DESDE 2013
https://repository.uaeh.edu.mx/revistas/index.php/icbi/issue/archive
Pädi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI

ISSN: 2007-6363

Publicación Semestral Pädi Vol. 12 No. 24 (2025) 56-60

# Síntesis de nanocelulosa de olote de maíz mediante hidrólisis ácida
# Nanocellulose synthesis from corn cob by acid hydrolysis

L. Lozano-Salas [a], G. Ortiz-Duarte [b], I. C. Romero-Ibarra [c], A. Canseco-Urbieta [d]
E. Bravo-González [e], Y. A. León-Nataret [e,*]

[a] *Universidad Tecnológica Metropolitana de Aguascalientes, Av. Gerónimo de la Cueva S/N, Fracc. Villas del Río. C.P. 20126 Aguascalientes, Ags, México.*
[b] *Universidad Autónoma de Aguascalientes, Av. Universidad 940, Ciudad Universitaria, C.P. 20100, Aguascalientes, Ags. México.*
[c] *Instituto Politécnico Nacional, Av. Luis Enrique Erro S/N, Unidad Profesional Adolfo López Mateos, Zacatenco, Alcaldía Gustavo A. Madero, C.P. 07738, Ciudad de México, México.*
[d] *Universidad Autónoma Benito Juárez de Oaxaca, Av. Universidad S/N. Ex-Hacienda 5 Señores, C.P. 68120 Oaxaca de Juárez, México*
[e] *Instituto de Nanotecnología Aplicada, Circuito Hacienda Real de Tultepec, Petunias 1-13B, Hacienda Real de Tultepec, C.P. 54987, Edo. Méx., México.*

**Resumen**

El olote de maíz se considera un residuo agrícola producido por la separación del grano y la mazorca, el cual se considera un material con una elevada masa lignocelulósica. Anualmente, se produce en grandes cantidades debido a la actividad agrícola y agroindustrial en México, a pesar de ello, éste no representa ningún valor monetario para los productores, por lo que termina siendo incinerado, provocando la inestabilidad del cambio climático. No obstante, la extracción de nanoscelulosa de olote de maíz resulta atractiva para los científicos y el sector empresarial, pues tiene mejores propiedades de resistencia que el acero, es ligera, conductora, no tóxica, absorbente y es muy versátil.

Por otra parte, la síntesis se llevó a cabo en 10 etapas con el objetivo de aislar la nanocelulosa mediante la degradación de la lignina y hemicelulosa. Las muestras resultantes se analizaron mediante las técnicas de caracterización de MO, FT-IR y AFM, con el fin de utilizarla en futuras aplicaciones.

*Palabras Clave:* Olote, residuo, nanocelulosa, agroindustria, hidrólisis ácida.

**Abstract**

The corn cob is considered an agricultural waste produced by the separation of grain and pod, which is considered a material with a high lignocellulosic mass. It is produced in large quantities every year due to agricultural and agro-industrial activity in Mexico. Nevertheless, it does not represent any monetary value for producers, so it ends up being incinerated, causing the instability of climate change. However, the extraction of nanocellulose from corn cob is attractive to scientists and industry, due to it having better strength properties than steel, is light, conductive, non-toxic, absorbent and is very versatile.

On the other hand, the synthesis was carried out in 10 stages with the aim of isolating nanocellulose by degradation of lignin and hemicellulose. The resulting samples were analysed using MO, FT-IR and AFM characterization techniques for use in future applications.

*Keywords:* Corn cob, residue, nanocelullose, agro-industry, acid hydrolysis.

## 1. Introducción

La agricultura es una de las principales actividades que se desarrolla en México, siendo la cosecha de maíz la más importante, ya que a través de ella se satisfacen las necesidades agroalimentarias de la población. Acorde con la Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural en el documento "Expectativas Agroalimentarias 2021" hecho por el Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera (SIAP), en el 2020 se produjeron 27 millones 707 mil 775 toneladas de maíz aunque solo el 50% se recolectó en forma de grano y el resto lo conformaban hojas, tallos y olotes (subproductos),

*Autor para la correspondencia: yosemik.leon@spintronics.com.mx
**Correo electrónico**: zbeth258@gmail.com (Lizbeth Lozano Salas), gortizd26@gmail.com (Génesis Ortiz-Duarte), issisromero@gmail.com (Issis Claudette Romero-Ibarra), urbieta.qfb@cecad-uabjo.mx (Antonio Canseco-Urbieta), edith.bravo@spintronics.com.mx (Edith Bravo-González), yosemik.leon@spintronics.com.mx (Yosemik Arjuna Léon-Nataret).

**Historial del manuscrito:** recibido el 23/09/2023, última versión-revisada recibida el 16/01/2024, aceptado el 16/01/2024, en línea (postprint) desde el 03/04/2024, publicado el 05/01/2025. **DOI:** https://doi.org/10.29057/icbi.v12i24.11746

CC BY NC ND

siendo 170 kg por hectárea el rendimiento de este último (Córdoba et al., 2013; Rural, 2021). Debido a esto, en el país se crean grandes cantidades de biomasa lignocelulósica aunado a la producción industrializada, sin embargo, estos residuos no tiene un posterior tratamiento dado que representan un costo extra para los agricultores como también para los empresarios, por ésta razón, terminan siendo incinerados a cielo abierto, provocando una desestabilización del cambio climático debido a las partículas suspendidas, compuestos orgánicos volátiles (COV) y los gases emitido por la combustión del propio material como dióxido de carbono ($CO_2$) y óxido de nitrógeno (NOx) (Álvarez, 2016).

Por otra parte, en la actualidad existe un gran interés en la comunidad científica e industrial en este material, ya que está compuesto por celulosa (35-46 %), hemicelulosa (28-42 %) y lignina (11-18 %) (de Baynast et al., 2022), es decir, la celulosa es su principal componente y puede aislarse fácilmente por hidrólisis ácida, puesto que el uso de precursores alcalinos degradan los enlaces de los azúcares presentes en la estructura del olote.

En cuanto a la nanocelulosa, es un polímero que está presente en plantas terrestres y marinas e incluso la pueden producir microrganismos (Randhawa et al., 2022) y animales acuáticos como los tunicados (Yu et al., 2021). De la misma forma, éste material pude ser sintetizado por métodos químicos, físicos, mecánicos y biológicos (Dien & Anh, 2021), por lo cual su forma, dimensión y función dependen directamente del método de obtención (Ehman, 2019). Ahora bien, éste nanomaterial tiene excelentes propiedades mecánicas, físico-químicas y biológicas (Nargotra et al., 2023), las cuales le permiten ser un material con versatilidad de aplicaciones como lo son: materiales compuestos, adsorbentes, productos alimenticios, cosméticos, materiales conductores, hidrogeles, películas delgadas, pantallas táctiles, celdas solares, nanogeneradores (Silva-Yumi et al., 2021), entre muchas otras.

## 2. Materiales y Métodos

### *2.1. Materias primas*

Se utilizó un maíz de la marca HP, la cual fue cosechada en Loma de San Francisco, Mexquitic de Carmona, San Luis Potosí, México. Los químicos usados para la recuperación de la nanocelulosa incluyeron: ($H_2O_2$) peróxido de hidrógeno al 30%, ($ClO_2$) dióxido de cloro (desinfectante de alto espectro), ($CH_3COOH$) ácido acético al 99.7%, (NaOH) hidróxido de sodio al 99.44% y ($H_2SO_4$) ácido sulfúrico al 14.5%.

### *2.2. Extracción de la nanocelulosa del olote de maíz*

Se realizó la síntesis con base a lo mencionado por (Hernandez et al., 2018) haciendo algunas modificaciones. La muestra se cortó con un cuchillo y se instaló durante tres días al sol. Luego fue triturada con un molino de nixtamal para posteriormente cernirla. Se utilizaron 10 g de olote residual con 300 ml de una solución compuesta de 3 g de $ClO_2$ y 10 gotas de $CH_3COOH$ con agitación continua durante 1 h/70 °C, se lavó con agua destilada, se filtró y se secó durante 1:30 h/100°C. Después se trató con 200 ml de disolución hecha de 24% (v/v) $H_2O_2$ 4% (p/v) NaOH en una proporción de 1:1 con agitación constante por 2 h/50 °C. En seguida se lavó con agua destilada, se filtró y se secó en el horno durante 1:30 h/100 °C. A continuación, los residuos se sometieron a hidrólisis ácida con 30% (v/v) de $H_2SO_4$ bajo agitación continua durante 2 h/45 °C. Posteriormente, se enjuagó con agua destilada helada en una proporción de 1:5, después la muestra se centrifugó durante 10 minutos a 8000 rpm (este procedimiento se repitió tres veces cambiando el agua). Por último, se sometió a un tratamiento de ultrasonido durante 8 minutos para ser filtrada y secada.

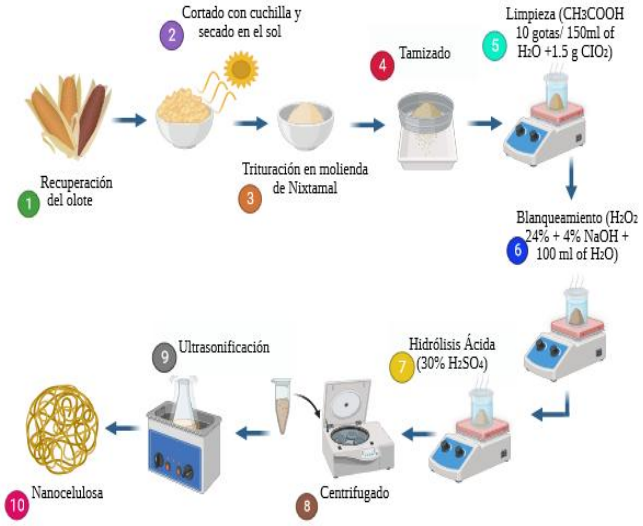


Figura 1: Obtención de nanocelulosa de olote de maíz mediante el método de hidrólisis ácida.

## 3. Caracterización

### *3.1. Microscopía Óptica (OM)*

Se utilizó un Microscopio Óptico VE-150 con lentes objetivo de 4x, 10x, 40x, 60x y 100x (retráctil) para realizar la caracterización morfológica de las muestras.

### *3.2. Espectroscopía Infrarroja por Trasformada de Fourier (FT-IR)*

La caracterización química semi-cualitativa se llevó a cabo por FT-IR para evaluar la remoción de los constituyentes presentes en el olote de maíz, usando un modelo Bruker Alpha, rango 400-4,000 $cm^{-1}$ y 6 barridos por medición.

### *3.3. Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)*

El análisis por AFM se utilizó para determinar el diámetro de las nanofibras obtenidas; utilizando un equipo Bruker Innova con escaneo a 1,0000 Hz y un rango de 5,0000 µm.

## 4. Resultados y Discusión

### *4.1. Morfología*

A través de la microscopia óptica se pudo observar la estructura de hojuelas con tamaño promedio de 19.55 µm ± 9.60 µm (NcO-1) y 23.66 µm ± 0.47 µm (NcO-2) respectivamente, con apariencia de color blanquecino y con un bajo grado de aglomeración. De igual manera, al examinar las muestras con el lente de 100x se lograron ver con mayor facilidad fibras alargadas que están presentes en la muestra NcO-2 en contraste con la muestra NcO-1 que solo se percibieron algunas en los bordes, esto se debe a que ésta tiene un mayor grado de cristalinidad, es decir, la conformación de las partículas grandes están constituidas de pequeños cristales incoloros y translucidos.

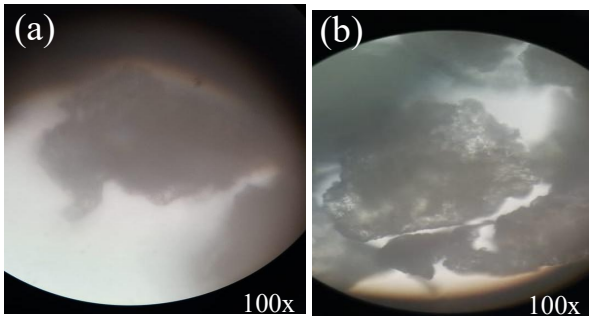


Figura 2: Micrografías a 100x de las muestras (a) NcO-1 y (b) NcO-2.

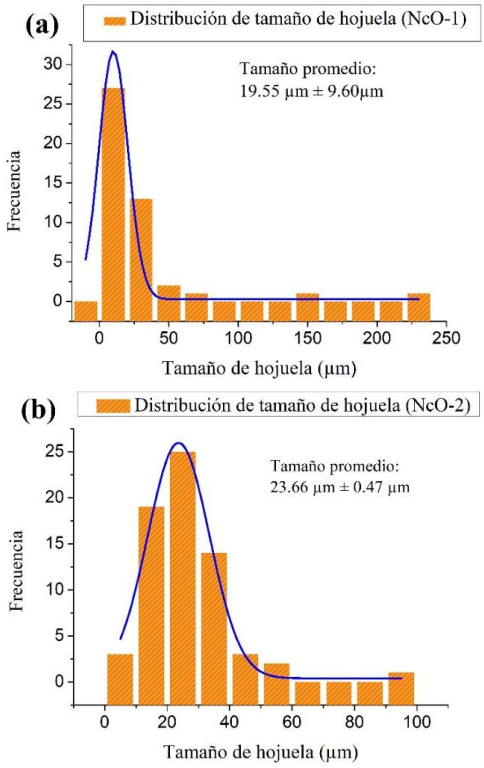


Figura 3: Distribución de tamaño de hojuela de: (a) NcO-1 y (b) NcO-2.

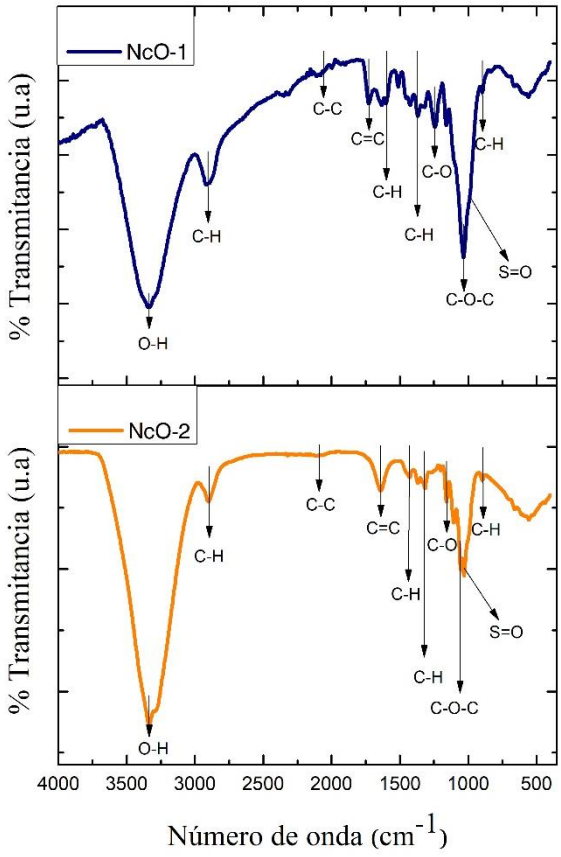


Figura 4: Espectros FT-IR de NcO-1 y NcO-2

### *4.2. Análisis FT-IR*

De igual forma, para determinar la estructura, el contenido y las propiedades fisicoquímicas de la nanocelulosa extraída, se usó el FT-IR, mediante el cual, se obtuvo un modo vibracional con un destacado pico a 3,337cm-¹, que pertenece al grupo hidroxilo (O-H) de celulosa tipo I-β, a lo que coincide con lo publicado por (Herrera et al., 2019). De igual manera, se detectó un incremento en la banda a 2,891 cm-$^{1}$ de la muestra NcO-1, asociados a vibraciones de estiramiento de C-H de hemicelulosa y celulosa en contraste con la muestra NcO-2 dónde se observó un decremento (Cheran et al., 2022). Asimismo, se observó el estiramiento de enlaces de C-C en el modo vibracional 2,140 cm$^{-1}$ (Rajanna et al., 2022). También, en el pico a 1,641 cm-$^{1}$ se encontró el grupo C=C con vibración de estiramiento, el cual pertenece al anillo aromático de la lignina que disminuye gradualmente en la muestra NcO-1, esto sucedió por la remoción en los procesos de blanquimiento e hidrólisis ácida. Sumado a esto, el modo vibracional a 1,430 cm-$^{1}$ confirma la presencia de la flexión de C-H de celulosa al igual que la vibración a 1,370 cm$^{-1}$, el cual se destaca por pertenecer a la estructura cristalina de celulosa I (Louis & Venkatachalam, 2020; Singh et al., 2020). En adición, en la vibración a 1,264 cm-$^{1}$ se alcanzó a detectar el grupo C-O de unidades fenólicas que componen a la lignina (Guachamín, 2021).

De igual forma, se descubrieron enlaces glucosídicos-β de azucares que conforman a la celulosa en el modo vibracional 897 cm-[1] (Liu et al., 2016). Sin embargo, se percibió una banda a 1,164 cm-[1] relacionado con vibraciones asimétricas de C-O-C que se hallan en la configuración de hemicelulosa y celulosa el cual se aminora considerablemente en la muestra NcO-2 en comparación con muestra NcO-1 (Olawuni et al., 2023). Finalmente, se halló la agregación del grupo sulfato (S=O) a la naocelulosa debido a la reacción alcalina con ácido sulfúrico durante el proceso de la hidrólisis ácida (Sanaguano Peralta, 2021). A pesar de ello, la estructura principal de la nanocelulosa no sufrió ninguna modificación, por lo cual el uso de precursores alcalinos es una excelente opción para la extracción de este nanomaterial (Ali et al., 2022; Atiqah et al., 2019).

### *4.3. Análisis AFM*

Así mismo, mediante el software ImageJ y las micrografías producidas por AFM, se determinaron los diámetros de las muestras con promedios de 191.24 nm ± 9.90 nm (NcO-1) y 173.47nm ± 19.47 nm (NcO-2), sin embargo, estos resultados son mayores a lo mencionado según (Trilokesh & Uppuluri, 2019) donde a través del método de hidrólisis ácida se deben obtener tamaños de 100-200nm. Sin embargo, para considerar la obtención de nanocelulosa debe de estar en el rango de 10 a 350 nm (Wulandari et al., 2016).

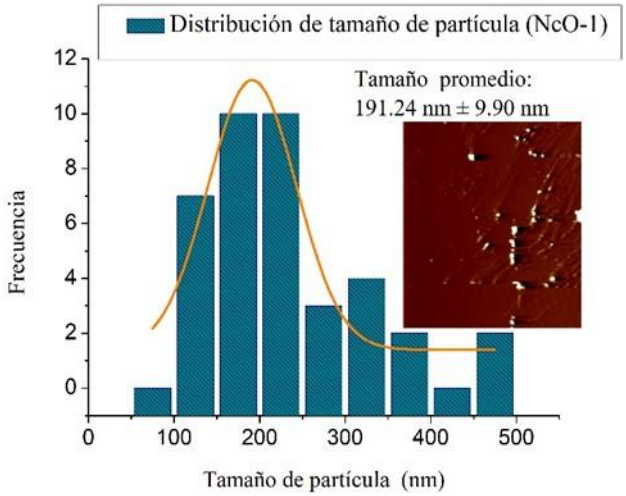


Figura 5: Tamaño de partícula de NcO-1.

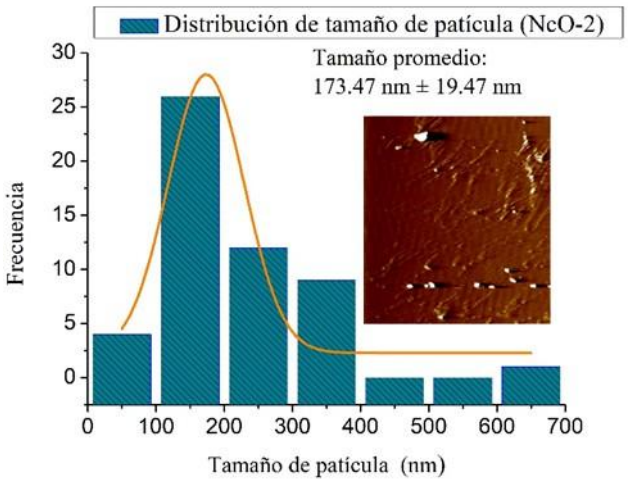


Figura 6: Tamaño de partícula de NcO-2.

## 5. Conclusión

El olote de maíz es un excepcional material para producir nanocelulosa, ya que las muestras obtenidas conservan sus propiedades hasta en un año de postcosecha, además, la hidrólisis ácida es un buen método para obtener éste nanomaterial, debido a que se logran romper los enlaces glucósidos de los componentes de olote, sin embargo, es necesario realizar el blanqueamiento de dos a tres veces debido a que su aspecto es ligeramente color marrón y fue posible detectar mediante los espectros FT-IR los modos vibracionales de la lignina y hemicelulosa.

Por otra parte, el tamaño de partícula que se obtuvo está dentro del rango en el cual se considera la obtención de nanocelulosa. Asimismo, con la técnica de Microscopía Óptica a 100x se percibieron las nanofibras en la muestra NcO-2 en comparación con la muestra NcO-1, lo cual significa que la muestra NcO-2 es más cristalina que la muestra NcO-1. No obstante, es indispensable realizar mediciones de Difracción de Rayos X (XRD) para comprobar el grado de cristalininad, dado que en las micrografías observadas por MO se apreció la conformación de cristales con características translucidas, además de hacer pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) para estudiar más a fondo su morfología y sus dimensiones, ya que a través de las imágenes realizadas por AFM, se detectaron las nanofibras aglomeradas y no fue posible medir su longitud, por lo tanto, es necesario hacer una dispersión de éstas, para poder obtener una distribución de tamaño más certera.

Por otra parte, conviene enfatizar que se pretende usar este nanomaterial para aplicaciones médicas, particularmente como recubrimiento de píldoras y andamios poliméricos para la regeneración de tejidos, por esta razón, es imprescindible llevar a cabo pruebas mecánicas, por ejemplo, el tiempo que tarda en degradarse la nanocelulosa, como así mismo también, pruebas citotoxicológicas y exámenes in vitro.

De este modo, se destaca que el olote de maíz es un subproducto al cual se le puede dar un valor monetario a través de la recuperación de nanocelulosa, además de generar soluciones innovadoras para el sector automotriz, aeroespacial, médico, farmacéutico, alimentario, constructor, entre otros campos, y que a su vez, su implementación reduce la contaminación ambiental.

## Referencias


Ali, J. B., Danladi, A., Bukhari, M. M., Nyakuma, B. B., Mamza, P., Mohamad, Z. B., Musa, A. B., & Inuwa, I. M. (2022). Extraction and Characterization of Cellulose Nanofibres and Cellulose Nanocrystals from Sammaz-14 Maize Cobs. *Journal of Natural Fibers*, *19*(7), 2756-2771.

Álvarez, D. V. M. (2016). Determinación De Factores De Emisión De Bióxido De Carbono (Co2), Partículas En Suspensión De 2.5 Y 10 Micras (Pm2.5 Y Pm10) Y Contaminantes De Vida Corta, Metano (Ch4) Y Carbono Negro Por Prácticas De Quema Agrícola. 68.

Atiqah, M. S. N., Gopakumar, D. A., F. a. T., O., Pottathara, Y. B., Rizal, S., Aprilia, N. A. S., Hermawan, D., Paridah, M. T. T., Thomas, S., & H. P. S., A. K. (2019). Extraction of Cellulose Nanofibers via Eco-friendly Supercritical Carbon Dioxide Treatment Followed by Mild Acid Hydrolysis and the Fabrication of Cellulose Nanopapers. *Polymers*, *11*(11), Article 11.

Cheran, E., Rahale, C. S., Lakshmanan, A., Subramanian, P., Raja, K., & Divyabharathi, P. (2022). Synthesis and Characterization of a Novel Maize Cob Based Nanocellulose. *International Journal of Plant & Soil Science*, 678-687.

Córdoba, J. A., Salcedo, E., Rodríguez, R., Zamora, J. F., Manríquez, R., Contreras, H., Robledo, J., & Delgado, E. (2013). Caracterización y valoración química del olote: Degradación hidrotérmica bajo condiciones subcríticas. *Revista latinoamericana de química*, *41*(3), 171-184.

de Baynast, H., Tribot, A., Niez, B., Audonnet, F., Badel, E., Cesar, G., Dussap, C.-G., Gastaldi, E., Massacrier, L., Michaud, P., & Delattre, C. (2022). Effects of Kraft lignin and corn cob agro-residue on the properties of injected-moulded biocomposites. *Industrial Crops and Products*, *177*, 114421.

Dien, L. Q., & Anh, T. K. (2021). Nanocellulose Preparation from Cassava Bagasse via Hydrolysis by Sulfuric Acid and Hydrogen Peroxide Medium. 日本エネルギー学会誌, *100*(8), 135-143.

Ehman, N. V. (2019). *Nanocelulosa a partir de residuos agro y foresto industriales*. https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/80941

Guachamín, M. A. G. (2021). Obtención de nanocelulosa a partir del rastrojo de maíz (zea mays l.) Mediante hidrólisis ácida.

Hernandez, C. C., Ferreira, F. F., & Rosa, D. S. (2018). X-ray powder diffraction and other analyses of cellulose nanocrystals obtained from corn straw by chemical treatments. *Carbohydrate Polymers*, *193*, 39-44.

Herrera, M., Sinche, L., & Bonilla, O. (2019). Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de Puntas de Abacá. *Afinidad. Journal of Chemical Engineering Theoretical and Applied Chemistry*, *76*(586), Article 586.

Liu, C., Li, B., Du, H., Lv, D., Zhang, Y., Yu, G., Mu, X., & Peng, H. (2016). Properties of nanocellulose isolated from corncob residue using sulfuric acid, formic acid, oxidative and mechanical methods. *Carbohydrate Polymers*, *151*, 716-724.

Louis, A. C. F., & Venkatachalam, S. (2020). Energy efficient process for valorization of corn cob as a source for nanocrystalline cellulose and hemicellulose production. *International Journal of Biological Macromolecules*, *163*, 260-269.

Nargotra, P., Sharma, V., Tsai, M.-L., Hsieh, S.-L., Dong, C.-D., Wang, H.-M. D., & Kuo, C.-H. (2023). Recent Advancements in the Valorization of Agro-Industrial Food Waste for the Production of Nanocellulose. *Applied Sciences*, *13*(10), Article 10.

Olawuni, O. A., Sadare, O. O., & Moothi, K. (2023). Optimization of liquid hot water pretreatment for extraction of nanocellulose crystal from South African waste corncobs. *Chemical Engineering Communications*, *0*(0), 1-14.

Rajanna, M., Shivashankar, L. M., Shivamurthy, O. H., Ramachandrappa, S. U., Betageri, V. S., Shivamallu, C., Hallur Lakshmana Shetty, R., Kumar, S., Amachawadi, R. G., & Kollur, S. P. (2022). A Facile Synthesis of Cellulose Nanofibers from Corn Cob and Rice Straw by Acid Hydrolysis Method. *Polymers*, *14*(20), Article 20.

Randhawa, A., Dutta, S. D., Ganguly, K., Patil, T. V., Patel, D. K., & Lim, K.-T. (2022). A Review of Properties of Nanocellulose, Its Synthesis, and Potential in Biomedical Applications. *Applied Sciences*, *12*(14), Article 14.

Rural, S. de A. y D. (2021). *Estima Agricultura crecimiento de 2.6 por ciento en la producción de maíz grano en año agrícola 2021*. gob.mx. http://www.gob.mx/agricultura/prensa/estima-agricultura-crecimiento-de-2-6-por-ciento-en-la-produccion-de-maiz-grano-en-ano-agricola-2021?idiom=es

Sanaguano Peralta, S. E. (2021). *Obtención de nanocelulosa a partir de la hoja de mazorca de maíz (Zea mays L.) mediante el proceso de hidrólisis ácida*. http://dspace.espoch.edu.ec/handle/123456789/14991

Silva-Yumi, J., Holguin, W. P., & Serrano, C. M. (2021). Agroindustrial Waste As Potential Source for Obtaining Nanocellulose. *ESPOCH Congresses: The Ecuadorian Journal of S.T.E.A.M.*, 1033-1043.

Singh, H. K., Patil, T., Vineeth, S. K., Das, S., Pramanik, A., & Mhaske, S. T. (2020). Isolation of microcrystalline cellulose from corn stover with emphasis on its constituents: Corn cover and corn cob. *Materials Today: Proceedings*, *27*, 589-594.

Yu, S., Sun, J., Shi, Y., Wang, Q., Wu, J., & Liu, J. (2021). Nanocellulose from various biomass wastes: Its preparation and potential usages towards the high value-added products. *Environmental Science and Ecotechnology*, *5*, 100077.