas, características típicas de tratamientos oxidativos en celulosa.

Se demostró que la POBN actuó eficazmente como matriz de dispersión para NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>, obtenidas a partir de diversas metodologías de síntesis y fuentes de origen, incluyendo el caso particular de las NPs de SiO<sub>2</sub> extraídas del raquis de palma. La caracterización mediante FT-IR, DRX y XPS permitió un análisis composicional detallado de los biocompuestos híbridos formados por POBN y las NPs, confirmando la incorporación de los nanomateriales en la matriz polimérica.

A partir de los biocompuestos obtenidos, se fabricaron películas que mostraron propiedades prometedoras como material con capacidad de filtrado UV, evaluadas mediante espectroscopía UV-Vis en estado de dispersión acuosa. Además, estas películas adquirieron

características funcionales adicionales, como una disminución en la hidrofiliidad, evidenciado por la medición del ángulo de contacto y por la evaluación de la actividad antimicrobiana frente a bacterias Grampositivas y Gramnegativas, observándose que los biocompuestos con nanopartículas de ZnO incorporadas por dispersión presentaron un efecto más marcado. No obstante, la actividad antimicrobiana no fue generalizada en todas las muestras. Estos resultados sugieren que la eficacia antimicrobiana depende fuertemente de factores como la distribución, concentración y forma de incorporación de las nanopartículas.

### **8. Recomendaciones.**

Para mejorar el rendimiento oxidativo utilizando ácido peracético (APA), se recomienda aplicar metodologías que empleen tiempos de reacción más cortos, pero con repeticiones sucesivas del proceso, lo cual podría optimizar la eficiencia sin comprometer la integridad estructural de la celulosa. En cuanto a la mejora de las propiedades funcionales de los híbridos, se sugiere aumentar la carga de NPs, ya que en este estudio se limitó al 2 %, lo que podría haber restringido el desempeño potencial de los materiales. Respecto al uso de NPs de SiO<sub>2</sub> obtenidas a partir del raquis de palma, se considera una estrategia prometedora; sin embargo, se recomienda emplear métodos mecánicos complementarios para reducir el tamaño de partícula y reevaluar las propiedades resultantes. Dado el potencial que tienen estos biocompuestos en cuanto a propiedades térmicas y mecánicas, se propone que futuras investigaciones incluyan análisis detallados en estas áreas para ampliar la comprensión del desempeño de los biocompuestos desarrollados.

### Bibliografía

- Abdalkarim, S. Y. H., Yu, H.-Y., Wang, C., Yang, L., Guan, Y., Huang, L., & Yao, J. (2018). Sheet-like Cellulose Nanocrystal-ZnO Nanohybrids as Multifunctional Reinforcing Agents in Biopolyester Composite Nanofibers with Ultrahigh UV-Shielding and Antibacterial Performances. *ACS Applied Bio Materials*, *1*(3), 714-727. <https://doi.org/10.1021/acsabm.8b00188>
- Abdel-Halim, E. S., & Al-Deyab, S. S. (2011). Low temperature bleaching of cotton cellulose using peracetic acid. *Carbohydrate Polymers*, *86*(2), 988-994. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.05.051>
- Abdelraof, M., El Saied, H., & Hasanin, M. S. (2022). Green Immobilization of Glucanobacter xylinum onto Natural Polymers to Sustainable Bacterial Cellulose Production. *Waste and Biomass Valorization*, *13*(4), 2053-2069. <https://doi.org/10.1007/s12649-021-01666-w>
- Anuar, M. F., Fen, Y. W., Zaid, M. H. M., Matori, K. A., & Khaidir, R. E. M. (2018). Synthesis and structural properties of coconut husk as potential silica source. *Results in Physics*, *11*, 1-4. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.08.018>
- Azman Mohammad Taib, M. N., Hamidon, T. S., Garba, Z. N., Trache, D., Uyama, H., & Hussin, M. H. (2022). Recent progress in cellulose-based composites towards flame retardancy applications. *Polymer*, *244*, 124677. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.124677>
- Baghaei, B., & Skrifvars, M. (2020). All-Cellulose Composites: A Review of Recent Studies on Structure, Properties and Applications. *Molecules*, *25*(12), Article 12. <https://doi.org/10.3390/molecules25122836>

- Calderón-Vergara, L. A., Ovalle-Serrano, S. A., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2020). Influence of post-oxidation reactions on the physicochemical properties of TEMPO-oxidized cellulose nanofibers before and after amidation. *Cellulose*, 27(3), 1273-1288. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02849-4>
- Chaurasia, V., Chand, N., & Bajpai, S. K. (2010). Water Sorption Properties and Antimicrobial Action of Zinc Oxide Nanoparticles-Loaded Cellulose Acetate Films. *Journal of Macromolecular Science, Part A*, 47(4), 309-317. <https://doi.org/10.1080/10601320903539207>
- Cheng, C., Li, H., Wang, J., Wang, H., & Yang, X. (2020). A review of measurement methods for peracetic acid (PAA). *Frontiers of Environmental Science & Engineering*, 14. <https://doi.org/10.1007/s11783-020-1266-5>
- Chitbanyong, K., Pisutpiched, S., Khantayanuwong, S., Theeragool, G., & Puangsin, B. (2020). TEMPO-oxidized cellulose nanofibril film from nano-structured bacterial cellulose derived from the recently developed thermotolerant *Komagataeibacter xylinus* C30 and *Komagataeibacter oboediens* R37–9 strains. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163, 1908-1914. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.09.124>
- Contact Angle Measurements and Wettability | Nanoscience Instruments*. (s. f.). Recuperado 30 de abril de 2025, de <https://www.nanoscience.com/techniques/tensiometry/contact-angle-measurements-and-wettability/>
- Coseri, S. (2017). Cellulose: To depolymerize... or not to? *Biotechnology Advances*, 35(2), 251-266. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2017.01.002>
- Cuevas García, G. P. (2021). *Obtención de nanocelulosa mediante oxidación de celulosa bacteriana con ácido peracético*.

- Danish, M. (2022). Contact Angle Studies of Hydrophobic and Hydrophilic Surfaces. En *Handbook of Magnetic Hybrid Nanoalloys and their Nanocomposites* (pp. 761-782). Springer, Cham. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-90948-2\\_24](https://doi.org/10.1007/978-3-030-90948-2_24)
- de Lima, A. da C. A., Caetano, V. F., & Vinhas, G. M. (2024). Development of active biodegradable films based on bacterial cellulose/poly(vinyl alcohol) and antioxidant food complex for application in food packaging. *Polymer Bulletin*, 81(16), 14605-14624. <https://doi.org/10.1007/s00289-024-05397-5>
- Dorado Robelto, L. F. (2017). *Obtención de ácido peracético en solución orgánica a partir de oxígeno molecular y acetaldehído*. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/63905>
- Emenike, E. C., Iwuozor, K. O., Saliu, O. D., Ramontja, J., & Adeniyi, A. G. (2023). Advances in the extraction, classification, modification, emerging and advanced applications of crystalline cellulose: A review. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 6, 100337. <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2023.100337>
- Farooq, A., Patoary, M. K., Zhang, M., Mussana, H., Li, M., Naeem, M. A., Mushtaq, M., Farooq, A., & Liu, L. (2020). Cellulose from sources to nanocellulose and an overview of synthesis and properties of nanocellulose/zinc oxide nanocomposite materials. *International Journal of Biological Macromolecules*, 154, 1050-1073. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.163>
- Fatehah, M. O., Aziz, H. A., & Stoll, S. (2014). Stability of ZnO Nanoparticles in Solution. Influence of pH, Dissolution, Aggregation and Disaggregation Effects. *Journal of Colloid Science and Biotechnology*, 3(1), 75. <https://doi.org/10.1166/jcsb.2014.1072>
- Ghorbani, F., Sanati, A., & Maleki, M. (2015, septiembre 1). *Production of Silica Nanoparticles from Rice Husk as Agricultural Waste by Environmental Friendly Technique*.

<https://www.semanticscholar.org/paper/Production-of-Silica-Nanoparticles-from-Rice-Husk-Ghorbani-Sanati/aeced706694156d59fb33cbce9d4a68c2f3195fe>

Ghosh, T., Chattopadhyay, A., Pramanik, S., Mukherjee, S., Das, S., Mandal, A. C., & Kuir, P. K. (2022). Bio-synthesis of ZnO nanoparticles and their in-situ coating on cotton fabric using *Azadirachta Indica* leaf extract for enhanced antibacterial activity. *Materials Technology*, 37(11), 1755-1765. <https://doi.org/10.1080/10667857.2021.1978755>

Gómez, F. N., Combariza, M. Y., & Blanco-Tirado, C. (2017). Facile cellulose nanofibrils amidation using a ‘one-pot’ approach. *Cellulose*, 24(2), 717-730.

<https://doi.org/10.1007/s10570-016-1174-9>

Gómez-Jaimes, F. N., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2020). Amidated Cellulose Nanofibrils as Demulsifying Agents for a Natural Water-in-Heavy-Crude-Oil Emulsion. *Energy & Fuels*, 34(11), 14012-14022. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.0c02790>

Guan, Y., Yu, H.-Y., Abdalkarim, S. Y. H., Wang, C., Tang, F., Marek, J., Chen, W.-L., Militky, J., & Yao, J.-M. (2019). Green one-step synthesis of ZnO/cellulose nanocrystal hybrids with modulated morphologies and superfast absorption of cationic dyes. *International Journal of Biological Macromolecules*, 132, 51-62.

<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.104>

Gurunathan, T., Mohanty, S., & Nayak, S. K. (2015). A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 77, 1-25.

<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.06.007>

- Hincapié Rojas, D. F. (2017). *Obtención y caracterización de nanopartículas de sílice a partir de la cascarilla de arroz para estudiar el efecto de su inclusión en las propiedades de las placas de fibrocemento*. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/63677>
- Hu, W., Chen, S., Zhou, B., & Wang, H. (2010). Facile synthesis of ZnO nanoparticles based on bacterial cellulose. *Materials Science and Engineering: B*, 170(1), 88-92. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2010.02.034>
- Hu, Y., Tang, L., Lu, Q., Wang, S., Chen, X., & Huang, B. (2014). Preparation of cellulose nanocrystals and carboxylated cellulose nanocrystals from borer powder of bamboo. *Cellulose*, 21(3), 1611-1618. <https://doi.org/10.1007/s10570-014-0236-0>
- Hydrodynamic Radius—Radius of Gyration*. (s. f.). Recuperado 24 de febrero de 2025, de <https://www.malvernpanalytical.com/es/learn/knowledge-center/insights/size-matters-rh-versus-rg>
- Islam, M. A., Ong, H. L., Sezali, N. A. A., Villagracia, A. R., Tran, H. L., Yeh, C.-Y., Tsai, C.-K., & Doong, R. (2023). One-pot preparation of highly porous paddy waste derived-cellulose-silica nanocomposite membrane separator for advanced performances of supercapacitor. *Cellulose*, 30(3), 1637-1656. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04979-8>
- Isogai, A., & Bergström, L. (2018). Preparation of cellulose nanofibers using green and sustainable chemistry. *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry*, 12, 15-21. <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2018.04.008>
- Isogai, A., Saito, T., & Fukuzumi, H. (2011). TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. *Nanoscale*, 3(1), 71-85. <https://doi.org/10.1039/C0NR00583E>
- Jaschinski, T., Gunnars, S., Besemer, A. C., Bragd, P., Jetten, J. M., Dool, R. V. D., & Hartingsveldt, W. V. (2000). *Oxidized cellulose-containing fibrous materials and*

- products made therefrom* (World Intellectual Property Organization Patent WO2000050462A1). <https://patents.google.com/patent/WO2000050462A1/en>
- Jiménez, L., Ramos, E., De la Torre, M. J., Pérez, I., & Ferrer, J. L. (2008). Bleaching of soda pulp of fibres of *Musa textilis nee* (abaca) with peracetic acid. *Bioresource Technology*, 99(5), 1474-1480. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.01.061>
- Kampf, G. (2018). Peracetic Acid. En G. Kampf (Ed.), *Antiseptic Stewardship: Biocide Resistance and Clinical Implications* (pp. 63-98). Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-98785-9\\_5](https://doi.org/10.1007/978-3-319-98785-9_5)
- Katepetch, C., Rujiravanit, R., & Tamura, H. (2013). Formation of nanocrystalline ZnO particles into bacterial cellulose pellicle by ultrasonic-assisted in situ synthesis. *Cellulose*, 20(3), 1275-1292. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-9892-8>
- Kawano, T., & Imai, H. (2006). Fabrication of ZnO Nanoparticles with Various Aspect Ratios through Acidic and Basic Routes. *Crystal Growth & Design*, 6(4), 1054-1056. <https://doi.org/10.1021/cg050338a>
- Khan, A., Wen, Y., Huq, T., & Ni, Y. (2018). Cellulosic Nanomaterials in Food and Nutraceutical Applications: A Review. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(1), 8-19. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b04204>
- Khan, H., Kadam, A., & Dutt, D. (2020). Studies on bacterial cellulose produced by a novel strain of *Lactobacillus* genus. *Carbohydrate Polymers*, 229, 115513. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115513>
- Khorsand Zak, A., Majid, W. H. abd., Wang, H. Z., Yousefi, R., Moradi Golsheikh, A., & Ren, Z. F. (2013). Sonochemical synthesis of hierarchical ZnO nanostructures. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(1), 395-400. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.07.001>

- Kumar, S. S., Venkateswarlu, P., Rao, V. R., & Rao, G. N. (2013). Synthesis, characterization and optical properties of zinc oxide nanoparticles. *International Nano Letters*, 3(1), 1-6. <https://doi.org/10.1186/2228-5326-3-30>
- Kunigk, L., Galizia, S. P., Shikishima, R. T. K., Gedraite, R., & Jurkiewicz, C. H. (2014). INFLUENCE OF TEMPERATURE AND PH ON THE DECOMPOSITION KINETICS OF PERACETIC ACID IN AQUEOUS SOLUTIONS. *Latin American Applied Research - An International Journal*, 44(3), Article 3. <https://doi.org/10.52292/j.laar.2014.441>
- Kwon, G., Lee, K., Kim, D., Jeon, Y., Kim, U.-J., & You, J. (2020). Cellulose nanocrystal-coated TEMPO-oxidized cellulose nanofiber films for high performance all-cellulose nanocomposites. *Journal of Hazardous Materials*, 398, 123100. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123100>
- Le Gars, M., Delvart, A., Roger, P., Belgacem, M. N., & Bras, J. (2020). Amidation of TEMPO-oxidized cellulose nanocrystals using aromatic aminated molecules. *Colloid and Polymer Science*, 298(6), 603-617. <https://doi.org/10.1007/s00396-020-04640-5>
- Le, V. H., Thuc, C. N. H., & Thuc, H. H. (2013). Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method. *Nanoscale Research Letters*, 8(1), 1-10. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-58>
- Levanič, J., Šenk, V. P., Nadrah, P., Poljanšek, I., Oven, P., & Haapala, A. (2020). Analyzing TEMPO-Oxidized Cellulose Fiber Morphology: New Insights into Optimization of the Oxidation Process and Nanocellulose Dispersion Quality. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 8(48), 17752-17762. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c05989>

- Li, W., Wang, S., Fan, Z., Li, S., & Newman, N. (2023). Oxidized bacterial cellulose functionalized with SiO<sub>2</sub> nanoparticles as a separator for lithium-metal and lithium-sulfur batteries. *Cellulose*, 30(1), 481-493. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04931-w>
- Liang, T., & Wang, L. (2015). An environmentally safe and nondestructive process for bleaching birch veneer with peracetic acid. *Journal of Cleaner Production*, 92, 37-43. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.12.087>
- Liu, J., Chen, P., Qin, D., Jia, S., Jia, C., Li, L., Bian, H., Wei, J., & Shao, Z. (2020). Nanocomposites membranes from cellulose nanofibers, SiO<sub>2</sub> and carboxymethyl cellulose with improved properties. *Carbohydrate Polymers*, 233, 115818. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115818>
- Liu, J., & Liang, H. (2021). Heterogeneous nucleation and self-nucleation of isotactic polypropylene with addition of nano-ZnO. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 146(5), 2115-2126. <https://doi.org/10.1007/s10973-020-10446-y>
- Lu, Q., Lin, W., Tang, L., Wang, S., Chen, X., & Huang, B. (2015). A mechanochemical approach to manufacturing bamboo cellulose nanocrystals. *Journal of Materials Science*, 50(2), 611-619. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8620-6>
- Luukkonen, T. (2016). *New adsorption and oxidation-based approaches for water and wastewater treatment. Studies regarding organic peracids, boiler-water treatment, and geopolymers* [PhD Thesis]. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2198.1204>
- Madivoli, E. S., Kareru, P. G., Gichuki, J., & Elbagoury, M. M. (2022). Cellulose nanofibrils and silver nanoparticles enhances the mechanical and antimicrobial properties of polyvinyl alcohol nanocomposite film. *Scientific Reports*, 12(1), Article 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-23305-7>

- Mahalingam, V., & Sivaraju, M. (2023). Microwave-Assisted Sol-Gel Synthesis of Silica Nanoparticles Using Rice Husk as a Precursor for Corrosion Protection Application. *Silicon*, 15(4), 1967-1975. <https://doi.org/10.1007/s12633-022-02153-0>
- Martínez-Ramírez, A. P., Rincón-Ortiz, S. A., Baldovino-Medrano, V. G., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2023). Influence of reaction variables on the surface chemistry of cellulose nanofibers derived from palm oil empty fruit bunches. *RSC Advances*, 13(51), 36117-36129. <https://doi.org/10.1039/D3RA06933H>
- McMurry, Jhon. E. (2018). *Química orgánica* (9 © 2018 Idioma Español). Cengage. <https://www-ebooks7-24-com.bibliotecavirtual.uis.edu.co/?il=5149>
- Mercado, D. F., Ballesteros-Rueda, L. M., Lizarazo-Gómez, C. C., Núñez-Rodríguez, B. E., Arenas-Calderón, E., & Baldovino-Medrano, V. G. (2022). Synthesis and use of functionalized SiO<sub>2</sub> nanoparticles for formulating heavy oil macroemulsions. *Chemical Engineering Science*, 252, 117531. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2022.117531>
- Mohammadkazemi, F., Khademi Barangenani, R., & Koosha, M. (2019). Development of organic–inorganic oxidized bacterial cellulose nanobiocomposites: Ternary complexes. *Cellulose*, 26(10), 6009-6022. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02514-w>
- Mun, S., Kim, H. C., Ko, H.-U., Zhai, L., Kim, J. W., & Kim, J. (2017). Flexible cellulose and ZnO hybrid nanocomposite and its UV sensing characteristics. *Science and Technology of Advanced Materials*, 18(1), 437-446. <https://doi.org/10.1080/14686996.2017.1336642>
- Ning, R., Wu, C.-N., Takeuchi, M., Saito, T., & Isogai, A. (2017). Preparation and characterization of zinc oxide/TEMPO-oxidized cellulose nanofibril composite films. *Cellulose*, 24(11), 4861-4870. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1480-x>

- Oke, J. A., Idisi, D. O., Sarma, S., Moloi, S. J., Ray, S. C., Chen, K. H., Ghosh, A., Shelke, A., & Pong, W. F. (2019). Electronic, Electrical, and Magnetic Behavioral Change of SiO<sub>2</sub>-NP-Decorated MWCNTs. *ACS Omega*, 4(11), 14589-14598.  
<https://doi.org/10.1021/acsomega.9b01958>
- Oun, A. A., Shankar, S., & Rhim, J.-W. (2020). Multifunctional nanocellulose/metal and metal oxide nanoparticle hybrid nanomaterials. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 60(3), 435-460. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1536966>
- Ovalle-Serrano, S. A., Carrillo, V. S., Blanco-Tirado, C., Hinestroza, J. P., & Combariza, M. Y. (2015). Controlled synthesis of ZnO particles on the surface of natural cellulosic fibers: Effect of concentration, heating and sonication. *Cellulose*, 22(3), 1841-1852.  
<https://doi.org/10.1007/s10570-015-0620-4>
- Ovalle-Serrano, S. A., Gómez, F. N., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2018). Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from Colombian Figue decortication by-products. *Carbohydrate Polymers*, 189, 169-177.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.031>
- Pal, S., Mondal, S., & Maity, J. (2018). In situ generation and deposition of ZnO nanoparticles on cotton surface to impart hydrophobicity: Investigation of antibacterial activity. *Materials Technology*, 33(8), 555-562. <https://doi.org/10.1080/10667857.2018.1483306>
- Park, I. W., Ribe, J. M., Fernandino, M., & Dorao, C. A. (2023). The Criterion of the Cassie–Baxter and Wenzel Wetting Modes and the Effect of Elastic Substrates on It. *Advanced Materials Interfaces*, 10(12), 2202439. <https://doi.org/10.1002/admi.202202439>
- Pascoli, D. U., Dichiara, A., Roumeli, E., Gustafson, R., & Bura, R. (2022). Lignocellulosic nanomaterials production from wheat straw via peracetic acid pretreatment and their

application in plastic composites. *Carbohydrate Polymers*, 295, 119857.

<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119857>

Prakash, K., Kumar, P. S., Latha, P., Saravanakumar, K., & Karuthapandian, S. (2018). Design and Fabrication of a Novel Metal-Free SiO<sub>2</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Nanocomposite: A Robust Photocatalyst for the Degradation of Organic Contaminants. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 28(1), 268-278. <https://doi.org/10.1007/s10904-017-0715-5>

*Process for the production of solutions of pure peracetic acid* (Patent GB949094A). (1964).

<https://patents.google.com/patent/GB949094A/en>

Pulit-Prociak, J., Chwastowski, J., Bittencourt Rodrigues, L., & Banach, M. (2019). Analysis of the physicochemical properties of antimicrobial compositions with zinc oxide nanoparticles. *Science and Technology of Advanced Materials*, 20(1), 1150-1163.

<https://doi.org/10.1080/14686996.2019.1697617>

R. Subitha, & G. S. Prabha Littis Malar. (2020). *Synthesis of Nano-Silica Particles from Oryza Sativa Husk: Oriental Journal of Chemistry*.

<https://www.orientjchem.org/vol36no2/synthesis-of-nano-silica-particles-from-oryza-sativa-husk-2/>

Rahman, K. U., Ferreira-Neto, E. P., Rahman, G. U., Parveen, R., Monteiro, A. S., Rahman, G., Van Le, Q., Domeneguetti, R. R., Ribeiro, S. J. L., & Ullah, S. (2021). Flexible bacterial cellulose-based BC-SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-Ag membranes with self-cleaning, photocatalytic, antibacterial and UV-shielding properties as a potential multifunctional material for combating infections and environmental applications. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(1), 104708. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104708>

- Rosson, L., Tan, B., Best, W., & Byrne, N. (2024). Applications of regenerated bacterial cellulose: A review. *Cellulose*, 31(17), 10165-10190. <https://doi.org/10.1007/s10570-024-06220-0>
- Saavedra-Sanabria, O. L., Durán, D., Cabezas, J., Hernández, I., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2021). Cellulose biosynthesis using simple sugars available in residual cacao mucilage exudate. *Carbohydrate Polymers*, 274, 118645. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118645>
- Sagar, S., Khalid, U., Azim, W., Kanwal, M., & Hossain, N. (2024). Reinforcement of biodegradable SiO<sub>2</sub>NPs-modified cellulose-gelatin hydrogel films with antioxidant and antibacterial properties as potential food packaging composite. *Journal of Cluster Science*, 35(5), 1613-1624. <https://doi.org/10.1007/s10876-024-02615-y>
- Saito, T., & Isogai, A. (2004). TEMPO-Mediated Oxidation of Native Cellulose. The Effect of Oxidation Conditions on Chemical and Crystal Structures of the Water-Insoluble Fractions. *Biomacromolecules*, 5(5), 1983-1989. <https://doi.org/10.1021/bm0497769>
- Sandoval Miranda, A. S. (2021). *Cationización de celulosa bacteriana usando sales de amonio cuaternarias*.
- Santos, S. M., Carbajo, J. M., Quintana, E., Ibarra, D., Gomez, N., Ladero, M., Eugenio, M. E., & Villar, J. C. (2015). Characterization of purified bacterial cellulose focused on its use on paper restoration. *Carbohydrate Polymers*, 116, 173-181. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.064>
- Seddiqi, H., Oliaei, E., Honarkar, H., Jin, J., Geonzon, L. C., Bacabac, R. G., & Klein-Nulend, J. (2021). Cellulose and its derivatives: Towards biomedical applications. *Cellulose*, 28(4), 1893-1931. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03674-w>

- Seghir, B. B., Hemmami, H., Hocine, B. M. E., Soumeia, Z., Sharifi-Rad, M., Awuchi, C. G., Amor, I. B., Kouadri, I., Rebiai, A., Bouthaina, S., Malik, A., Meniai, C., Pohl, P., & Messaoudi, M. (2023). Methods for the Preparation of Silica and Its Nanoparticles from Different Natural Sources. *Biological Trace Element Research*, 201(12), 5871-5883. <https://doi.org/10.1007/s12011-023-03628-w>
- Shafie, A. E., Fouda, M. M. G., & Hashem, M. (2009). One-step process for bio-scouring and peracetic acid bleaching of cotton fabric. *Carbohydrate Polymers*, 78(2), 302-308. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.04.002>
- Shi, L.-E., Li, Zhen-Hua, Zheng, Wei, Zhao, Yi-Fan, Jin, Yong-Fang, & Tang, Z.-X. (2014). Synthesis, antibacterial activity, antibacterial mechanism and food applications of ZnO nanoparticles: A review. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 31(2), 173-186. <https://doi.org/10.1080/19440049.2013.865147>
- Silica Nanoparticles* | SpringerLink. (s. f.). Recuperado 21 de febrero de 2025, de [https://link-springer-com.bibliotecavirtual.uis.edu.co/chapter/10.1007/978-981-33-6158-4\\_3](https://link-springer-com.bibliotecavirtual.uis.edu.co/chapter/10.1007/978-981-33-6158-4_3)
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., Kiemle, D. J., & Bryce, D. L. (2014). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. John Wiley & Sons.
- Singh, G., Dizaji, H. B., Puttuswamy, H., & Sharma, S. (2022). Biogenic Nanosilica Synthesis Employing Agro-Waste Rice Straw and Its Application Study in Photocatalytic Degradation of Cationic Dye. *Sustainability*, 14(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/su14010539>
- Sode, F. (2014). Simultaneous determination of peracetic acid and acetic acid by titration with NaOH. *Analytical Methods*, 6(7), 2406-2409. <https://doi.org/10.1039/C3AY41836G>

- Suárez, D. E. (2009). *Diseño conceptual de una planta de producción de ácido peracético a partir de peróxido de hidrógeno y ácido acético*. 2009.
- Suhas, Gupta, V. K., Carrott, P. J. M., Singh, R., Chaudhary, M., & Kushwaha, S. (2016). Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent. *Bioresource Technology*, 216, 1066-1076. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.106>
- Talebian, N., Amininezhad, S. M., & Doudi, M. (2013). Controllable synthesis of ZnO nanoparticles and their morphology-dependent antibacterial and optical properties. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 120, 66-73. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2013.01.004>
- Thomas, B., Raj, M. C., B, A. K., H, R. M., Joy, J., Moores, A., Drisko, G. L., & Sanchez, C. (2018). Nanocellulose, a Versatile Green Platform: From Biosources to Materials and Their Applications. *Chemical Reviews*, 118(24), 11575-11625. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.7b00627>
- Tian, X., Li, Y., Wan, S., Wu, Z., & Wang, Z. (2017). Functional Surface Coating on Cellulosic Flexible Substrates with Improved Water-Resistant and Antimicrobial Properties by Use of ZnO Nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, 2017, 9689035. <https://doi.org/10.1155/2017/9689035>
- Toshikj, E., Tarbuk, A., Grgić, K., Mangovska, B., & Jordanov, I. (2019). Influence of different oxidizing systems on cellulose oxidation level: Introduced groups versus degradation model. *Cellulose*, 26(2), 777-794. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2133-4>
- Valencia, L., Kumar, S., Nomena, E. M., Salazar-Alvarez, G., & Mathew, A. P. (2020). In-Situ Growth of Metal Oxide Nanoparticles on Cellulose Nanofibrils for Dye Removal and

- Antimicrobial Applications. *ACS Applied Nano Materials*, 3(7), 7172-7181.  
<https://doi.org/10.1021/acsanm.0c01511>
- Vishnu Chandar, J., Shanmugan, S., Murugan, P., Mutharasu, D., & Sudesh, K. (2017). Structural Analysis of ZnO Nanoparticles Reinforced P(3HB-co-15 mol% 3HHx) Bioplastic Composite. *Journal of Polymers and the Environment*, 25(4), 1251-1261.  
<https://doi.org/10.1007/s10924-016-0893-1>
- Wang, Y., Zhang, Q., Li, P., & Huang, J.-T. (2022). A durable and sustainable superhydrophobic surface with intertwined cellulose/SiO<sub>2</sub> blends for anti-icing and self-cleaning applications. *Materials & Design*, 217, 110628.  
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110628>
- Wasim, M., Shi, F., Liu, J., Farooq, A., Khan, S. U., Salam, A., Hassan, T., & Zhao, X. (2021). An overview of Zn/ZnO modified cellulosic nanocomposites and their potential applications. *Journal of Polymer Research*, 28(9), 338. <https://doi.org/10.1007/s10965-021-02689-6>
- Wen, J., Yin, Y., Peng, X., & Zhang, S. (2019). Using H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> to selectively oxidize recyclable cellulose yarn with high carboxyl content. *Cellulose*, 26(4), 2699-2713.  
<https://doi.org/10.1007/s10570-018-2217-1>
- Wu, C.-N., & Cheng, K.-C. (2017). Strong, thermal-stable, flexible, and transparent films by self-assembled TEMPO-oxidized bacterial cellulose nanofibers. *Cellulose*, 24(1), 269-283. <https://doi.org/10.1007/s10570-016-1114-8>
- Wu, C.-N., Wang, T.-E., Hsieh, C.-C., Cheng, K.-C., & Wu, K. C.-W. (2023). Biocompatible and antibacterial poly(lactic acid)/cellulose nanofiber-silver nanoparticle biocomposites

- prepared via Pickering emulsion method. *International Journal of Biological Macromolecules*, 253, 127495. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127495>
- XPS-ESCA. (s. f.). EAG Laboratories. Recuperado 6 de mayo de 2025, de <https://www.eag.com/techniques/spectroscopy/x-ray-photoelectron-spectroscopy-xps-esca/>
- Xu, P., Wang, H., Tong, R., Du, Q., & Zhong, W. (2006). Preparation and morphology of SiO<sub>2</sub>/PMMA nanohybrids by microemulsion polymerization. *Colloid and Polymer Science*, 284(7), 755-762. <https://doi.org/10.1007/s00396-005-1428-9>
- Yan, Y., Wang, K., Wang, Z., Gindl-Altmutter, W., Zhang, S., & Li, J. (2017). Fabrication of homogeneous and enhanced soybean protein isolate-based composite films via incorporating TEMPO oxidized nanofibrillated cellulose stabilized nano-ZnO hybrid. *Cellulose*, 24(11), 4807-4819. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1469-5>
- Yang, X., Zhu, L., Chen, Y., Bao, B., Xu, J., & Zhou, W. (2016). Controlled hydrophilic/hydrophobic property of silica films by manipulating the hydrolysis and condensation of tetraethoxysilane. *Applied Surface Science*, 376, 1-9. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.068>
- Yu, G., & Cheng, Y. (2020). Effects of Inorganic ZnO Particle Doping on Crystalline Polymer Morphology and Space Charge Behavior. *Coatings*, 10(10), Article 10. <https://doi.org/10.3390/coatings10100932>
- Yumei, C., Gang, W., Pei, S., Luo, H., Xichen, Z., Biao, Z., & Zhu, J. (2022). Nanosized ZnO/SiO<sub>2</sub>-Based Amphiphobic Coatings for Stone Heritage Protection. *ACS Applied Nano Materials*, 5(12), 18708-18717. <https://doi.org/10.1021/acsnm.2c04463>

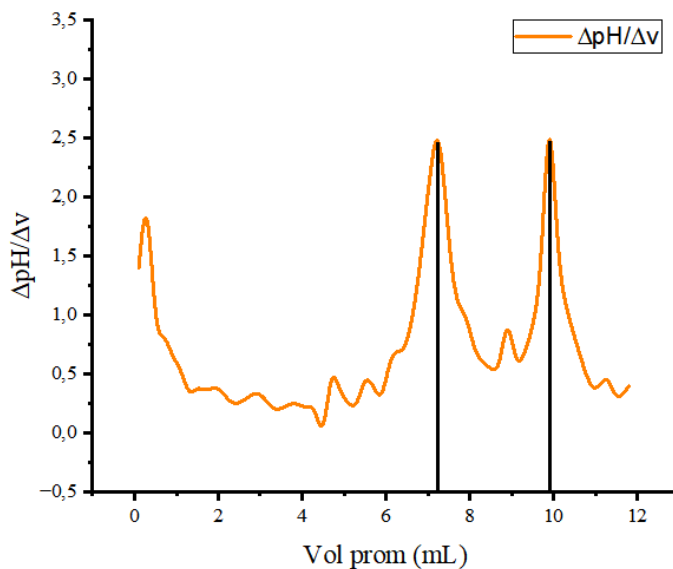
- Zamiri, R., Rebelo, A., Zamiri, G., Adnani, A., Kuashal, A., Belsley, M. S., & Ferreira, J. M. F. (2014). Far-infrared optical constants of ZnO and ZnO/Ag nanostructures. *RSC Adv.*, 4(40), 20902-20908. <https://doi.org/10.1039/C4RA01563K>
- Zeng, C., Shadman, F., & Sierra-Alvarez, R. (2017). Transport and abatement of fluorescent silica nanoparticle (SiO<sub>2</sub> NP) in granular filtration: Effect of porous media and ionic strength. *Journal of Nanoparticle Research*, 19(3), 105. <https://doi.org/10.1007/s11051-017-3808-8>
- Zeng, J., Zeng, Z., Cheng, Z., Wang, Y., Wang, X., Wang, B., & Gao, W. (2021). Cellulose nanofibrils manufactured by various methods with application as paper strength additives. *Scientific Reports*, 11(1), Article 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-91420-y>
- Zhang, T., & Huang, C.-H. (2020). Modeling the Kinetics of UV/Peracetic Acid Advanced Oxidation Process. *Environmental Science & Technology*, 54(12), 7579-7590. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b06826>
- Zhao, X., Ting, Z., Yu-Jie, Z., & De-Hua, L. (2008). Preparation of Peracetic Acid from Acetic Acid and Hydrogen Peroxide: Experimentation and Modeling. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 8, 35-41.
- Zuber, M., Zia, K. M., Bhatti, I. A., Ali, Z., Arshad, M. U., & Saif, M. J. (2012). Modification of cellulosic fibers by UV-irradiation. Part II: After treatments effects. *International Journal of Biological Macromolecules*, 51(5), 743-748. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2012.07.001>

## Apéndices

### Apéndice A. Determinación concentración del ácido peracético

#### Figura 1

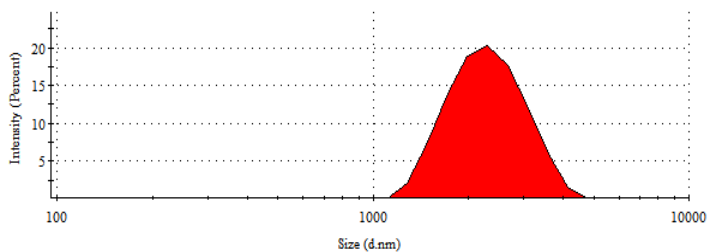
*Primera derivada curva de titulación del ácido peracético*



### Apéndice B. Distribuciones de tamaño obtenidas por análisis DLS

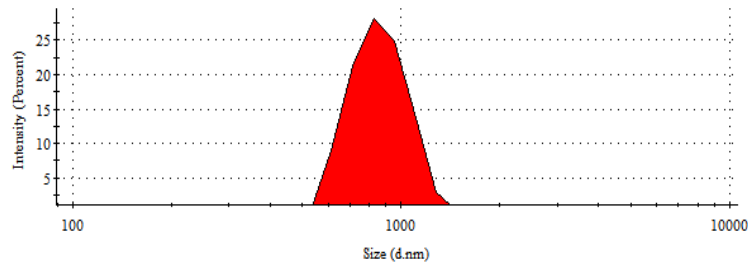
#### Figura 1

*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de celulosa blanqueada*

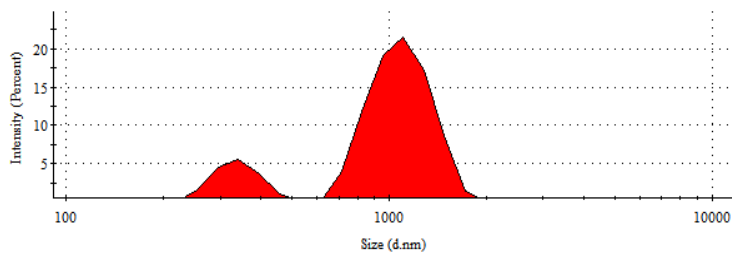


**Figura 2**

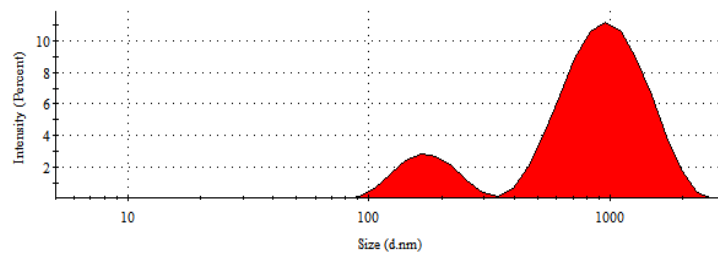
*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de celulosa oxidada a pH4*

**Figura 3**

*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de celulosa oxidada a pH6*

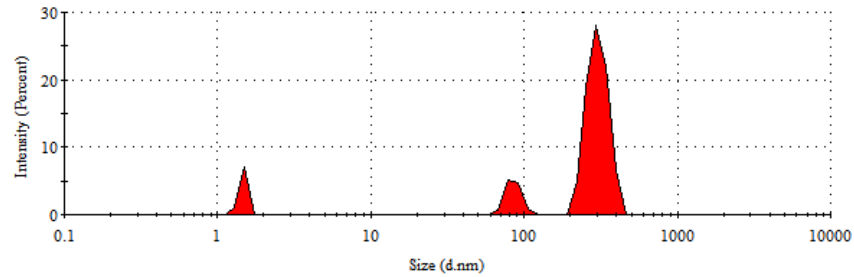
**Figura 4**

*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de celulosa oxidada a pH8*

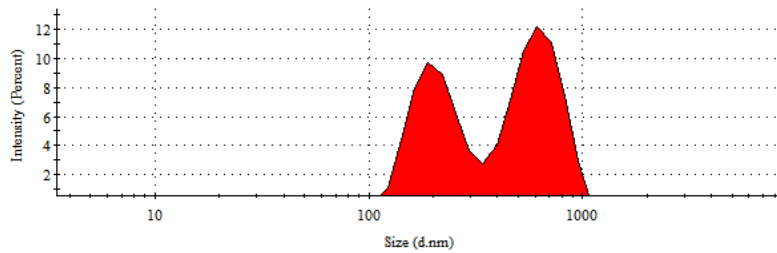


**Apéndice C.** Distribuciones de tamaño obtenidas por análisis DLS para NPs de ZnO y SiO<sub>2</sub>**Figura 5**

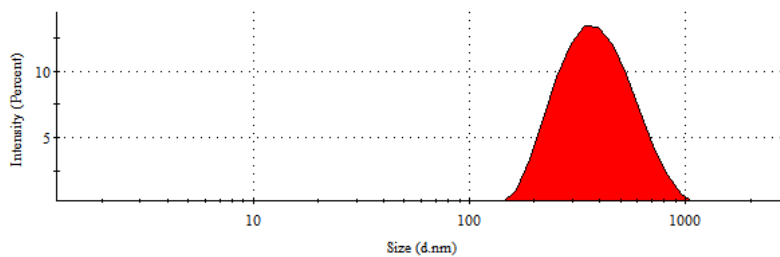
*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de NPs de ZnO*

**Figura 6**

*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de NPs de SiO<sub>2</sub> extraídas del raquis de palma*

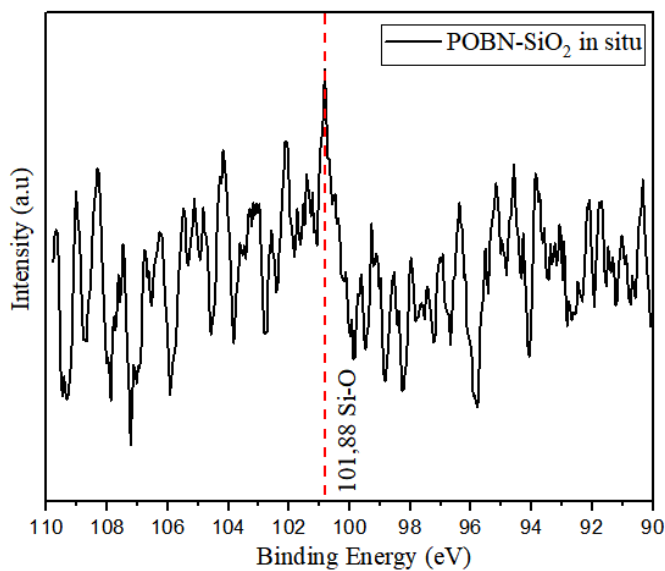
**Figura 7**

*Distribuciones de tamaño obtenidas por DLS de NPs de SiO<sub>2</sub> obtenidas de TEOS*

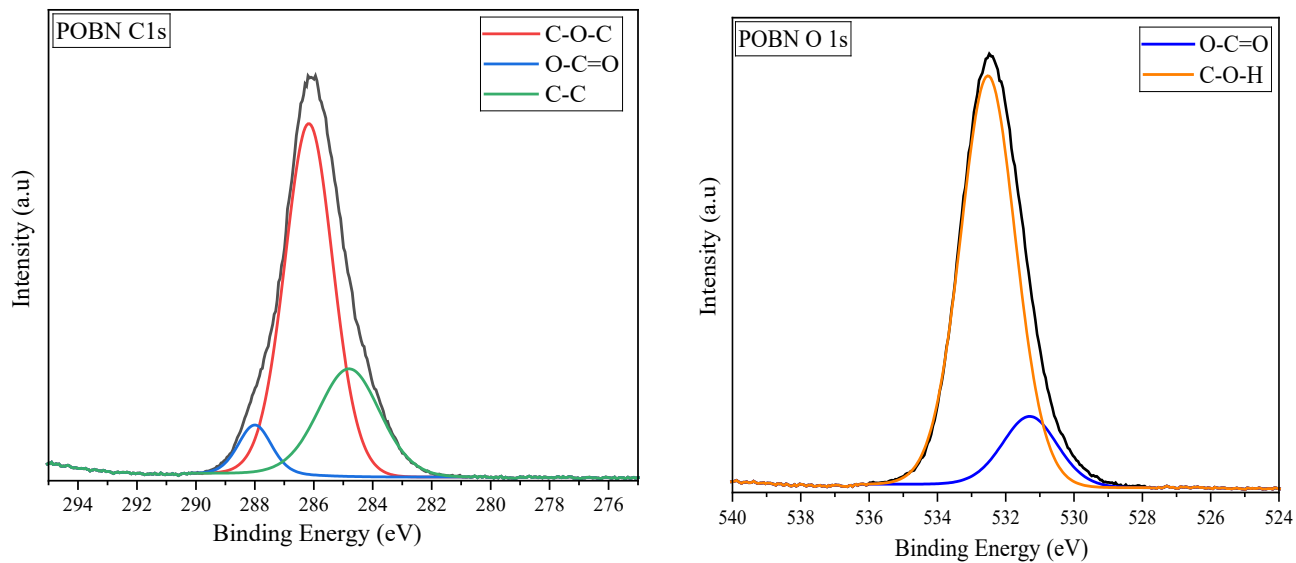


**Apéndice D. Espectros de alta resolución XPS****Figura 8**

*Espectros XPS de alta resolución para caracterizar las NPs de SiO<sub>2</sub> en la POBN-SiO<sub>2</sub> in situ*

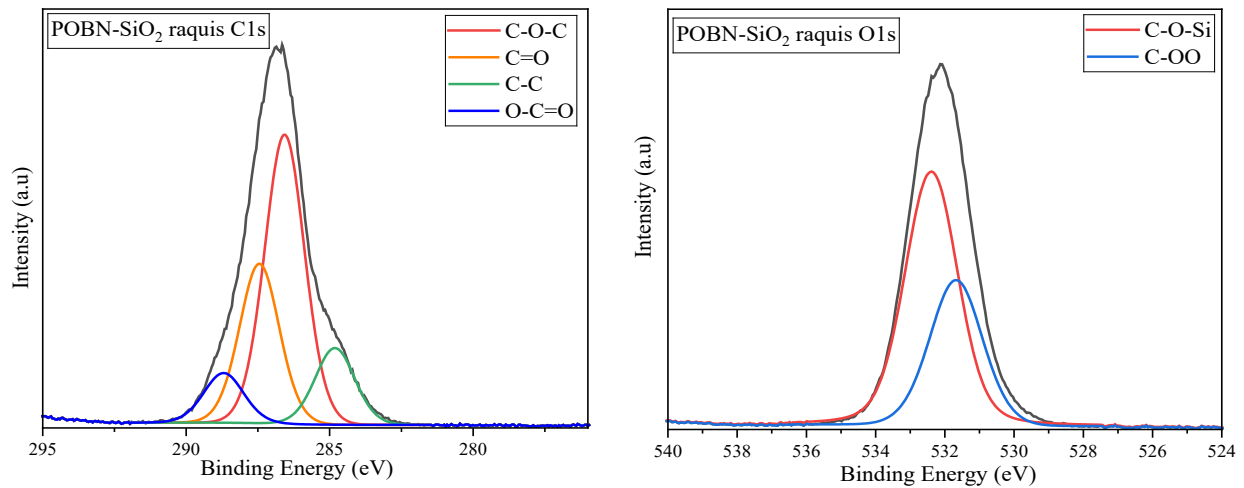
**Figura 9**

*Espectros XPS de alta resolución C 1s y O 1s de la POBN*

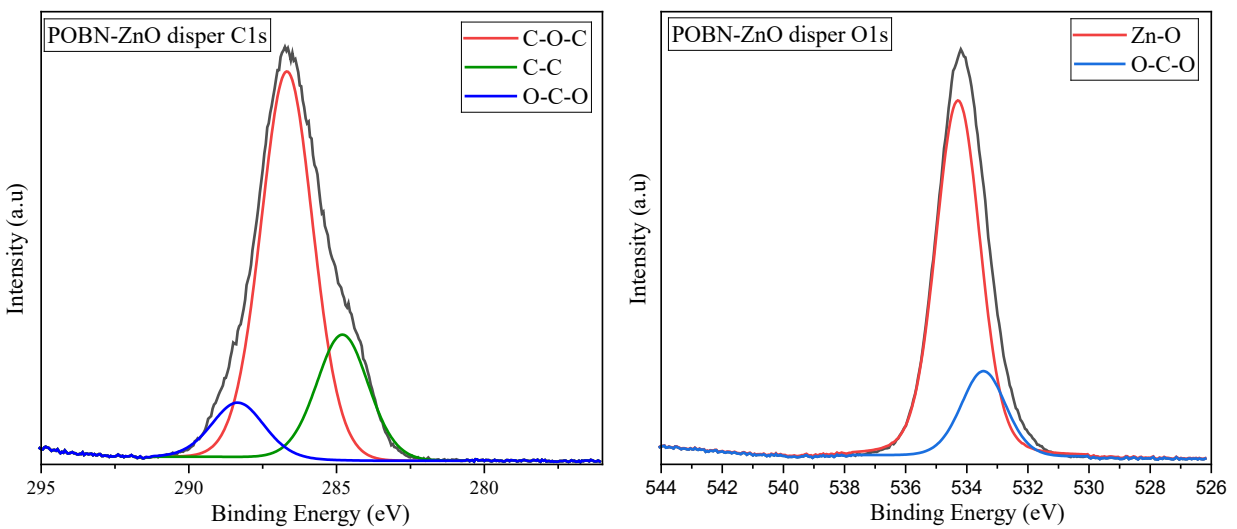


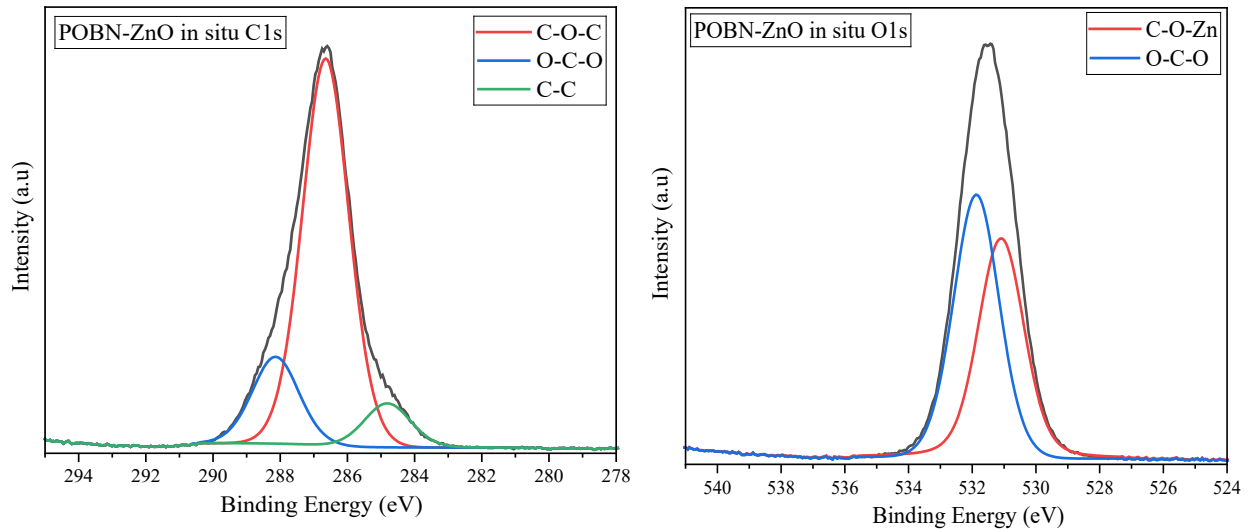
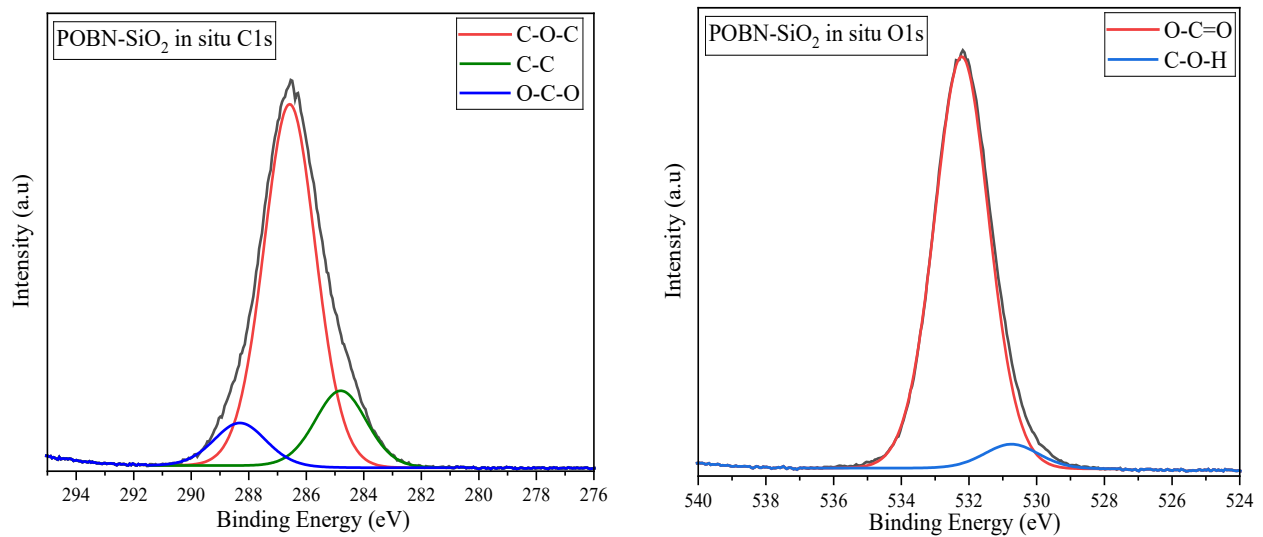
**Figura 10**

*Espectros XPS de alta resolución C 1s y O 1s de la POBN-SiO<sub>2</sub> raquis*

**Figura 11**

*Espectros XPS de alta resolución C 1s y O 1s de la POBN-ZnO disper*



**Figura 12***Espectros XPS de alta resolución C 1s y O 1s de la POBN-ZnO in situ***Figura 13***Espectros XPS de alta resolución C 1s y O 1s de la POBN-SiO<sub>2</sub> in situ*

**Figura 14**

*Espectros XPS de alta resolución C 1s y O1s de la POBN-SiO<sub>2</sub> disper*

