



Síntesis de carboximetil lignina a partir de *Megathyrsus maximus* y su evaluación en propiedades interfaciales

Resumen

En este estudio se aplicaron dos metodologías (M-04 y M-10) para extraer y caracterizar lignina del gamelote (*Megathyrsus maximus*), una planta altamente disponible en zonas tropicales. Aunque con la metodología M-10 se extrajo $22 \pm 2\%$ p/p de lignina, más que con la M-04, ambas presentaron las mismas tendencias en bandas en el espectro de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), solubilidad y tensión superficial. Después se sintetizó carboximetil lignina (CML) a partir de la lignina, el rendimiento para la lignina obtenida por ambas metodologías fue de 9% p/p. Mediante los análisis, se comprobó la mejora de las propiedades de la CML respecto a la lignina. Evaluando las propiedades interfaciales se encontró que la concentración de agregación de la lignina es de 3,6% p/p y que las emulsiones (WOR 50:50 a pH 8,5) de ligninas y CML tienen alta conductividad, esto indica que el biopolímero modificado tiende a ser hidrofílico y es capaz de estabilizar espumas. Finalmente, la CML estabilizó emulsiones 30:70 de agua y diésel a pH 8,5. Se concluyó que la lignina presenta propiedades prometedoras para su modificación química y aplicación en sistemas interfaciales.

Synthesis of Carboxymethyl Lignin from *Megathyrsus maximus* and evaluation of its Interfacial Properties

Abstract

In this study, two methodologies (M-04 and M-10) were applied to extract and characterize lignin from the gamelote plant (*Megathyrsus maximus*), a plant widely available in tropical areas. Although the M-10 method yielded $22 \pm 2\%$ w/w lignin, more than the M-04 method, both showed similar trends in Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), solubility, and surface tension. Carboxymethyl lignin (CML) was then synthesized from the extracted lignin; the yield for lignin obtained by both methodologies was 9% w/w. Analyses confirmed the improved properties of CML compared to lignin. Evaluating the interfacial properties, it was found that the lignin aggregation concentration is 3.6% w/w and that the emulsions (WOR 50:50 at pH 8.5) of lignins and CML have high conductivity, indicating that the modified biopolymer tends to be hydrophilic and can stabilize foams. CML stabilized 30:70 emulsions of water and diesel at pH 8.5. It was concluded that lignin presents promising properties for chemical modification and application in interfacial systems.

Síntese de carboximetil lignina de *Megathyrsus maximus* e sua avaliação nas propriedades interfaciais

Resumo

Neste estudo, duas metodologias (M-04 e M-10) foram aplicadas para extrair e caracterizar a lignina da planta gamelote (*Megathyrsus maximus*), uma planta amplamente disponível em áreas tropicais. Embora o método M-10 tenha produzido $22 \pm 2\%$ (p/p) de lignina, mais do que o método M-04, ambos apresentaram tendências semelhantes nas bandas de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), solubilidade e tensão superficial. A carboximetil lignina (CML) foi então sintetizada a partir da lignina extraída; o rendimento de lignina obtido por ambas as metodologias foi de 9% (p/p). As análises confirmaram as propriedades superiores da CML em comparação com a lignina. Ao avaliar as propriedades interfaciais, constatou-se que a concentração de agregação da lignina é de 3,6% p/p e que as emulsões (água/diesel 50:50 a pH 8,5) de lignina e CML apresentam alta condutividade, indicando que o biopolímero modificado tende a ser hidrofílico e é capaz de estabilizar espumas. O CML estabilizou emulsões de água e diesel na proporção de 30:70 a pH 8,5. Concluiu-se que a lignina apresenta propriedades promissoras para modificação química e aplicação em sistemas interfaciais.

Palabras clave: biomateriales; carboximetil lignina; estabilización de emulsiones; emulsiones agua/combustible; sistemas interfaciales-

Keywords: Biomaterials; Carboxymethyl lignin; Emulsion stabilization; Water/Fuel emulsions; Interfacial systems-

Palavras-chave: biomateriais; carboximetil lignina; estabilização de emulsões; emulsões de água/combustível; sistemas interfaciais-



Introducción

La lignina es un componente de la biomasa lignocelulósica que tiene una estructura polimérica compleja. También es uno de los materiales estructurales de los tejidos de las plantas vasculares y de las algas [2], es parte de la pared celular de las plantas y está especialmente presente en la corteza y la madera. Debido a los polímeros fenólicos reticulados en su estructura, que le proporcionan rigidez y dureza, es principalmente una estructura biopolimérica amorfa [3].

La lignina es el tercer biopolímero más abundante en la tierra, comprende alrededor del 8 al 30% de la biomasa, y juega un papel importante en la agenda global de energía de transición [4]. Este biopolímero es insoluble en agua y actúa como el “pegamento” que conecta la celulosa y la hemicelulosa. Es una macromolécula tridimensional altamente reticulada, compuesta por tres tipos de fenoles sustituidos que incluyen alcoholes de coníferilo, sinapilo y p-cumarilo, que por polimerización enzimática produce una gran cantidad de grupos funcionales y enlaces [5, 6].

Cada año se producen aproximadamente 100 millones de toneladas de lignina en las plantas de pulpa y papel, pero menos del 2% se utiliza en productos comerciales de valor agregado. El resto de la producción se utiliza como combustible para calderas o se desecha [7–9]. La lignina es el segundo biopolímero más común de origen vegetal y es el único material de fuente renovable que tiene una estructura monomérica aromática [10].

El potencial de la lignina se extiende a cualquier producto que en la actualidad se obtenga a partir de sustancias petroquímicas. Entre los productos para cuya fabricación se utiliza la lignina se encuentran emulsionantes, tintes, pisos sintéticos, aglutinantes, polímeros termoestables, agentes dispersantes, pinturas y combustibles para tratamientos de carreteras [11]. Además, se ha establecido que la lignina se puede utilizar para fabricar productos de alto valor como gas de síntesis, fibra de carbono, compuestos fenólicos, diversos productos oxidados e hidrocarburos multifuncionales [7].

Por otro lado, se conoce que este biopolímero es útil como aglutinante en sistemas de mortero y construcción, para el secuestro de metales en soluciones in vivo, como aditivo plástico biodegradable, como base para la formación de geles y copolímeros de poliuretano, y para la síntesis polimérica [12]. Por lo tanto, la aplicación industrial de la lignina y sus derivados es de gran importancia en la actualidad. Además, existe una amplia variedad de fuentes de lignina y celulosa que están disponibles, por ejemplo, en el algodón, el pasto, la madera y los desechos agroindustriales. Sus propiedades físicas y químicas son diferentes dependiendo de su origen y el método utilizado para su extracción.

El *Megathyrsus maximus* (*M. maximus*), también llamado gamelote, pasto Guinea, hierba de Guinea, pasto colonial o siempre verde [13], es una especie nativa de África, aunque se encuentra distribuida y naturalizada en los trópicos de todo el planeta [14]. En términos de la biomasa anual, el gamelote presenta entre el 28 y el 36% de rentabilidad. Esta especie vegetal tiene una notable capacidad de reproducción y produce una gran cantidad de follaje, por lo tanto, debido a su alta productividad y rendimiento, es un excelente candidato para la producción de biomateriales lignocelulósicos de interés industrial [15].

La identificación de las propiedades tecnológicas de la lignina y sus derivados, como los emulsificantes, es relevante para conocer la utilidad del biopolímero y sus posibles aplicaciones en las industrias de limpieza, alimentos, cuidado personal, cosmética, pintura, biomédica, química, agrícola y farmacéutica, en la purificación de desechos y en el tratamiento de aguas [16–20]. Por ejemplo, las ligninas modificadas pueden ser un sustituto adecuado de las moléculas tensoactivas típicas para la emulsificación o la estabilización de emulsiones con combustible [21].

Una de las aplicaciones más importantes de las emulsiones de agua/combustible (W/O) es en la industria de transporte y en la energética, esto se debe a que pueden mejorar la eficiencia de los motores de los vehículos de carga y de ferrocarril, de los barcos y de los generadores eléctricos. Una emulsión de combustibles es la estabilización de agua u otra sustancia en un hidrocarburo fósil usando como medio estabilizante un surfactante, cuya función es evitar que la fase acuosa (agua) y orgánica (combustible) se separen en un tiempo determinado. El uso de emulsión W/O en motores diésel ha sido campo activo de investigación durante las últimas dos décadas.

Dos características esenciales de la emulsión W/O son: 1) el calor de evaporación del agua ayuda a reducir la temperatura máxima de la combustión, que tiende a reducir las emisiones de NOx; y 2) el fenómeno de microexplosión de los combustibles emulsionados aumenta la volatilidad del combustible diésel, lo cual mejora la eficiencia de la combustión [22]. Además, como ventajas se tiene que las emisiones de NOx se reducen en un 45% con los combustibles de emulsión W/O, mientras que se registra una reducción del 80 al 90% en las emisiones de material particulado [10].

En el campo de las emulsiones basadas en lignina, los lignosulfonatos se han utilizado como estabilizadores poliméricos debido a su inherente solubilidad en agua. Sin embargo, debido a su alto contenido de azufre, su uso para emulsiones de combustible es limitado, esto se debe a que se puede producir un exceso de óxido de azufre durante la combustión [21]. Como alternativa surge la carboximetilación de la lignina para su uso como estabilizadora de emulsiones solubles en agua, debido a su amplio rango de acidez (pH > 4), su adecuado comportamiento de fases, sus propiedades reológicas, el tamaño de gota y sus valores caloríficos, que son más altos para las emulsiones W/O [23].

Con base en lo expuesto, en esta investigación se utilizó el gamelote (*M. maximus*) como fuente de biomasa lignocelulósica y, en específico, como fuente de la lignina, a partir de la cual se sintetizó carboximetil lignina (CML) para estudiar su aplicación en la estabilización de emulsiones W/O.

Materiales y métodos

Obtención

La biomasa natural de *M. maximus* fue recolectada en los predios adyacentes al edificio del Departamento de Química en la Universidad de Carabobo, estado Carabobo, Venezuela. Las partes de la planta que se utilizaron para este estudio fueron las hojas y tallos. La biomasa se dejó secar al sol sobre concreto por varias semanas, luego fue triturada con una licuadora comercial (Oster) y después se tamizó con diferentes mallas metálicas (The Tyler Standard Screen Scale) con tamaño de poro menor a 0,833 mm.

Extracción

Se llevaron a cabo dos métodos de extracción de biopolímeros de *M. maximus*: el método M-10, reportado previamente por González et al. [24]; y el método M-04, diseñado en el Laboratorio de Petróleo, Hidrocarburos y Derivados (PHD). Se utilizaron reactivos de grado técnico, incluyendo hidróxido de sodio (NaOH) y ácido fosfórico (H₃PO₄ al 85%), y para el filtrado (por gravedad y al vacío) se empleó papel de filtro (Whatman N6). Los procesos de extracción y precipitado se realizaron por triplicado para calcular la desviación estándar, utilizando una balanza analítica (Adventurer, modelo Ohaus) para los pesados.

Método M-10

Se mezclaron 5 g de *M. maximus*, previamente triturado y tamizado, con una disolución de NaOH 10% p/v, en una proporción sólido-líquido de 1:10 (g/mL), a 70 °C con agitación constante. Después de 2 h, la mezcla fue filtrada con papel filtro, el sólido retenido

corresponde a fibra de celulosa sin blanquear. Este procedimiento se realizó siguiendo la metodología descrita por González *et al.* [24].

Método M-04

Se mezclaron 5 g de *M. maximus*, de igual manera triturado y tamizado, con una disolución de NaOH 4% p/v, en una proporción sólido-líquido de 1:15 (g/mL), a 80 °C con agitación constante. Después de 4 h, la mezcla fue filtrada con papel filtro; el sólido retenido corresponde a fibra de celulosa sin blanquear.

Precipitación

Las condiciones de precipitación fueron tomadas de la revisión de Hubbe *et al.* [25], las cuales fueron adaptadas para este estudio. El líquido remanente de la extracción (licor negro) se calentó en constante agitación a 70 °C y se acidificó con H₃PO₄ al 85% p/p hasta pH 5. El pH fue determinado con cinta de papel pH (pHydrion INSTA-CHEK 0-13). Luego se concentró por calentamiento a 150 °C hasta evaporar un 50% de la mezcla y se dejó en reposo por más de 24 h para dejar que la lignina sedimentara. La lignina se separó por filtración al vacío con papel filtro y se lavó hasta pH neutro con agua destilada a temperatura ambiente.

Síntesis de la carboximetil lignina (CML)

El método aplicado fue adaptado de Li *et al.* [21]. Para este método se dispersaron 5 g de lignina en 130 mL de etanol al 70% v/v bajo agitación magnética en un balón de 3 bocas. Por una de las bocas se fijó un termómetro, por el otro un embudo de adición y en el medio una columna de reflujo. Gradualmente, se añadieron 14 mL de disolución de NaOH 30% p/v en un periodo de 30 min. Después de una hora de agitación a temperatura ambiente, se añadieron 7 g de ácido cloroacético (ClCH₂CO₂H) diluido en 20 mL de etanol al 70% v/v. La mezcla se calentó a 55 °C y se mantuvo en agitación constante durante 3,5 h. La mezcla fue filtrada y el líquido remanente se acidificó a pH 5 con una solución de H₃PO₄ 2 M. La dispersión obtenida fue centrifugada junto con varios lavados con etanol al 70% v/v. El residuo se recuperó y se secó a temperatura ambiente. Esta reacción se aplicó tanto para la lignina extraída por el método M-10 como por el método M-04.

Espectros de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

Los espectros de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) de las ligninas extraídas mediante los métodos M-10 y M-04, así como del producto de síntesis de CML, se obtuvieron utilizando un espectrómetro Perkin-Elmer, modelo Spectrum Two (serie 91407).

Estudio interfacial

Solubilidad

En tubos de ensayo, a la muestra sólida, seca y triturada, se le adicionaron pequeñas cantidades de diferentes disolventes orgánicos para observar su comportamiento. Se clasificó la solubilidad siguiendo el orden: soluble (S) > ligeramente soluble (LS) = al transcurrir el tiempo, se disuelve (TD) > insoluble (I). Este ensayo se aplicó para muestras sólidas de lignina y CML obtenidas por ambos métodos.

Tensión superficial

La tensión superficial de disoluciones de lignina obtenida por M-10 fueron medidas a 26 °C con un tensímetro de superficie® 21, marca Cole-Parmer (**figura 1A**). La concentración de las disoluciones varió desde 0,001 hasta 10% p/v a pH 10, ajustado con una solución de NaOH 2 M. Luego se graficó el logaritmo de la concentración frente a la tensión superficial, y mediante la ecuación de adsorción de Gibbs (Ec. 1), se obtuvieron los parámetros termodinámicos:

$$\delta\gamma = -\Gamma R T d\ln C \quad (1)$$

Dónde $\delta\gamma$ es la tensión superficial, Γ es la concentración de superficie del tensoactivo, R es la constante de los gases, T es la temperatura absoluta y $d\ln C$ es el logaritmo natural de la concentración de la disolución en fracción mol del tensoactivo.

Método de la gota colgante

El método de la gota colgante se utiliza para medir la disolución de la CML y lignina de las diferentes fuentes. Para ello, se prepararon soluciones al 2% de lignina y CML a pH constante y se utilizó el NaOH para ajustar el pH hasta 8,5 [26]. Posteriormente, la muestra fue tomada con una inyectora y se introdujo dentro del equipo (**figura 1B**), luego se presionó para generar la gota que fue detectada por la cámara. Al estar enfocada y fija la gota, se tomó la imagen y se analizó mediante el Software Tensión 1,0. Adicionalmente, se determinó la densidad de las soluciones haciendo uso de un picnómetro y su valor se introdujo en el software de análisis.

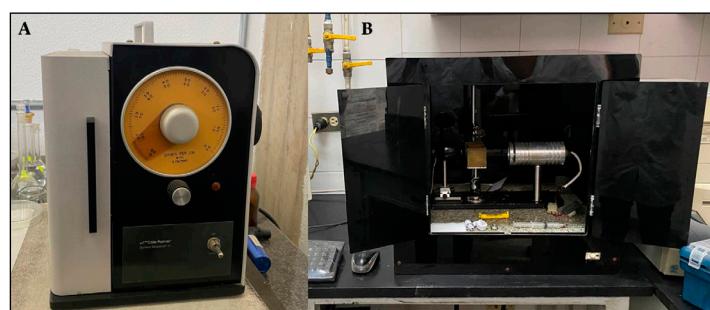


Figura 1. Montajes para la determinación de la tensión superficial. A: tensímetro de Du Nou por el método del anillo y B: equipo de medición de tensión por el método de la gota colgante.

Conductividad

Para estudiar el comportamiento de fase de los polímeros y los derivados, se prepararon emulsiones en proporciones de 50:50 de combustible (diésel) y agua destilada con 0,1 mL de pentanol como cosurfactante. La fase acuosa estaba conformada por 2% p/v del compuesto a pH 10. Se mezclaron 4 mL de la fase oleosa con 4 mL de cada disolución preparada y 0,1 mL de pentanol, se agitaron a 11200 rpm y se trasvasaron a tubos de ensayo. Posteriormente se usó un conductímetro (SKU: EQ-CONDUC4074) para determinar el tipo de emulsión en la mezcla.

Análisis microscópico

Usando un microscopio óptico Nikon Alphaphot-2 YS2 (**figura 2**), con ayuda de los lentes de 10x, 40x y 100x se observó la distribución de la emulsión. Para la captura de estas imágenes se empleó un teléfono inteligente.



Figura 2. Microscopio óptico Nikon Alphaphot-2 YS2 usado para medir el tamaño de gota.

Estabilidad

Las emulsiones preparadas en el ensayo de conductividad se transfirieron a tubos de ensayo cerrados, estos se monitorearon durante 7 días para evaluar su estabilidad de fase en condiciones de presión y temperatura ambientales.

Resultados y discusión

Extracción

En la figura 3 se observa el proceso de extracción: el gamelote recién cortado presenta un color verde intenso (**figura 3A**) que, al secarse al aire libre, se torna marrón y frágil, luego es molido y tamizado para su posterior uso (**figura 3B**). Al iniciar la extracción, la mezcla resulta de baja fluidez y de color marrón (**figura 3C**), pero a medida que transcurre el tiempo, la mezcla disminuye su viscosidad debido al proceso de disolución de la lignina y hemicelulosa en el medio. La mezcla resulta con restos de fibra de celulosa y un líquido de color negro (licor negro), como se observa en la **figura 3D**.

La viscosidad del licor negro también está influenciada por el aumento del punto de ebullición, que es consecuencia del aumento de la concentración de electrolitos en el licor negro a medida que el agua se elimina por evaporación [27]. Este mismo efecto se notó en el proceso de extracción con el gamelote, en el cual se obtuvo un sólido fibroso amarillo pálido (**figura 3E**). Esta fibra, compuesta en su mayoría por celulosa, puede blanquearse para eliminar cualquier rastro de impurezas con una mezcla de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) en medio alcalino, para obtener una celulosa blanca (**figura 3F**).

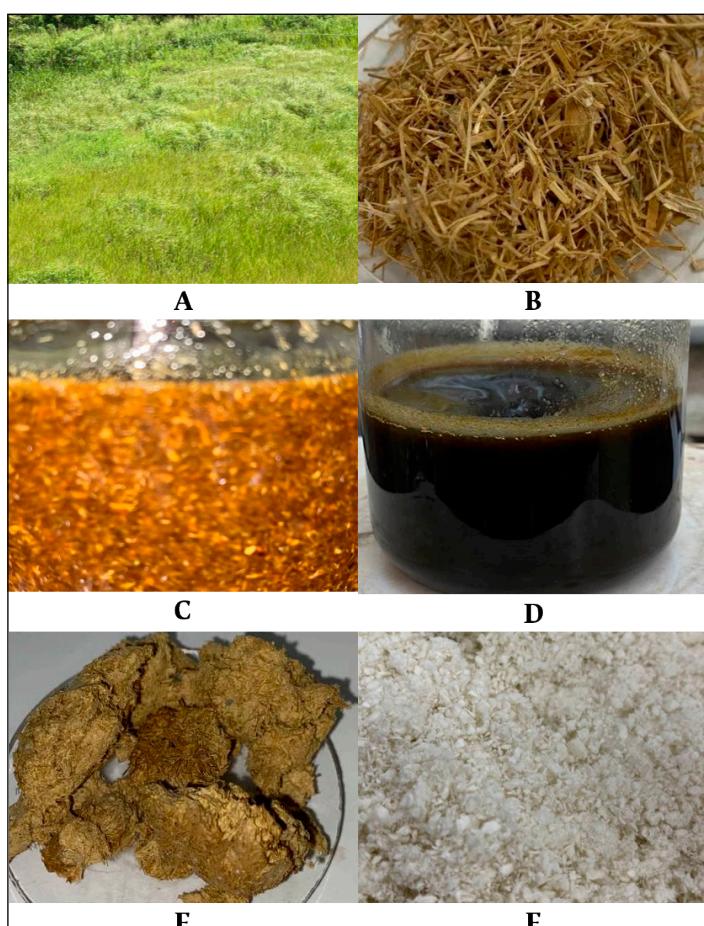


Figura 3. Proceso de extracción de los biopolímeros del gamelote. A: gamelote recién cortado, B: gamelote seco, C: mezcla inicial de gamelote con NaOH 10 % p/v en proporción 1:10, D: mezcla final de reacción, E: celulosa seca filtrada y F: celulosa blanqueada con peróxido de hidrógeno (H_2O_2).

Los resultados del rendimiento de la deslignificación del gamelote se reportan en la **tabla 1**. En el proceso de deslignificación con NaOH, también llamado pulpado en la industria papelera, la fibra de celulosa es liberada, mientras que la mayoría de la lignina y los productos de degradación de las hemicelulosas originalmente presentes en la biomasa quedan en solución (licor negro) [25]. En el *M. maximus*, esta fibra sin blanquear, que retiene lignina e impurezas inorgánicas, está conformada por un 54 hasta 64% p/p del material de partida, como se muestra en la **tabla 1**. Luego, al pasar por el proceso de blanqueo con peróxido, el contenido se reduce al 31% p/p (M-4) y al 30% p/p (M-10).

En cuanto a la extracción de lignina, el método influye: el M-4 obtuvo un 17% p/p, mientras que el M-10 alcanzó un 22% p/p respecto a la masa inicial del pasto crudo. Estos valores coinciden con los reportados por Cardona et al. para pastos como king grass y elefante [28], lo que sugiere que el contenido de lignina en estos materiales lignocelulósicos presenta una variabilidad limitada, independientemente de la especie vegetal analizada.

Tabla 1. Rendimiento de celulosa y lignina extraídas por diferentes métodos.

Método	NaOH (% p/v)	Proporción NaOH:gamelote	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Celulosa* (% p/p)	Lignina (% p/p)
M-04	4	1:15	80	4	64 ± 2	17 ± 2
M-10	10	1:10	70	2	54 ± 4	22 ± 1

*X ± s: promedio y desviación estándar de celulosa cruda (n = 3).

Síntesis de CML

Esta reacción se realizó con lignina proveniente del gamelote extraída por dos métodos distintos, M-10 y M-04, para obtener los productos CML-10 y CML-04, respectivamente. El rendimiento de ambas reacciones fue de 8% p/p con base a la masa inicial de lignina. Es importante destacar que diferentes autores no reportan el rendimiento de reacción, sino el grado de sustitución en la molécula [23, 29-31], esto debido a que no se conoce el peso molecular de esta macromolécula.

Caracterización de la lignina y la CML por FTIR

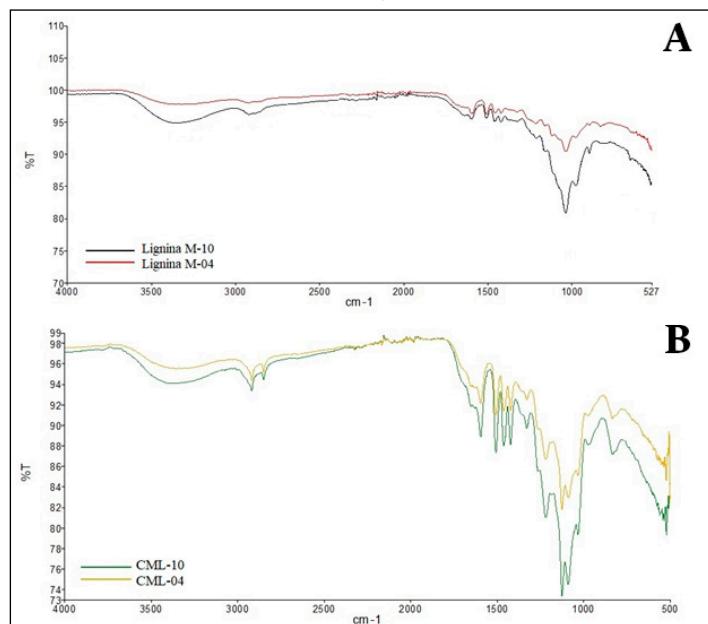


Figura 4. Espectro de infrarrojo de A: lignina extraída por el método M-04 y M-10, y B: carboximetil lignina, CML-04 y CML-10, obtenida a partir de sus predecesores M-04 y M-10.

En la **figura 4A** se pueden observar los espectros de la lignina del gamelote extraídos por los métodos M-04 y M-10. Ambos espectros presentan bandas similares en las regiones entre 3500 y 3600 cm⁻¹, que corresponde a estiramientos -OH, entre 1500 y 1600 cm⁻¹, que exhiben los estiramientos del C=C del aromático, y por debajo de 1000 cm⁻¹, que muestran deformaciones C-H fuera del plano de los anillos aromáticos, lo que indica que la composición estructural básica de la lignina no varía significativamente entre los dos métodos. En la **tabla 2** se reportan las asignaciones a las bandas mostradas en el espectro.

Los espectros FTIR de la CML se muestran en la **figura 4B**. A diferencia del espectro de la lignina (**figura 4A**), se exhiben nuevas señales entre 1750 y 1650 cm⁻¹, que corresponden al estiramiento de C=O de un sistema no conjugado de carbonilos, cetonas, aldehídos y ésteres [35], y que se pueden solapar con los estiramientos C=C del

Tabla 2. Bandas de absorción de infrarrojo para lignina de gamelote.

Frecuencia de la radiación infrarroja (cm^{-1})	Banda	Grupo funcional	Referencias
3600-3100	Estiramiento de O-H	Hidroxilos alifáticos e hidroxilos fenólicos	[32]
2900-2850	Estiramiento simétrico y asimétrico C-H de los grupos CH_2 y CH_3	Metil y metilenos	[33-35]
1600-1500	Estiramientos C=C del esqueleto aromático en la lignina	Anillos aromáticos	[34]
1450	Deformaciones asimétricas C-H con vibraciones esqueléticas aromáticas	$\text{CH}_3\text{-C}$ y anillos aromáticos	[33, 35, 36]
1420-1410	Vibraciones esqueléticas aromáticas con deformaciones en el plano CH_2	Vinilo y anillos aromáticos	[35, 36]
1112	Deformaciones C-H de anillos aromáticos en el anillo siringilo	Alquilos	[33]
1035-1029	Deformaciones en el plano de C-H aromático y C-O en alcoholes primarios	Alquilos e hidroxilos y fenoles	[32, 35, 37]

aromático en la lignina [34]. La banda en 1209 cm^{-1} pertenece al anillo aromático asignado al estiramiento C-O y C=O, y en 1030 cm^{-1} al estiramiento C-O en alcoholes primarios [32, 37]. Las bandas en 1100 , 1060 y 1035 cm^{-1} surgen de la deformación en el plano C-H para el tipo sirangil y el tipo guacil de los monómeros de la lignina [33]. Por tanto, los principales cambios del espectro FTIR de CML son la aparición de dos fuertes bandas de absorción en 1600 y 1425 cm^{-1} , que se deben a estiramientos del grupo COO- en CML [30]. Esto indica que efectivamente se ha realizado una sustitución en los grupos -OH. Además, las bandas de absorción entre CML-04 y CML-10 son similares, por lo que se puede inferir que no hay efecto del método de extracción sobre la lignina obtenida.

Estudio interfacial

Solubilidad

Tabla 3. Solubilidad de lignina y derivados en diferentes solventes.

Solvente	Lignina M-10	Lignina M-04	CML-10	CML-04
Agua	I	I	LS	LS
Tolueno	I	I	TD	TD
Etanol 70%	I	I	LS	LS
Isopropanol 70%	I	I	LS	LS
Butanol	I	I	LS	LS
Pentanol	I	I	I	I
Octanol	I	I	I	I
Xileno	I	I	TD	I
Heptano	I	I	I	I
Dimetilsulfóxido (DMSO)	TD	TD	S	LS
Tetrahidrofurano (THF)	LS	LS	S	LS
Alcohol bencílico	I	I	LS	I

CML-10: la lignina usada en la síntesis fue obtenida por el método M-10.

CML-04: la lignina usada en la síntesis fue obtenida por el método M-04.

S: soluble.

LS: ligeramente soluble.

TD: al transcurrir el tiempo, se disuelve.

I: insoluble.

La **tabla 3** presenta los resultados de solubilidad de la lignina obtenida mediante los métodos M-10 y M-04. La lignina muestra insolubilidad en alcoholes, alcohol bencílico, agua, xileno y heptano, lo que refleja su naturaleza predominantemente polar. Sin embargo, exhibe solubilidad en dimetilsulfóxido (DMSO) y tetrahidrofurano (THF), solventes altamente polares capaces de interactuar con los grupos hidroxilo fenólicos y alifáticos de la lignina, confirmando así la presencia de regiones polares en su estructura. La baja solubilidad de la lignina en agua puede atribuirse a la alta densidad electrónica en los enlaces O-H de su estructura, donde los carbonos adyacentes donan electrones, reforzando estos enlaces y limitando la formación de puentes de hidrógeno con el agua.

En contraste, los productos de síntesis CML-10 y CML-04 presentan una mejora significativa en su solubilidad en agua y alcoholes de cadena corta ($C < 5$), atribuida a la introducción de grupos carboximetilo ($-\text{CH}_2\text{COOH}$) durante la carboximetilación. Estos grupos incrementan la hidrofilicidad de la molécula, facilitando su interacción con solventes polares. Esta observación es consistente con estudios previos, por ejemplo, Li *et al.* mencionan que la solubilidad de la CML va a depender del grado de sustitución que se obtenga en la síntesis [21]. A medida que aumenta el grado de sustitución de CML, la presencia de grupos funcionales de ácido carboxílico produce una mayor hidrofilicidad. No obstante, ambas CML mantienen un comportamiento similar al de la lignina nativa en DMSO y THF, lo que sugiere que la modificación química no altera significativamente su afinidad con estos solventes. Considerando los espectros de infrarrojo y esta prueba, se puede confirmar que hubo una modificación en su estructura.

Tensión superficial

Se realizaron comparaciones de la capacidad superficial entre la lignina y CML mediante la preparación de soluciones al 2% *p/v* con pH constante (**tabla 4**). La medición de la tensión superficial se llevó a cabo mediante el método de la gota colgante. Este método presenta una ventaja sobre el método del anillo, ya que requiere una menor cantidad de muestra para realizar las mediciones. Dado el bajo rendimiento de los productos de síntesis y su disponibilidad limitada, se optó por utilizar este método.

En los resultados encontrados en la **tabla 4**, la menor tensión superficial de la CML (~43 dinas/cm) frente a la lignina nativa (46,8 dinas/cm) sugiere una reorganización estructural durante la síntesis. Los espectros FTIR (**figura 4B**) confirman la presencia de carboxila-

tos (bandas a 1600 y 1425 cm⁻¹), que actúan como grupos polares en la interfase. Esto, junto con la posible reducción de hidroxilos fenólicos periféricos durante la carboximetilación, favorece una orientación más eficiente de la molécula en la superficie, reduciendo la tensión interfacial. Para estas mismas condiciones, Li *et al.* reportaron una tensión de 42 dinas/cm para lignina grado reactivo proveniente de la madre [21], lo que sugiere que no hay diferencia entre la fuente del biopolímero.

Tabla 4. Tensiones superficiales de diferentes compuestos

Muestra	K ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	γ (dinas/cm)
Lignina M-04	> 900	46,8
Lignina M-10	> 900	46,8
CML-04	> 900	41,6
CML-10	> 900	42,2

K: conductividad de emulsiones.

γ : tensión superficial.

Concentración de agregación crítica

En la **figura 5** se presentan los valores de tensión superficial de la lignina extraída del gamelote (*M. maximus*) en diferentes concentraciones de disolución básica. Se observa que, a mayor concentración de lignina, disminuye la tensión superficial, lo que indica su comportamiento como surfactante. Se aprecia un cambio en la propiedad de la tensión superficial a concentraciones comprendidas entre 0,2 y 0,6% p/v. En el caso de los tensoactivos monoméricos, este cambio señala la concentración micelar crítica, que es el punto en el cual se forman micelas [1]. En el caso de la lignina del *M. maximus*, se observa un punto de ruptura en el perfil de tensión superficial alrededor de una concentración de aproximadamente 0,39% p/v, con una tensión superficial mínima de alrededor de 44,3 dinas/cm (**tabla 5**). A diferencia de los tensoactivos convencionales, no se espera que la lignina forme estructuras de asociación como micelas, sino agregados más complejos. Por lo tanto, se utiliza el término “concentración de agregación crítica” para indicar el punto en el cual la tensión superficial se estabiliza [21].

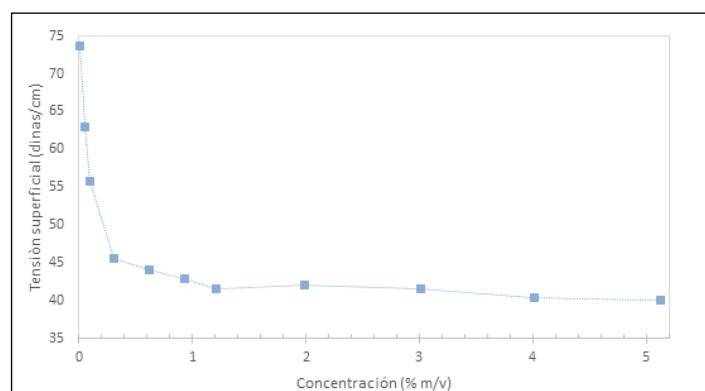


Figura 5. Tensión superficial a diferentes concentraciones de lignina extraída por el método M-10 a 27 °C.

Para la lignina (**tabla 5**), el valor de Γ fue de 7,63 mol/m², mayor que el del surfactante dodecilsulfato de sodio (SDS), cuyo valor es 2,42 mol/m². En este sentido, Elarbi *et al.* mencionan que cuanto mayor sean los valores de Γ , mayor es la actividad superficial [38]. Por otra parte, el área por molécula (A_{\min}) en la interfase está influenciada fundamentalmente por el tamaño del grupo de cabeza [38]. Por tanto, se puede decir que la cabeza polar de la lignina es pequeña en comparación con SDS (0,69 nm²), y se debe al grupo polar que predomina en su estructura, que son los –OH presentes en los fenoles. Finalmente, los valores de presión superficial tienen valores cercanos para el surfactante y la lignina.

Tabla 5. Parámetros termodinámicos de adsorción para la lignina.

γ_{CMC} (dinas/cm)	CAC		$\Gamma \times 10^6$ (mol/m ²)	A_{\min} (nm ²)	π_{CMC} (dinas/cm)
	lnC	% m/v			
44,3	3,60	0,39	7,63	0,22	31,3

γ_{CMC} : tensión superficial de la concentración micelar crítica.

CAC: concentración crítica de agregación.

Γ : concentración de superficie del tensoactivo.

A_{\min} : área por molécula.

π_{CMC} : presión superficial de la concentración micelar crítica.

Conductividad

Analizando los valores de conductividad de las emulsiones 50:50 que se muestran en la **tabla 4**, se exhiben que son mayores a los 900 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Se puede decir que la fase externa conduce corriente eléctrica, tanto la lignina como la CML (**tabla 4**). A modo de comparación, se determinó la conductividad del diésel, cuyo valor es 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$, mayor a la de las emulsiones estudiadas. Por lo tanto, las emulsiones formadas por el biopolímero y su derivado son W/O, fase externa agua y fase interna diésel, bajo las condiciones dadas. Esto indica que la lignina y CML tienen una mayor afinidad por el agua (hidrofílicas). Por otra parte, comparando los derivados de la lignina CML-04 y CML-10, pareciera no haber una diferencia entre ellos.

Además, Salager [39] menciona que las conductividades de las fases que conforman una emulsión son en general diferentes, puesto que la fase acuosa contiene electrolitos disueltos. Por otra parte, la conductividad de la emulsión depende esencialmente de la naturaleza de la fase continua o externa, ya que esta fase transporta las cargas. Una emulsión de fase continua agua (con electrolito) W/O posee una alta conductividad, mientras que una emulsión de fase externa orgánica W/O posee una baja conductividad. Esta característica permite inferir el tipo de emulsión a partir de la conductividad.

Análisis microscópico

En la **figura 6** se pueden observar las emulsiones. Se usaron lentes con diferente zoom óptico para detallar la forma de la gota. En las micrografías se puede observar que existe polidispersidad en el tamaño de las gotas, se nota que tienen una forma esférica debido al contenido de CML en las emulsiones preparadas. Es importante resaltar que las emulsiones pueden ser estabilizadas por agentes tensoactivos y también por polímeros anfifílicos como la CML. Estas emulsiones presentan mayor viscosidad y tienen un comportamiento similar a un gel. La alta viscosidad de la fase continua orgánica impide el movimiento de las gotas dispersas y, por lo tanto, la probabilidad de que dos gotas se acerquen y se aglomeren es mucho menor, tal como afirman Aranberri *et al.* [40].

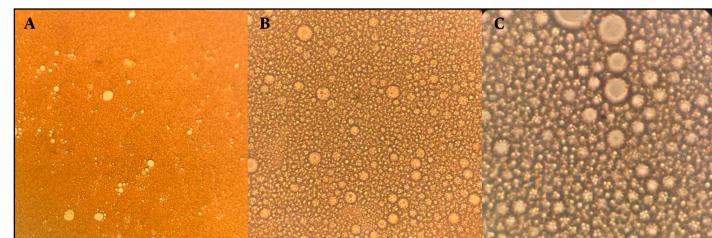


Figura 6. Emulsiones de agua y diésel (30:70) con 2% CML y pH 8,5 vista desde un microscopio óptico. A: 10x, B: 40x y C: 100x.

Estabilidad

En la **figura 7** se muestran los ensayos de estabilidad realizados para las emulsiones, la estabilidad se relaciona en general con el volumen de las fases separadas. Después de algún tiempo el sistema se separa típicamente en tres zonas: una zona central que contiene una nata o emulsión de alto contenido de fase interna y dos fases separadas, la interna (coalescida) y la externa (clarificada). En las emulsiones preparadas (**figura 7A** y **7B**) se puede observar que este

fenómeno se presenta en los tubos A, que no contienen pentanol y donde parte de la fase interna ha coalescido. No obstante, las emulsiones que contienen pentanol (tubos B) permanecen sin cambio observable durante el primer día.

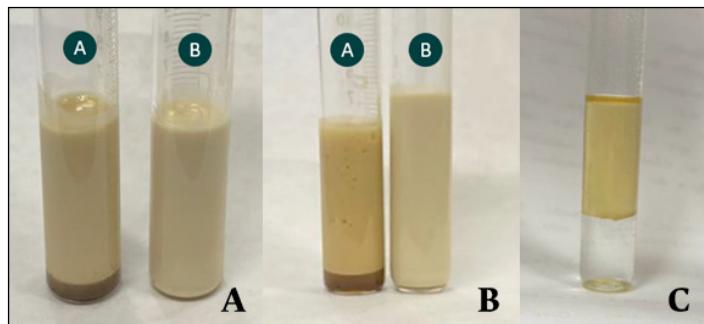


Figura 7. Emulsiones de agua en aceite 30:70 con 2% de surfactante polimérico a pH 8,5. A: CML-04, B: CML-10 y C: blanco.

Como demuestran los resultados y en concordancia con lo reportado por Pereira [41], los alcoholes de cadena corta (particularmente el pentanol en este estudio) desempeñan un rol fundamental como cosurfactantes en sistemas emulsionados, esto se debe a que las moléculas de alcohol se insertan entre las moléculas del surfactante, lo cual genera dos efectos clave: primero, modifican la interacción entre las partes hidrofílicas del surfactante, y segundo, confieren un carácter más lábil al arreglo del surfactante en el aceite. El efecto neto de estos cambios es vencer las fuerzas cohesivas de la disolución de CML, lo que favorece su solubilización en la fase oleosa (diésel). Además, los alcoholes promueven la formación y estabilización de los sistemas agregados. Este efecto estabilizador contrasta marcadamente con el comportamiento del blanco (**figura 7C**), donde la ausencia tanto de surfactante como de cosurfactante resulta en una separación inmediata de fases debido a la incompatibilidad intrínseca entre el diésel y el agua.

Conclusiones

Los resultados demuestran que la lignina obtenida de *M. Maximus* es un material versátil para modificaciones químicas y aplicaciones en sistemas interfaciales. El método M-10 (NaOH al 10% p/v) mostró mayor eficiencia en la extracción (22% p/p), confirmando que medios altamente alcalinos optimizan la deslignificación de esta biomasa tropical. Los análisis por FTIR indicaron que ambas metodologías (M-04 y M-10) producen lignina con estructura similar, preservando grupos hidroxilo, metilos y enlaces aromáticos característicos.

La síntesis de CML (9% p/p de rendimiento) introdujo con éxito grupos carboximetilo ($-COO^-$), evidenciados por las bandas FTIR a 1600 y 1425 cm^{-1} . Esta modificación mejoró notablemente las propiedades interfaciales: mayor hidrofilicidad, solubilidad en solventes polares y reducción de la tensión superficial. Estos cambios se asocian directamente a la incorporación de grupos carboxílicos, que incrementan la compatibilidad con fases acuosas.

En emulsiones W/O (30:70, pH 8,5), la CML mostró un desempeño superior, estabilizando el sistema por más de 7 días gracias al efecto sinérgico del pentanol como cosurfactante. La microscopía reveló gotas esféricas y polidispersas, confirmando su capacidad estabilizadora. Aunque la concentración de agregación crítica de la lignina (0,39% p/v) sugiere su potencial como tensoactivo natural, su implementación industrial requerirá ajustar el grado de sustitución de la CML y optimizar condiciones operativas (pH, proporciones de fases) para garantizar estabilidad a largo plazo.

Referencias

- [1] O. J. Rojas, J. Bullón, F. Ysambert, A. Forgiarini, J. L. Salager y D. S. Argyropoulos, "Lignins as emulsion stabilizers", en *ACS Symposium Series*, pp. 182-199, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1021/bk-2007-0954.ch012>.
- [2] P. T. Martone et al., "Discovery of Lignin in Seaweed Reveals Convergent Evolution of Cell-Wall Architecture", *Current Biology*, vol. 19, nro. 2, pp. 169-175, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cub.2008.12.031>.
- [3] A. Yousuf, D. Pirozzi y F. Sannino, "Chapter 1. Fundamentals of lignocellulosic biomass", en *Lignocellulosic Biomass to Liquid Biofuels*, Academic Press, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815936-1.00001-0>.
- [4] M. A. Amezcuá-Allieri y J. Aburto, "Conversion of Lignin to Heat and Power, Chemicals or Fuels into the Transition Energy Strategy", en *Lignin-Trends and Applications*, 2018. DOI: <https://doi.org/10.5772/intechopen.71211>.
- [5] N. Brosse, M. N. Mohamad Ibrahim y A. Abdul Rahim, "Biomass to Bioethanol: Initiatives of the Future for Lignin", *ISRN Materials Science*, vol. 2011, pp. 1-10, 2011. DOI: <https://doi.org/10.5402/2011/461482>.
- [6] S. H. Lee, T. V. Doherty, R. J. Linhardt y J. S. Dordick, "Ionic liquid-mediated selective extraction of lignin from wood leading to enhanced enzymatic cellulose hydrolysis", *Biotechnol Bioeng*, vol. 102, nro. 5, pp. 1368-1376, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1002/bit.22179>.
- [7] D. S. Bajwa, G. Pourhashem, A. H. Ullah y S. G. Bajwa, "A concise review of current lignin production, applications, products and their environmental impact", *Ind Crops Prod*, vol. 139, p. 111526, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2019.111526>.
- [8] M. Lievonen et al., "A simple process for lignin nanoparticle preparation", *Green Chemistry*, vol. 18, nro. 5, pp. 1416-1422, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1039/C5GC01436K>.
- [9] T. Aro y P. Fatehi, "Tall oil production from black liquor: Challenges and opportunities", *Sep Purif Technol*, vol. 175, pp. 469-480, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.SEPPUR.2016.10.027>.
- [10] S. Vellaiyan y K. S. Amirthagadeswaran, "The role of water-in-diesel emulsion and its additives on diesel engine performance and emission levels: A retrospective review", *Alexandria Engineering Journal*, vol. 55, nro. 3, pp. 2463-2472, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.aej.2016.07.021>.
- [11] D. Watkins, M. Nuruddin, M. Hosur, A. Tcherbi-Narteh y S. Jeelani, "Extraction and characterization of lignin from different biomass resources", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 4, nro. 1, pp. 26-32, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.10.009>.
- [12] D. Stewart, "Lignin as a base material for materials applications: Chemistry, application and economics", *Ind Crops Prod*, vol. 27, nro. 2, pp. 202-207, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2007.07.008>.
- [13] F. Zuloaga, "El género *Panicum* (Gramineae) en la República Argentina I", *Darwiniana*, vol. 3, nro. 1, pp. 3-44, 1979. Disponible en: <http://www.jstor.org/stable/23216489>.
- [14] W. R. Izurieta Pincary, "Determinación del rendimiento forrajero y valor nutritivo del Pasto Saboya (*Panicum maximum Jacq.*) sujeto a cuatro frecuencias de corte durante la época seca en Quevedo. Guayaquil", tesis de grado, Escuela Superior Politécnica del Litoral, 2005. Disponible en: <http://www.dspace.espol.edu.ec/xmlui/handle/123456789/29998>.
- [15] G. Centeno-Bordones, "Obtención de nanopartículas de lignina a partir de *Megathyrsus maximus* para aplicaciones con potencial anti-UV | Ciencia en Revolución", *Ciencia en Revolución*, vol. 8, nro. 24, pp. 339-368, 2024. DOI: <https://www.doi.org/10.5281/zenodo.8355980>.
- [16] N. Alwadani y P. Fatehi, "Synthetic and lignin-based surfactants: Challenges and opportunities", *Carbon Resources Conversion*, vol. 1, nro. 2, pp. 126-138, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CRCN.2018.07.006>.

- [17] A. Naseem, S. Tabasum, K. M. Zia, M. Zuber, M. Ali y A. Noreen, "Lignin-derivatives based polymers, blends and composites: A review", *Int J Biol Macromol*, vol. 93, pp. 296–313, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.IJBIOMAC.2016.08.030>.
- [18] S. Sen, S. Patil y D. S. Argyropoulos, "Thermal properties of lignin in copolymers, blends, and composites: a review", *Green Chemistry*, vol. 17, nro. 11, pp. 4862–4887, 2015, DOI: <https://doi.org/10.1039/C5GC01066G>.
- [19] L. Klapiszewski, M. Nowacka, G. Milczarek y T. Jasionowski, "Physicochemical and electrokinetic properties of silica/lignin biocomposites", *Carbohydr Polym*, vol. 94, nro. 1, pp. 345–355, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2013.01.058>.
- [20] R. Bhat, H. P. S. A. Khalil y A. A. Karim, "Exploring the antioxidant potential of lignin isolated from black liquor of oil palm waste", *C R Biol*, vol. 332, nro. 9, pp. 827–831, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CRVI.2009.05.004>.
- [21] S. Li, J. A. Willoughby y O. J. Rojas, "Oil-in-Water Emulsions Stabilized by Carboxymethylated Lignins: Properties and Energy Prospects", *ChemSusChem*, vol. 9, nro. 17, pp. 2460–2469, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1002/cssc.201600704>.
- [22] A. Jhalani, D. Sharma, S. L. Soni, P. K. Sharma y S. Sharma, "A comprehensive review on water-emulsified diesel fuel: chemistry, engine performance and exhaust emissions", *Environmental Science and Pollution Research*, vol. 26, pp. 4570–4587, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11356-018-3958-y>.
- [23] B. M. Cerrutti, C. S. de Souza, A. Castellan, R. Ruggiero y E. Frollini, "Carboxymethyl lignin as stabilizing agent in aqueous ceramic suspensions", *Ind Crops Prod*, vol. 36, nro. 1, pp. 108–115, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.08.015>.
- [24] M. Gonzalez et al., "Preparation and characterization of cellulose fibers from *Megathyrsus maximus*: Applications in its chemical derivatives", *Carbohydr Polym*, vol. 296, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2022.119918>.
- [25] M. A. Hubbe, R. Alén, M. Paleologou, M. Kannangara y J. Kihlman, "Lignin recovery from spent alkaline pulping liquors using acidification, membrane separation, and related processing steps: A review", *Bioresources*, vol. 14, nro. 1, pp. 2300–2351, 2019. DOI: <https://doi.org/10.15376/biores.14.1.2300-2351>.
- [26] J. Sanjuan, "Síntesis de la carboximetil lignina a partir del oloote de maíz como estabilizante de emulsiones", tesis de Licenciatura en Química, Universidad de Carabobo, Valencia, 2018.
- [27] E. Milanova y G. M. Dorris, "On the determination of residual alkali in black liquors", *Nord Pulp Paper Res J*, vol. 9, nro. 1, pp. 4–9, 1994. DOI: <https://doi.org/10.3183/NPPRJ-1994-09-01-P004-009>.
- [28] E. M. Cardona, J. A. Ríos, J. D. Peña y L. A. Ríos, "Pretratamiento Alcalino de Pasto Elefante (*Pennisetum sp*) y King Grass (*Pennisetum hybridum*) Cultivados en Colombia para la Producción de Bioetanol", *Información tecnológica*, vol. 24, nro. 5, pp. 69–80, 2013. DOI: <https://doi.org/10.4067/S0718-07642013000500009>.
- [29] Y. Li, R. Zhao, Y. Pang, X. Qiu y D. Yang, "Microwave-assisted synthesis of high carboxyl content of lignin for enhancing adsorption of lead", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol 553, pp. 187–194, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.05.029>.
- [30] L. Gan, M. Zhou y X. Qiu, "Preparation of water-soluble carboxymethylated lignin from wheat straw alkali lignin", *Adv Mat Res*, vol. 550–553, pp. 1293–1298, 2012. DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.550-553.1293>.
- [31] L. Gan, M. Zhou, D. Yang y X. Qiu, "Preparation and Evaluation of Carboxymethylated Lignin as Dispersant for Aqueous Graphite Suspension Using Turbiscan Lab Analyzer", *Journal of Dispersion Science and Technology*, vol. 34, nro. 5, pp. 644–650, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1080/01932691.2012.686248>.
- [32] M. K. Konduri, F. Kong y P. Fatehi, "Production of carboxymethylated lignin and its application as a dispersant", *Eur Polym J*, vol. 70, pp. 371–383, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.07.028>.
- [33] S. Zhang, Z. Wang, Y. Zhang, H. Pan y L. Tao, "Adsorption of Methylene Blue on Organosolv Lignin from Rice Straw", *Procedia Environ. Sci.*, vol. 31, pp. 3–11, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.PROENV.2016.02.001>.
- [34] L. P. Xiao, Z. J. Shi, F. Xu, R. C. Sun y A. K. Mohanty, "Structural characterization of lignins isolated from *Caragana sinica* using FT-IR and NMR spectroscopy", *Spectroscopy and Spectral Analysis*, vol. 31, nro. 9, pp. 2369–2376, 2011. DOI: [https://doi.org/10.3964/J.ISSN.1000-0593\(2011\)09-2369-08](https://doi.org/10.3964/J.ISSN.1000-0593(2011)09-2369-08).
- [35] O. Gonultas, Z. Candan, O. Gonultas y Z. Candan, "Chemical characterization and ftir spectroscopy of thermally compressed eucalyptus wood panels", *Maderas. Ciencia y tecnología*, vol. 20, nro. 3, pp. 431–442, 2018. DOI: <https://doi.org/10.4067/S0718-221X2018005031301>.
- [36] L. J. Bellamy, *The Infrared Spectra of Complex Molecules*, Springer Dordrecht, 1980. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-94-011-6520-4>.
- [37] W. S. Peternele, A. A. Winkler-Hechenleitner y E. A. Gómez Pineda, "Adsorption of Cd(II) and Pb(II) onto functionalized formic lignin from sugar cane bagasse", *Bioresour Technol*, vol. 68, nro. 1, pp. 95–100, 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(98\)00083-2](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(98)00083-2).
- [38] F. M. Elarbi, A. A. Janger, L. M. Abu-Sen y Z. O. Ettarhouni, "Determination of CMC and interfacial properties of anionic (SDS) and cationic (CPB) surfactants in aqueous solutions", *American Journal of Engineering Research (AJER)*, vol. 9, nro. 8, pp. 118–126, 2020. Disponible en: <https://www.ajer.org/papers/Vol-9-issue-8/M0908118126.pdf>.
- [39] J. Salager, "Formulación, Composición y Fabricación de Emulsiones para obtener las Propiedades deseadas", Universidad de los Andes, 1999. [En línea]. Disponible en: <https://es.firp-ula.org/wp-content/uploads/2019/07/S747A.pdf>.
- [40] I. Aranberri, B. P. Binks, J. H. Clint y P. D. I. Fletcher, "Elaboración y caracterización de emulsiones estabilizadas por polímeros y agentes tensioactivos", *Revista Iberoamericana de Polímeros*, vol. 7, nro. 3, pp. 211–231, 2006. Disponible en: <https://revibapol.org/wp-content/uploads/2019/08/2006-aranberri.pdf>.
- [41] J. Pereira, "Estado del arte sobre efecto de los alcoholes en las propiedades interfaciales de los surfactantes", *Inginería UC*, vol. 19, pp. 76–85, 2012. Disponible en: <https://www.redalyc.org/pdf/707/70732262010.pdf>.

Citación del artículo:

E. J. Bueno Suescun, H. Labrador Sánchez y G. Centeno Bordones, "Síntesis de carboximetil lignina a partir de *Megathyrsus maximus* y su evaluación en propiedades interfaciales", *Rev. Colomb. Quím.*, vol. 54, nro. 1, pp. 29–36, 2025. DOI: <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v54n1.118396>.