

## Evaluación térmica de material lignocelulósico como precursor de sustancias húmicas Thermal evaluation of lignocellulosic material as substances humics precursor

X. Zaragoza-Melendez <sup>a</sup>, A. Guevara-Lara  <sup>a</sup>, S. Nieto-Velázquez  <sup>a\*</sup><sup>a</sup>Área Académica de Química, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 42184, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.

### Resumen

Las unidades estructurales de las sustancias húmicas (SHs) como los ácidos húmicos (AHs), que son fundamentales para la calidad del suelo, pueden obtenerse mediante la descomposición o degradación térmica de la lignina (LG), considerado como el biopolímero más abundante en la materia vegetal después de la celulosa. Se analizó la estructura de la lignina extraída de aserrín de madera de pino mediante métodos espectroscópicos (UV-VIS de reflectancia difusa y FTIR) y se evaluó su estabilidad térmica mediante Termogravimetría (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). Los resultados indican que la ruptura de los enlaces  $\alpha$  y  $\beta$ -aril éter a determinadas temperaturas permite la obtención de las unidades estructurales de los ácidos húmicos, además, se analizaron las posibles interacciones de las muestras de lignina (LG1) y lignina-celulosa (LG2) con  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Ca}^{2+}$  para la formación de aglomerados, presentando el siguiente orden de interacción: LG1-Ca > LG1-Fe > LG1-Al, y con respecto a la LG2 disminuye su absorbancia formando aglomerados con el catión calcio.

**Palabras Clave:** Lignina, Lignocelulósico, Ácidos Húmicos, Análisis Térmico, Interacción.

### Abstract

The structural units of humic substances (HS), such as humic acids (HA), which are fundamental for soil quality, can be obtained by thermal decomposition of lignin (LG), the most abundant biopolymer in plant matter after cellulose. Nevertheless, the structure of lignin extracted from pine wood sawdust was analyzed by spectroscopic methods (UV-VIS diffuse reflectance and FTIR) and its thermal stability was evaluated by Thermogravimetry (TGA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). The results indicate that the cleavage of  $\alpha$ - and  $\beta$ -aryl ether bonds at certain temperatures, allows obtaining the structural units of humic acids. In addition, the interaction of lignin (LG1) and lignin-cellulose (LG2) samples with  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Ca}^{2+}$  for the formation of agglomerates, present the following interaction order: LG1-Ca > LG1-Fe > LG1-Al while, with respect to LG2 its absorbance decreases, forming agglomerates with the calcium cation.

**Keywords:** Lignin, Lignocellulosic, Humic acid, Thermal Analysis, Interaction.

### 1. Introducción

Las sustancias húmicas (SHs) representan una parte importante de la materia orgánica debido a su capacidad para modificar las propiedades físicas y químicas del suelo, influyendo directamente en su fertilidad (Natural Organic Matter Research, 2007). Esto toma relevancia ante la necesidad de recuperar suelos degradados por la sobreexplotación agrícola, la urbanización y la contaminación.

Las SHs son una parte significativa de la materia orgánica que es recalcitrante a la biodegradación y al ataque químico (Orsetti, 2010), además de ser una reserva importante de carbono orgánico en el suelo y distinguirse por estar

conformado de una mezcla de macromoléculas de diversos tamaños (Орлов и Sadovnikova, 2005). Estas sustancias se sintetizan a través de un proceso conocido como humificación, que ocurre cuando los restos vegetales y microbianos (biomasa vegetal y animal) se descomponen y transforman. En este proceso, la lignina vegetal y sus productos de degradación juegan un papel fundamental. Tanto la lignina como los microorganismos en descomposición son una fuente importante de quinonas, compuestos clave en la formación de las sustancias húmicas (Rodríguez-Neave, 2014). Los ácidos húmicos pueden estimular el crecimiento de raíces laterales aumentando el número de zonas mitóticas en las plantas y mejorar tanto la densidad de pelos radiculares como el área total de la superficie (Ban *et al.*, 2025).

\*Autor para la correspondencia: nieto@uaeh.edu.mx

Correo electrónico: nieto@uaeh.edu.mx (Silvia Nieto-Velázquez), za446459@uaeh.edu.mx (Ximena Zaragoza-Melendez), guevaraa@uaeh.edu.mx (Alfredo Guevara-Lara).

**Historial del manuscrito:** recibido el 21/08/2025, última versión-revisada recibida el 04/11/2025, aceptado el 09/11/2025, publicado el 12/12/2025. **DOI:** <https://doi.org/10.29057/icbi.v13iEspecial4.15733>



No obstante, respecto a los materiales lignocelulósicos como la madera, de un 20 al 30 % en peso corresponden a la lignina, y cada año se calcula que se generan 50 millones de toneladas en los procesos de blanqueamiento en las fábricas de papel, cuya materia prima principal es la celulosa. El 98 % se va a calderas de cogeneración, lo que representa un desperdicio porque se podría aprovechar para generar productos de alto valor agregado (Varfolomeev *et al.*, 2015).

La lignina es un biopolímero complejo que forma parte de la pared vascular de las plantas (Maceda *et al.*, 2021) y se caracteriza por tener unidades estructurales múltiples que no siguen un patrón regular, debido a que su composición y estructura varían de acuerdo con su origen y el método que se utilice para aislarla (Chávez-Sifontes y Dómine, 2013). Sin embargo, es altamente estable, biodegradable y con actividad antioxidante, con estas características la lignina se presenta como una materia prima interesante para aplicarse en diferentes áreas, como la biomédica y farmacéutica, resinas, bioespumas o envases de alimentos (Magalhães *et al.*, 2021). De acuerdo con la literatura (Magalhães *et al.*, 2021), dado que la lignina es un biopolímero amorfó ramificado formado por derivados de fenol, se considera una fuente biorenovable importante de compuestos aromáticos. A pesar de su enorme potencial, la mayor parte de ella todavía se desecha o es quemada como combustible para la producción de energía y solo el 1 o 2 % de lignina ha sido hasta ahora utilizada como un producto de alto valor.

La pulpa de soda es un método eficaz para descomponer la estructura lignocelulósica, permitiendo la eliminación y recuperación de una cantidad significativa de lignina. Este proceso produce lignina de alta pureza y menor peso molecular en comparación con otras técnicas de extracción (Ruwaldt *et al.*, 2024). Se trata de un procedimiento químico con hidróxido de sodio, el cual se emplea para obtener pulpa y mejorar la digestibilidad de residuos de madera dura y agrícolas. Durante el tratamiento la lignina se despolimeriza mediante la escisión de los enlaces éter, lo que facilita su solubilidad en el licor de cocción.

La composición estructural de la lignina depende de la disponibilidad y naturaleza de los monolignoles (alcoholes como el *p*-coumarílico, coniferílico y sinapílico, que actúan como unidades monoméricas de la lignina), así como del tipo de enlaces formados durante la polimerización por radicales libres de dichos compuestos (Figura 1). En la lignina de la madera dura, las unidades de coniferilo y sinapilo están presentes en proporciones casi iguales, mientras que, en la lignina de la madera blanda, el coniferilo representa entre el 92 % y el 95 % de la estructura (Akpakpan *et al.*, 2023).

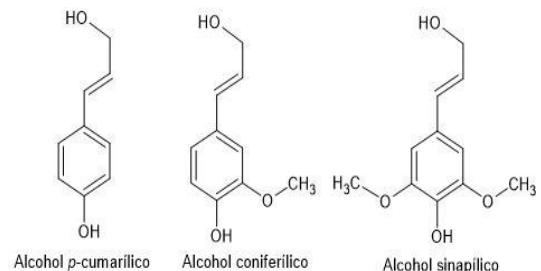


Figura 1. Estructura de los monolignoles.

Los productos oxidados resultantes de la descomposición de la lignina, que contienen grupos hidroxilo alifáticos y fenólicos, ácido carboxílico y quinonas, también forman parte de la estructura de las sustancias húmicas. Estas desempeñan un papel fundamental en la regulación del contenido orgánico del suelo. No obstante, debido a su compleja estructura química, su degradación por parte de los microorganismos del suelo es limitada (Sutradhar y Fatehi, 2023). Durante el proceso de degradación, los grupos metoxilo de la lignina se convierten en *o*-hidroxifenoles, mientras que la oxidación de la cadena lateral alifática da lugar a la formación de grupos de ácido carboxílico. Algunos autores (Sutradhar y Fatehi, 2023) proponen un método de oxidación alcalina para transformar la lignina o la biomasa lignocelulósica en sustancias húmicas. En su estudio se reporta que las huminas predominan en condiciones ácidas, mientras que los ácidos húmicos y fulvicos son más abundantes en condiciones alcalinas. Además, el aumento de la temperatura mejora el rendimiento de estas sustancias.

Gracias a sus grupos hidroxilo activos, la lignina es una excelente materia prima para el craqueo oxidativo y la producción de compuestos aromáticos finos, como ácidos orgánicos, aldehídos y lignina aniónica hidrófila (Ertel y Hedges, 1984). La oxidación de la lignina implica la despolimerización y fragmentación de enlaces aril-éter y otros enlaces químicos. En el proceso de oxidación directa, se requieren temperaturas elevadas (170-195 °C) para descomponer la estructura de la lignina y reducir significativamente su peso molecular, lo que puede limitar la aplicación de los materiales obtenidos (Sutradhar y Fatehi, 2023). Aunque en el trabajo de Sutradhar y Fatehi (2023), se propone obtener sustancias húmicas a partir de la lignina por medio del método de oxidación alcalina, aplicar este método implica también procesos de purificación que puedan eliminar compuestos fitotóxicos (como el ácido protocatecuico, ácido hidroxibenzoico y ácido *p*-cumárico, los cuales inhiben el crecimiento de las plantas) del producto obtenido.

Está muy documentado y reportado que las sustancias húmicas juegan un papel vital en el manejo del nitrógeno atmosférico al aumentar el NH<sub>4</sub><sup>+</sup> intercambiable del suelo y el NO<sub>3</sub><sup>-</sup> disponible, evitando así la lixiviación de nitrógeno y estimulando la actividad de las bacterias nitrificantes. Además, son capaces de actuar como agentes complejantes con los minerales del suelo, incluidos metales tóxicos (Sutradhar y Fatehi, 2023). Sin embargo, las fuentes de sustancias húmicas naturales son limitadas, por lo que, los incentivos para la

generación de estas sustancias artificialmente a partir de biopolímeros naturales como la lignina, son altos.

Con base a lo mencionado, en este trabajo de investigación se obtuvieron compuestos lignocelulosicos a partir del aserrín de madera de pino mediante un método de extracción tipo soda, que resultó ser muy económico, rápido, ecológico y reproducible, posteriormente, se llevó a cabo la caracterización de los compuestos por análisis elemental, espectroscopía UV-VIS (sólido y líquido), espectroscopía IRTF (por sus siglas en inglés: FTIR) y por métodos térmicos como el análisis termogravimétrico (por sus siglas en inglés: TGA) y calorimetría diferencial de barrido (por sus siglas en inglés DSC). Así como, las posibles interacciones químicas de la lignina con metales di y trivalentes.

La abundancia de grupos funcionales en la estructura de la lignina la convierte en una excelente candidata para modificaciones químicas, ofreciendo múltiples oportunidades para transformaciones personalizadas; estos grupos funcionales también le confieren la capacidad de adsorber directamente los contaminantes orgánicos presentes en el agua, lo que incrementa su versatilidad y eficacia (Öztürk *et al.*, 2025). Actualmente, se han desarrollado diversas aplicaciones basadas en compuestos de lignina para la purificación y conservación del agua, entre las que se incluyen la eliminación de metales pesados, la eliminación o liberación controlada de agroquímicos, la remoción de colorantes, y su uso en membranas para filtración general.

## 2. Desarrollo experimental

### 2.1. Procesamiento de la muestra cruda (MC)

La materia cruda (MC) de aserrín de madera de pino fue adquirida en una maderera local del municipio de Mineral de la Reforma, Hidalgo. Se realizó una selección de la MC por medio del tamaño de partícula usando tamices de pruebas físicas (MONT INOX) con aberturas de 1000 y 2000 µm (número de malla: 18 y 10) respectivamente, obteniendo aproximadamente 1 kg de cada muestra con tamaños de partícula de 1 y 2 mm. La MC tamizada fue almacenada en frascos limpios y herméticos.

### 2.2. Extracción de la lignina sódica

Las extracciones se realizaron por duplicado con el método de lignina tipo soda, en condiciones normales de presión y temperatura. Se adicionaron 100 mL de una disolución de NaOH al 20 % a 10 g de MC con tamaño de partícula de 1 mm y se colocaron en agitación mecánica durante 19 h, posteriormente, se mantuvo en reposo aproximadamente 1 h y se realizó una filtración al vacío utilizando papel filtro Whatman número 41.

### 2.3. Acidificación y obtención de la lignina

El licor negro obtenido se recolectó en un matraz Erlenmeyer, se le adicionó ácido sulfúrico concentrado (6 mL aproximadamente), hasta llegar a un pH entre 1 y 2, logrando

así la precipitación de la lignina. Para separar la lignina precipitada, se realizó una microfiltración con membranas de 0.45 µm (Omnipore PTFE), que tomó un tiempo de separación entre 15 y 25 min. Finalmente, la lignina obtenida se puso a secar en un horno convencional (LINDBERG, modelo GO1310A-1) a 60 °C durante 2 h, obteniendo dos tipos de muestras de lignina (LG1) y lignina-celulosa (LG2), en relación con los tiempos de reposo antes de llevar a cabo la microfiltración.

### 2.4. Caracterización por Análisis Elemental

La determinación del contenido de carbono, nitrógeno, hidrógeno y por diferencia del 100 % se obtuvo el oxígeno presente en las muestras de lignina. Se pesaron 3 mg de cada muestra y se realizó el análisis elemental en un equipo: Series II CHNS/O Analyzer 2400.

### 2.5. Caracterización por Espectroscopía de FTIR

Se obtuvieron los espectros por espectroscopía FTIR, realizando pastillas con 2 mg de compuesto y 200 mg de KBr previamente seco. Los espectros se corrieron por duplicado con 5 barridos (o ciclos), en el IR medio (4000 a 400 cm<sup>-1</sup>) y utilizando un equipo: Spectrum GX FTIR.

### 2.6. Caracterización por Espectroscopía UV-VIS de sólidos (reflectancia difusa)

Para los análisis por espectroscopía UV-VIS de reflectancia difusa, se pesaron aproximadamente 100 mg de muestra de lignina, posteriormente, se trituraron en un mortero hasta obtener un polvo muy fino para colocarlo en la celda de esfera del equipo: UV-VIS Spectrometer Lambda 35.

### 2.7. Análisis de TGA de la MC, LG1 y LG2

En el análisis termogravimétrico se pesaron aproximadamente 9.02 mg de MC (aserrín de madera de pino), 8.67 mg de LG1 y 8.8 mg de LG2, se colocaron en crisoles de aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) y se obtuvieron sus termogramas en un intervalo de temperaturas de 25 a 450 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y atmósfera de N<sub>2</sub> también como gas de arrastre. Cada análisis se realizó en un tiempo aproximado de 1 h y utilizando el equipo Mettler Toledo modelo TGA/SDTA 851<sup>e</sup>.

### 2.8. Análisis por DSC de la muestra MC, LG1 y LG2

Los termogramas se corrieron a una velocidad de 10 °C/min, en un intervalo de temperaturas de 25 a 400 °C, usando como material de referencia una muestra del metal indio y con atmósfera de N<sub>2</sub> y también como gas de arrastre. De la muestra se pesaron 3.89 mg de MC (aserrín de madera de pino), 8.62 mg de LG1 y 5.01 mg de LG2 en crisoles de aluminio. Cada análisis se llevó a cabo en aproximadamente 45 min; en un equipo Mettler Toledo modelo DSC822<sup>e</sup>.

## 2.9. Análisis de la interacción de las muestras de lignina con cationes metálicos

Se prepararon disoluciones de 5 mL, adicionando 250 µL de solución patrón de lignina con una concentración de 50 mg/L, 1500 µL de la disolución patrón del catión metálico de 0.01 M (a partir de sales de: CaCl<sub>2</sub>, Fe(ClO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> y Al(ClO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> • 9H<sub>2</sub>O, con 98% de pureza SIGMA-ALDRICH), dando una concentración de 3 mM y ajustando las disoluciones a pH entre 5 y 5.5. Para este análisis los espectros se obtuvieron en un espectrofotómetro UV-VIS Spectrometer Lambda 40.

Se repite el procedimiento con una nueva concentración de lignina de 2000 mg/L y para cada catión metálico a evaluar.

## 3. Resultados y discusión

La aplicación del método de extracción tipo soda muestra a la lignina (LG1) obtenida de un color café-marrón oscuro, con una apariencia amorfa y conserva el olor característico de la madera de pino.

Es importante mencionar que en la última extracción que se llevó a cabo, el producto obtenido difería de la muestra de LG1 extraída con anterioridad sobre todo en el color y en la formación de cristales incoloros. Se puede inferir que dichos cristales corresponden a la celulosa cristalizada. En la literatura (Kumar y Kumar, 2022), nos describe que la preparación de nanocristales de celulosa a partir de biomasa comienza con un pretratamiento (alcalino y blanqueo), seguido de una hidrólisis ácida intensa, condiciones en las que se llevó a cabo la extracción de la lignina. Los rendimientos de extracción se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 1. Parámetros y rendimientos de extracción.

MC (g)	Tiempo de la microfiltración (min)	Lignina (g)	Rendimiento de extracción
20.005	25	0.628 g	1.57%
20.006	15	0.346 g	1.72%
20.005	120	1.13 g	2.82%
20.005			

En las primeras muestras de lignina obtenida no se observó celulosa cristalizada, sin embargo, no se descarta su presencia ya que esta puede disolverse en medios ácidos fuertes provocando la solubilidad de la celulosa que suele ir acompañada de una degradación química significativa que ocurre unas horas después de la disolución y puede minimizarse utilizando bajas temperaturas durante el proceso (Alves et al., 2016). Esto sugiere que la ausencia de celulosa cristalina en las primeras muestras se debió al tiempo de reposo que se les proporcionó durante 24 horas después de la acidificación, mientras que, en la última extracción, la muestra fue sometida inmediatamente al proceso de microfiltración sin un periodo de reposo.

## 3.1. Análisis elemental de las muestras de lignina extraídas

Los resultados se muestran en la siguiente tabla (Tabla 2), los análisis se realizaron por duplicado y el contenido de oxígeno se obtuvo por diferencia del 100 %.

Tabla 2. Análisis elemental de LG1 y LG2.

Lignina	Porcentaje experimental			
	%C	%H	%N	%O*
LG1	29.46(10.66)	4.39(5.64)	0.14(20.20)	66.02(5.17)
LG2	2.59(34.74)	0.94(29.49)	0.03(100)	96.46(1.18)

\*%O calculado como la diferencia del 100%. (en paréntesis %DSR de dos análisis)

Como se observa en la tabla anterior el contenido de C, H, N y O esperados no coincide con los resultados obtenidos en trabajos como el de Li y Wu (2014) o el de Adjaoud et al., (2021), donde el análisis elemental realizado a tres fracciones de lignina reporta un contenido de C entre el 60 %.

No obstante, en este caso el contenido de oxígeno es el doble del contenido de carbono, esto se puede atribuir a la presencia de gran cantidad de grupos como: -OH, -COOH, -COC-, además de las impurezas en las muestras.

Con base a los porcentajes obtenidos y presentados en la tabla 2, se calcula la relación H/C para las dos ligninas (Tabla 3). Se observa que la LG1 es de naturaleza ligeramente aromática, sin embargo, en la LG2 predominan las cadenas alifáticas, que de acuerdo a la literatura está relación es inversamente proporcional a la aromaticidad, es decir, valores ≤ 1 indica un predominante carácter aromático (Kononova, 1982).

Tabla 3. Relaciones: H/C y O/C con base a sus átomos.

Muestra	Relación de átomos		
	C:H:N:O	H/C	O/C
LG1	246:440:1:413	1.79	1.68
LG2	101:439:1:2815	4.35	27.87

La relación O/C es superior a 0.5, indica que son LGs con un alto contenido de grupos hidróxidos (-OH) y compuestos que contienen oxígeno, siendo la LG2, la que presenta un mayor contenido de estos grupos. Es importante mencionar que las relaciones: H/C y O/C se ven afectadas por diversos factores (clima, topografía, biomasa, entre otros) y por el método de extracción.

Este análisis nos permite corroborar que en ambas muestras (LG1 y LG2) extraídas de aserrín de madera de pino contienen celulosa y hemicelulosa, sin embargo, la muestra de LG1 en menor cantidad, presentando ser una muestra con mayor pureza con respecto a la LG2.

### 3.2. Espectroscopía FTIR de las muestras LG1 y LG2

Los análisis por espectroscopía de FTIR se realizaron para determinar la presencia de los grupos funcionales característicos y principales de la lignina en las muestras obtenidas. Los espectros resultantes se presentan en la Figura 2 y se observan bandas definidas entre 3200 y 3600 cm<sup>-1</sup> que corresponden a los hidróxidos (-OH) de los grupos fenólicos. La banda que aparecen entre 2800 y 2960 cm<sup>-1</sup> pertenece a las vibraciones de tensión generadas por los enlaces C-H. Entre 1600 y 1680 cm<sup>-1</sup>, se observa una banda que puede atribuirse a los enlaces C=C de los anillos aromáticos y cadenas alifáticas presentes en la molécula de lignina. La banda ubicada en 1120 cm<sup>-1</sup> se relaciona con los grupos metóxidos (C-O-C dialquílicos).

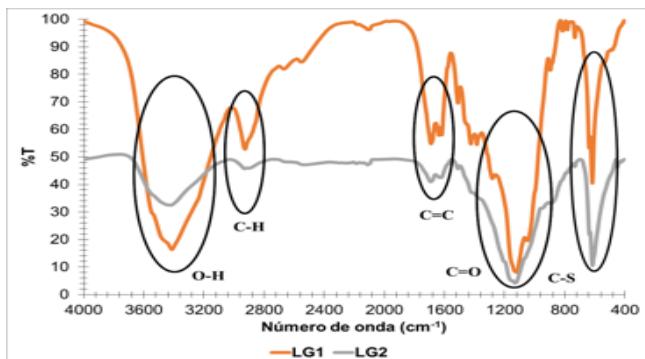


Figura 2. Espectros por espectroscopía FTIR, obtenidos a partir de las muestras de lignina.

La última banda que se observa a 600 cm<sup>-1</sup> se trata de un enlace C-S, que pudo formarse al poner en contacto el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con el licor negro para precipitar a la lignina en el método de extracción (Pérez *et al.*, 2011). Se puede observar (Figura 2) como las bandas características de las muestras de lignina obtenidas coinciden en varias frecuencias vibracionales, aunque con diferente intensidad, lo que puede llegar a confirmar los grupos característicos y principales (-OH, -OCH<sub>3</sub> y C=C) en ambas muestras: LG1 y LG2.

### 3.3. Espectroscopía UV-VIS de reflectancia difusa de las muestras LG1 y LG2

En la espectroscopía UV-VIS por reflectancia difusa de sólidos, se observan altas absorbancias (A) entre las  $\lambda = 325$  y 380 nm, las cuales se atribuyen a los grupos característicos fenólicos de la lignina (Zhang *et al.*, 2020) (Figura 3), debido a que se sabe que en el intervalo de  $\lambda = 200$  y 400 nm se sitúan las transiciones electrónicas  $\pi \rightarrow \pi^*$  correspondientes a los dobles enlaces de los anillos aromáticos y las insaturaciones de las cadenas alifáticas (Valladares, 2010), los cuales son los grupos funcionales más abundantes en la molécula de la lignina y aunque a primera vista son irregulares, de acuerdo con Skoog *et al.*, (2001), esto se puede atribuir al uso de rendijas angostas, lo que revela mejor los detalles de los espectros compuestos por picos estrechos de moléculas complejas. Otro aspecto a considerar en trabajos reportados (Jablonský *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2020), donde los análisis por espectroscopía UV-VIS se realizaron con las muestras en disolución, las mayores absorbancias se presentan entre  $\lambda = 220$

y 360 nm. No obstante, en el espectro mostrado en la Figura 3, este intervalo comienza en  $\lambda = 325$  nm y termina en  $\lambda = 390$  nm aproximadamente, lo que podría inferir un desplazamiento batocrómico, que se refiere al desplazamiento de una banda espectral hacia longitudes de onda más largas, debido a un cambio en el entorno (Muller, 1994) y sobre todo al considerar la gran cantidad de anillos aromáticos y sustituyentes con pares de electrones libres presentes en la molécula de lignina (Fernández, 2021), y que para los estudios aquí realizados las muestras estaban en fase sólida.

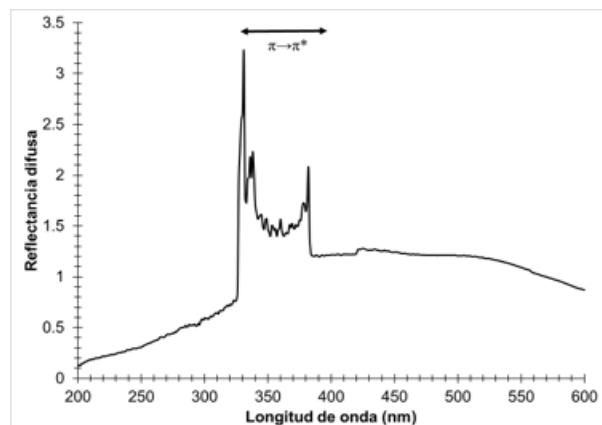


Figura 3. Espectro por espectroscopía UV-VIS de reflectancia difusa obtenido de la muestra de lignina.

### 3.4. Análisis por TGA de la descomposición de la MC, LG1 y LG2

Se muestran los termogramas por termogravimetría (TGA) (Figura 4). Con respecto a la MC se observa la mayor pérdida de masa en el intervalo de temperaturas que va de 280 a 370 °C, mientras que para LG1 entre 200 y 280 °C, y para la LG2 entre 200 y 340 °C. Además, todos los termogramas muestran una pérdida de peso entre 70 y 110 °C, que se atribuye a la pérdida de humedad. Otro parámetro muy interesante y que hace mención la literatura para este tipo de compuestos es la temperatura de transición vítrea (Tg), es el punto en el que los polímeros amorfos como la lignina pasan a un estado vitrificado, se vuelven flexibles o adquieren características similares al caucho (Tabla 4). Este fenómeno ocurre cuando comienza el movimiento coordinado de los segmentos largos de las moléculas del polímero. Al alcanzar la Tg, el material pasa de un estado gomoso a vítreo, sin embargo, durante este proceso no se produce absorción ni liberación de calor, por lo que no se genera un cambio en la entalpía, es decir,  $\Delta H = 0$ . La determinación de la Tg se hace a través de otros métodos térmicos como el Análisis Térmico Diferencial. En la transición, el polímero manifiesta cambios en su volumen y en la expansión, en una diferencia de temperaturas y en la capacidad calorífica (Skoog *et al.*, 2001).

Los resultados del termograma correspondiente a la MC arrojan datos similares a los reportados en la literatura (Aqsha *et al.*, 2011), quien divide la descomposición térmica de una muestra de aserrín en tres etapas: perdida de humedad ( $\geq 110^\circ\text{C}$ ), la degradación primaria (110-200°C), donde sucede la descomposición de la celulosa y hemicelulosa, y la

degradación secundaria (200-400°C), correspondiente a la descomposición de la lignina. Posteriormente, de los 400 °C la tasa de degradación disminuye y es lenta.

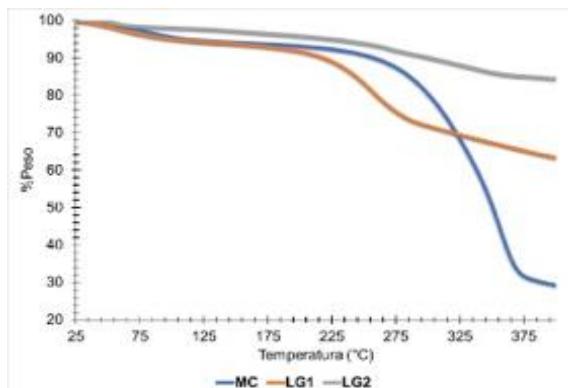


Figura 4. Termogramas por TGA de la MC, LG1 y LG2.

Por otro lado, en los termogramas correspondientes a las muestras de lignina (LG1 y LG2), se observan resultados similares a los reportados en otros trabajos de investigación (Köhneke *et al.*, 2018), donde se presenta que en los termogramas por TGA de la lignina sódica a los 100 °C correspondiente a la perdida de humedad, posteriormente se presenta una mayor pérdida de peso entre 200 y 300 °C que lo atribuyen a la celulosa-hemicelulosa y por arriba de los 400 °C corresponde a la descomposición de la lignina.

Comparando las curvas de TGA, se observa que el salto, correspondiente a la mayor pérdida de masa, en la curva de la MC, comparado con los presentados en las curvas de la LG1 y LG2, es más grande, lo que quiere decir que la MC tiene una mayor facilidad para descomponerse (mayor cantidad de compuestos volátiles) que las muestras de lignina. Debido, a la complejidad de la estructura de la lignina hace más difícil su descomposición.

### 3.5. Análisis por DSC de la descomposición de la MC, LG1 y LG2

Las señales obtenidas en los termogramas por DSC (Figura 5), revelan un comportamiento endotérmico, es decir, absorción del flujo de calor. En los tres termogramas se observa una señal grande antes de los 100 °C que se atribuye a la evaporación de agua. Como se mencionó por el TGA es posible encontrar datos sobre las temperaturas de transición vítrea ( $T_g$ ) del aserrín de madera de pino (MC), la celulosa y la lignina. Para el aserrín, la  $T_g$  es de 140 °C (Börzsöky y Pásztory, 2020), mientras que para la lignina se encuentra en un intervalo de temperatura de 100 a 180 °C (Poletto, 2017) y para la celulosa supera los 220 °C, al igual que la hemicelulosa (Szcześniak *et al.*, 2007).

A lo largo de los termogramas se observan diversas señales, pero es importante destacar aquellas que se acercan a los valores mencionados anteriormente (Figura 5). Estas temperaturas podrían indicar la  $T_g$  de las muestras.

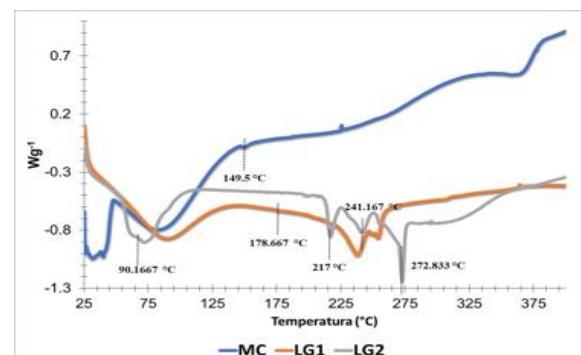


Figura 5. Termogramas por DSC de la MC, LG1 y LG2.

De acuerdo con los datos arrojados por los análisis térmicos y con el objetivo general de este trabajo, las unidades estructurales características de las sustancias húmidas son muy parecidas a las resultantes de la degradación de la lignina y como se observa en la siguiente tabla:

Tabla 4. Parámetros térmicos por TGA y DSC.

Método	Temperatura	% Pérdida en peso / Señal endotérmica	Temperatura de transición vítrea ( $T_g$ )	Temperatura de descomposición
TGA	70 - 130 °C	5-10% de pérdida en peso (humedad)	30 - 50 °C	>400 °C
	200 - 375 °C	30-60% de pérdida en peso (descomposición de la celulosa-hemicelulosa)		
	60-125 °C	Señal endotérmica (eliminación de humedad)	25 - 40 °C	>500 °C
DSC	200-280 °C	Señal endotérmica (descomposición de la celulosa-hemicelulosa)		

Se puede determinar, que la temperatura a la que se podrían obtener sustancias húmidas a partir de la lignina sería a una temperatura mayor de 200 °C que es cuando los enlaces C-C y C-O-C comenzarán a romperse (Aqsha *et al.*, 2011) y comenzará la transformación de los grupos éter, en -OH y -COOH, es decir, los grupos funcionales de la lignina que contienen oxígeno (proceso de oxidación), así como la liberación de fenoles y quinonas, que es aproximadamente un 60% de fracción lignocelulósica que se fragmenta y transforma (Sutradhar y Fatehi, 2023).

### 3.6. Caracterización por espectroscopía de FTIR de los productos obtenidos del procesamiento térmico de las muestras por TGA

En los espectros obtenidos por espectroscopía FTIR (Figura 6), la banda de los hidróxidos (-OH) no se aprecia como en los espectros de la Figura 2, esto se atribuye a que la muestra se sometió a altas temperaturas eliminando cualquier rastro de humedad, lo que también quiere decir que los grupos hidroxilo de las estructuras fenólicas y cadenas alifáticas se oxidaron, la banda que aparece en 1100  $\text{cm}^{-1}$  puede corresponder a grupos funcionales característicos y resultantes como los metóxidos (-OCH<sub>3</sub>) de la lignina, y finalmente la banda que aparece a 600  $\text{cm}^{-1}$  en las dos muestras: LG1 y LG2

corresponden al enlace C-S, como se mencionaba en el análisis de la Figura 2.

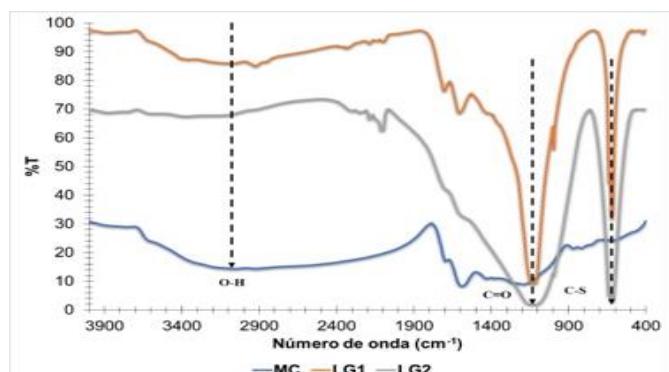


Figura 6. Espectros por espectroscopia FTIR obtenidos a partir de la muestra resultante del tratamiento térmico por TGA (Shuwen *et al.*, 2023).

### 3.7. Análisis por espectroscopia UV-VIS de la interacción de la lignina con cationes metálicos

Se obtienen los espectros por espectroscopia de UV-VIS (Figura 7) para la LG1 y LG2, en estos espectros se observa que ambas muestras presentan mayores absorbancias en un intervalo de  $\lambda = 210 - 240$  nm aproximadamente, que al igual que en los intervalos expuesto anteriormente con la espectroscopia UV-VIS de reflectancia difusa, es la zona de las transiciones electrónicas  $\pi \rightarrow \pi^*$ .

En el estudio de Manyatshe y Sibali (2025), se propone el uso de biopolímeros, como la celulosa y la lignina, como adsorbentes de contaminantes orgánicos e inorgánicos. Algunos experimentos realizados a escala de laboratorio arrojaron resultados prometedores, debido a la presencia de sitios activos en la estructura de estos biopolímeros, a los cuales los contaminantes pueden unirse. Se comprobó que las cargas negativas de los grupos carboxilo son responsables de la alta capacidad de adsorción observada.

Uno de los parámetros que pueden influir en la absorbancia de las disoluciones es el pH de 5, tanto el pH como la concentración son factores clave en el análisis de la interacción entre la lignina y los cationes metálicos (Akpakpan *et al.*, 2023). Dado que la lignina sódica es insoluble a un pH menor de 2, y un aumento en el pH mejora su solubilidad y permite la desprotonación de los grupos hidróxidos sobre todo (-OH y -COOH), lo que facilita su unión a los cationes metálicos.

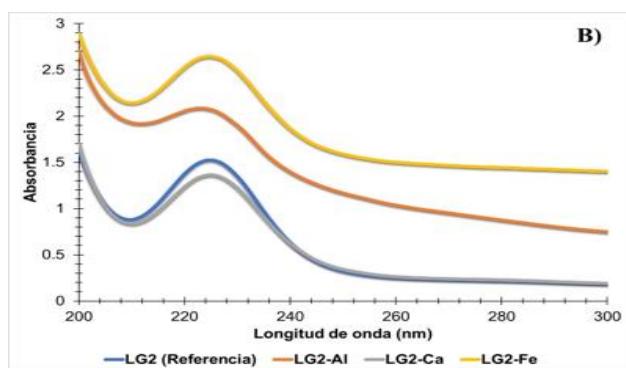
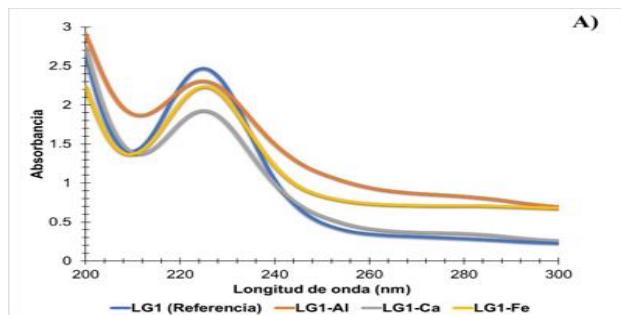


Figura 7. Espectros por espectroscopia UV-VIS obtenidos para analizar la interacción de las muestras: (A) LG1 y (B) LG2 con cationes metálicos.

No obstante, un aumento en la concentración de cationes metálicos en solución puede provocar la saturación rápida de los sitios de unión disponibles en la lignina, lo que genera fuerzas de repulsión electrostática entre los cationes unidos y aquellos que permanecen en la disolución (Akpakpan *et al.*, 2023). De manera similar, un incremento en la concentración de lignina favorece la aglomeración de sus partículas, bloqueando así los sitios de unión disponibles para los metales (Akpakpan *et al.*, 2023). Los resultados obtenidos por espectroscopia de UV-VIS indican que la LG1 y LG2 son capaces de formar complejos estables en disolución con  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$  así como mantenerlos en solución al mostrar buenas absorbancias en los intervalos de 220 a 240 nm de longitud de onda, es decir, en este caso no se observa la formación de aglomerados debido a que la concentración no es suficiente para que se agreguen, sin embargo, podemos observar la Figura 4 (A) en donde la muestra de lignina (LG1) es más pura con respecto a la LG2, y si se logra disminuir la absorbancia al interaccionar con los metales, presentando este orden de interacción (LG-Me): LG-Ca > LG-Fe > LG-Al y con respecto a la LG2 (muestra lignina-celulosa) disminuye su absorbancia con la interacción con el catión divalente calcio.

Es interesante mencionar que cuando se aumenta la concentración de la lignina a 2000 mg/L aparece mucho ruido e interferencia en los espectros debido a las altas absorbancias obtenidas.

### 4. Conclusiones y perspectivas

La lignina es un biopolímero con múltiples características atractivas que la hacen ideal para su aprovechamiento en productos de alto valor agregado.

Los resultados obtenidos indican que, a partir de la lignina es posible obtener las unidades estructurales base de las sustancias húmicas. Sin embargo, es necesario implementar métodos de purificación para eliminar compuestos fitotóxicos, así como estrategias que permitan incorporar nitrógeno en su estructura, debido a que este elemento es esencial para la capacidad de las sustancias húmicas de mantener condiciones óptimas en los suelos. La principal desventaja de obtener sustancias húmicas a partir de la lignina es la necesidad de utilizar altas temperaturas en el proceso. No obstante, los análisis realizados permitieron identificar propiedades de la lignina que podrían aprovecharse en otras áreas industriales. En particular, su capacidad de interactuar con metales pesados

como agente quelante la hace prometedora en aplicaciones ambientales. Además, los análisis térmicos demostraron que su resistencia a la degradación por altas temperaturas es una característica destacable, lo que la hace viable para su uso en la fabricación de bioespumas, entre muchas otras aplicaciones.

Respecto al comportamiento de la lignina con la interacción de metales di y trivalentes, la LG1 (mayor pureza) con respecto a la LG2, si logra disminuir la absorbancia formando aglomerados y presentando el orden de interacción (LG-Me): LG-Ca > LG-Fe > LG-Al. Con respecto a la LG2 (muestra lignina-cellulosa) disminuye su absorbancia formando aglomerados con el catión calcio.

## Agradecimientos

Silvia Nieto Velázquez agradece el financiamiento PRODEP, convenio no. 511-6/18-8644.

## Referencias

- Adjoud, A., Dieder, R., y Verge, P. (2021). Sustainable Esterification of a Soda Lignin with Phloretic Acid. *Polymers*, 13(4), 637. <https://doi.org/10.3390/polym13040637>
- Akpakpan, A. E., Inam, E. J., Ita, B. N., y Akpabio, U. D. (2023). Physicochemical Properties of Soda and Kraft Lignin Extracted from *Gmelina arborea* Wood. *International Research Journal Of Pure And Applied Chemistry*, 24(4), 9-19. <https://doi.org/10.9734/irjpac/2023/v24i4816>
- Akpakpan, A. E., Inam, E. J., y Itoro, E. U. (2023). Preparation, Characterization and Application of Soda Lignin and its Ester Derivatives as Adsorbents in the Adsorption of Pb<sup>2+</sup> and Cd<sup>2+</sup> from wastewater. *Journal Of Materials And Environmental Science*, 14(01), 82-96. [https://www.jmaterenvironsci.com/Document/vol14/vol14\\_N1/JMES-2023-14006-Akpakpan.pdf](https://www.jmaterenvironsci.com/Document/vol14/vol14_N1/JMES-2023-14006-Akpakpan.pdf)
- Alves, L., Medronho, B., Antunes, F. E., Topgaard, D., y Lindman, B. (2016). Dissolution state of cellulose in aqueous systems. 2. Acidic solvents. *Carbohydrate Polymers*, 151, 707-715. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.06.015>
- Aqsha, A., Mahinpey, N., Mani, T., Salak, F., y Murugan, P. (2011). Study of sawdust pyrolysis and its devolatilisation kinetics. *The Canadian Journal Of Chemical Engineering*, 89(6), 1451-1457. <https://doi.org/10.1002/cjce.20584>
- Ban, Z., Zhang, Y., Han, W., Ye, X., Niu, Y., Su, W., Zhu, P., Xiong, Q., y Jing, J. (2025). Artificial rice straw-derived humic acids obtained via extraction with highly concentrated alkali solutions or precipitation at lower pH levels exhibit reduced biological activity in promoting maize growth and nitrogen uptake. *Industrial Crops And Products*, 226, 120630. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2025.120630>
- Börcsök, Z., y Pásztor, Z. (2020). The role of lignin in wood working processes using elevated temperatures: an abbreviated literature survey. *European Journal Of Wood And Wood Products*, 79(3), 511-526. <https://doi.org/10.1007/s00107-020-01637-3>
- Chávez-Sifontes, M., y Dómine, M. E. (2013). Lignina, estructura y aplicaciones: Métodos de despolimerización para la obtención de derivados aromáticos de interés industrial. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, 4(4), 15-46.
- Ertel, J. R., y Hedges, J. I. (1984). The lignin component of humic substances: Distribution among soil and sedimentary humic, fulvic, and base-insoluble fractions. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 48(10), 2065-2074. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(84\)90387-9](https://doi.org/10.1016/0016-7037(84)90387-9)
- Köhne, J., Gierlinger, N., Prats-Mateu, B., Unterweger, C., Solt, P., Mahler, A. K., Schwaiger, E., Liebner, F., y Gindl-Altmutter, W. (2018). Comparison of four technical lignins as a resource for electrically conductive carbon particles. *BioResources*, 14(1), 1091-1109. <https://doi.org/10.15376/biores.14.1.1091-1109>
- Kong, L., Zhao, Z., He, Z., y Yi, S. (2017). Effects of steaming treatment on crystallinity and glass transition temperature of *Eucalyptus grandis* × *E. urophylla*. *Results In Physics*, 7, 914-919. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.02.017>
- Kononova, M. M. (1982). Materia orgánica del suelo. 1<sup>a</sup> Ed. Oikos-tau, Barcelona, España, 63-105.
- Kumar, R., y Kumar, G. (2022). Nanocellulose: fascinating and sustainable nanomaterial for papermaking. En Elsevier eBooks (pp. 389-407). <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-85835-9.00001-5>
- Li, X., y Wu, S. (2014). Chemical Structure and Pyrolysis Characteristics of the Soda-Alkali Lignin Fractions. *BioResources*, 9(4). <https://doi.org/10.15376/biores.9.4.6277-6289>
- Magalhães, S., Filipe, A., Melro, E., Fernandes, C., Vitorino, C., Alves, L., Romano, A., Rasteiro, M. G., y Medronho, B. (2021). Lignin Extraction from Waste Pine Sawdust Using a Biomass Derived Binary Solvent System. *Polymers*, 13(7), 1090. <https://doi.org/10.3390/polym13071090>
- Manyatshe, A., y Sibali, L. L. (2025). A review on the recovery of cellulose, lignin, and hemicellulose biopolymers from the same source of lignocellulosic biomass – Methodology, characterization and applications. *Journal Of Water Process Engineering*, 70, 107037. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2025.107037>
- Musterkiste.de, Klopp y Schloh GbR, Berlin, Germany. (2003, 27 octubre). Pine : sample, properties, application, dimensions, manufacturer. [http://www.musterkiste.com/en/holz/pro/1029\\_Pine.html](http://www.musterkiste.com/en/holz/pro/1029_Pine.html)
- Natural Organic Matter Research. (2007, diciembre). What are humic substances | IHSS. International Humic Substances Society. <https://humic-substances.org/what-are-humic-substances-2/>
- Orelma, H., Tanaka, A., Vuoriluoto, M., Khakalo, A., y Korpela, A. (2021). Manufacture of all-wood sawdust-based particle board using ionic liquid-facilitated fusion process. *Wood Science And Technology*, 55(2), 331-349. <https://doi.org/10.1007/s00226-021-01265-x>
- Orsetti, S. (2010). Estudio de la heterogeneidad de ácidos húmicos en el enlace de cationes [Universidad de Buenos Aires]. [https://bibliotecadigital.exactas.uba.ar/download/tesis/tesis\\_n4726\\_Orsett\\_i.pdf](https://bibliotecadigital.exactas.uba.ar/download/tesis/tesis_n4726_Orsett_i.pdf)
- Öztürk, H. B., Verdross, P., y Bismarck, A. (2025). Black liquor derived lignin adsorbents for removal of organic pollutants from water. *Reactive And Functional Polymers*, 106185. <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2025.106185>
- Rodríguez-Neave, F. (2014). Sustancias húmicas: origen, caracterización y uso en la agricultura. INTAGRI. <https://www.intagri.com/articulos/nutricion-vegetal/acidos-humicos-fulvicos-nutricion-vegetal>
- Ruwoldt, J., Syverud, K., y Tanase-Opedal, M. (2024). Purification of soda lignin. *Sustainable Chemistry For The Environment*, 6, 100102. <https://doi.org/10.1016/j.scenv.2024.100102>
- Sameni, J., Jaffer, S. A., y Sain, M. (2018). Thermal and mechanical properties of soda lignin/HDPE blends. *Composites Part A Applied Science And Manufacturing*, 115, 104-111. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.09.016>
- Shuwen, X., Zhenyong, M., Mingqiang, G., Keji, W. (2023). Structural analysis of lignite-derived humic acid and its microscopic interactions with heavy metal ions in aqueous solution. *Science of the Total Environment*, 897 (165385), p. 1-10.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2001). Principios de análisis instrumental.
- Sutradhar, S., y Fatehi, P. (2023). Latest development in the fabrication and use of lignin-derived humic acid. *Biotechnology For Biofuels And Bioproducts*, 16(1). <https://doi.org/10.1186/s13068-023-02278-3>
- Szcześniak, L., Rachocki, A., & Tritt-Goc, J. (2007). Glass transition temperature and thermal decomposition of cellulose powder. *Cellulose*, 15(3), 445-451. <https://doi.org/10.1007/s10570-007-9192-2>
- Valladares, S. (2010). Espectrofotometría de absorción molecular ultravioletvisible. CONTROL DE CALIDAD DE INSUMOS y DIETAS ACUICOLAS. <https://www.fao.org/4/ab482s/ab482s03.htm>
- Varfolomeev, M. A., Грачев, А. Н., Макаров, А. А., Забелкин, С. А., Емельяновко, В. Н., Мусин, Т., Герасимов, А. В., y Нургалиев, Д. К. (2015). Thermal Analysis and Calorimetric Study of the Combustion of Hydrolytic Wood Lignin and Products of Its Pyrolysis. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils*, 51(1), 140-145. <https://doi.org/10.1007/s10553-015-0586-9>
- Орлов, Д. С., y Sadovnikova, L. K. (2005). Soil Organic Matter and Protective Functions of Humic Substances in the Biosphere. En Springer eBooks (pp. 37-52). [https://doi.org/10.1007/1-4020-3252-8\\_2](https://doi.org/10.1007/1-4020-3252-8_2)