

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE CHIHUAHUA
FACULTAD DE ODONTOLOGÍA
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO



**CARACTERIZACIÓN DE MATRIZ POLIMÉRICA DE LIGNINA COMO
MATERIAL ADSORBENTE EN ORTODONCIA**

POR:

C.D. JANINE ALEJANDRA MÁRQUEZ DOMÍNGUEZ

**TESIS PRESENTADA COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRA EN ESTOMATOLOGÍA OPCIÓN: ORTODONCIA**

CHIHUAHUA, CHIH., MÉXICO

FEBRERO DE 2024



Caracterización de matriz polimérica de lignina como material adsorbente en ortodoncia. Tesis presentada por Janine Alejandra Márquez Domínguez como requisito para obtener el grado de Maestra en Estomatología, ha sido aprobada y aceptada por:

M.E.S. Juan Antonio Galache Vega
Director de la Facultad de Odontología

C.D.E.O. Rosa Margarita Aguilar Madrigal
Secretaria de Investigación y Posgrado

Dr. en Ciencia de Materiales, Humberto Alejandro Monreal Romero
Director de tesis

Dra. Imelda del Carmen González Ramírez, asesora de la Universidad Autónoma Metropolitana Xochimilco
Co-Directora de tesis

26 de febrero 2024

Fecha

ÍNDICE

1. MARCO TEÓRICO	3
1.1. GENERALIDADES DE LA LIGNINA	3
1.2. TIPOS DE LIGNINA SEGÚN SU EXTRACCIÓN	6
1.2.1. Lignina de sulfito.....	6
1.2.2. Lignina kraft	6
1.2.3. Soda lignina	7
1.3. PRINCIPALES APLICACIONES BIOMÉDICAS DE LA LIGNINA	8
1.3.1. Administración de fármacos y genes.....	8
1.3.2. Biosensor y bioimagen	9
1.3.3. Ingeniería de tejidos	9
1.4. CARACTERÍSTICAS DESCRITAS EN LA RED DE MATRIZ POLIMÉRICA DE LIGNINA	10
1.4.1. Carbono	10
1.4.2. Hidrógeno	11
1.4.3. Oxígeno	11
1.5. CARACTERIZACIÓN	12
1.5.1. Microscopio electrónico de transmisión.....	13
1.5.2. Microscopio de fuerza atómica (AFM).....	13
1.5.3. Fast Fourier Transform (FFT)	14
1.5.4. Dimensión Fractal.....	15
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	16
3. JUSTIFICACIÓN	16
4. HIPÓTESIS	17
4.1. HIPÓTESIS DE INVESTIGACIÓN.....	17
4.2. HIPÓTESIS NULA	17
5. OBJETIVO GENERAL	17
6. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
7. METODOLOGÍA	18
7.1. TIPO DE ESTUDIO:.....	18
7.2. DISEÑO DE ESTUDIO:	18
7.3. LUGAR DE REALIZACIÓN:	18
7.4. MATERIALES:	18
7.5. MÉTODOS:	18
7.6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO:.....	20
8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	22

8.1.	CARACTERIZACIÓN MEDIANTE AFM	25
8.2.	CARACTERIZACIÓN MEDIANTE FFT	27
8.3.	CARACTERIZACIÓN MEDIANTE DIMENSIÓN FRACTAL	28
9.	CONCLUSIONES	30
10.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31

1. MARCO TEÓRICO

1.1. GENERALIDADES DE LA LIGNINA.

La lignina se considera uno de los biopolímeros terrestres más abundantes junto con la celulosa y las hemicelulosas.(1-4) Constituye las paredes celulares de las plantas para darles soporte mecánico y participa en el transporte de agua y solutos, todo gracias a su capacidad hidrofóbica que resulta debido a la interacción de enlaces químicos o fuerzas de atracción, para retener partículas externas. (2, 3, 5)

En las figuras 1 y 2, podemos observar la estructura de las paredes celulares de las plantas con la presencia de lignina en conjunto con la celulosa y la hemicelulosa.

Además de su característica fundamental de fortalecer los tejidos vasculares de las plantas, la lignina también actúa como barrera química frente a la agresión de los microorganismos.(6)

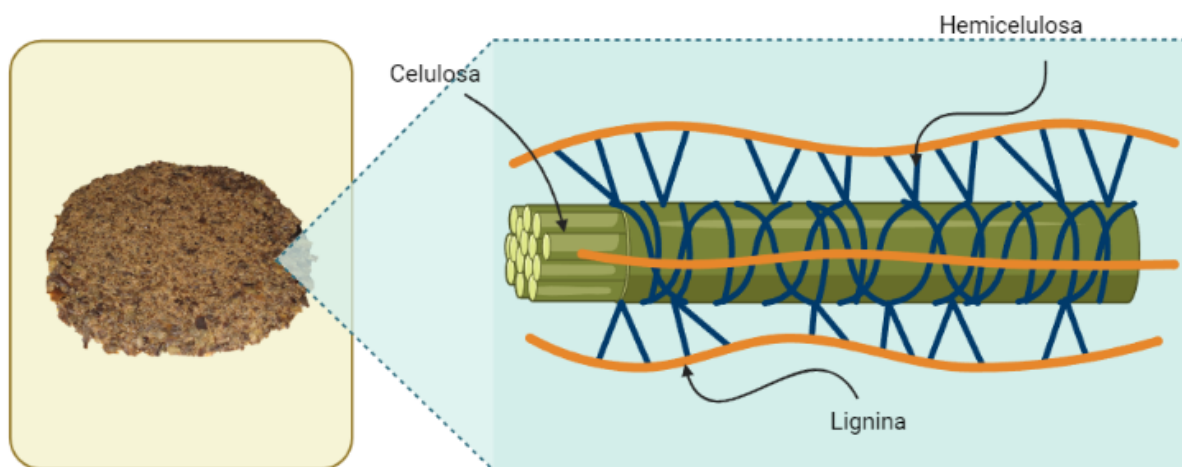


Fig. 1. Estructura de las paredes celulares de las plantas en donde la lignina participa en el transporte de agua y solutos, y fortalece los tejidos vasculares en su capa más externa.



Representa entre el 15-35% de la biomasa lignocelulósica obtenida de los procesos de las industrias de procesamiento de madera y papel.(4, 5) La lignina está presente en las plantas vasculares y, como muchos otros componentes de la biomasa, se forma a través de la reacción de fotosíntesis. Es considerada un recurso renovable asequible con potencial uso industrial.(7)

A las propiedades más importantes de la lignina que atrae a los científicos, se encuentra su interesante acción antimicrobiana, que da la pauta para la mundo y planteamiento de nuevos biomateriales antimicrobianos. Los estudios han indicado que adecuado a su gran acoplamiento de doble enlace covalente, la lignina exhibe una inhibición hacia diferentes microorganismos.(8)

La composición estructural de la lignina nunca ha sido tan definida, a comparación de otros polímeros naturales como lo son la celulosa y las proteínas. Esto se debe a que presenta una gran complejidad que afecta a su aislamiento, así como a su análisis composicional y el realizar su caracterización estructural. El problema de la determinación precisa de la lignina está relacionado con las propiedades de sus diversas unidades estructurales, las cuales no suelen repetirse regularmente ya que la composición y estructura de la lignina varía según su origen y el método de extracción o aislamiento utilizado.(9)

Una de las definiciones estructurales más apropiadas de la lignina es que un polímero vegetal compuesto por unidades de fenilpropano, contiene la mayoría de los grupos metoxilo de la madera, es resistente a la hidrólisis ácida, se oxida fácilmente, se disuelve en bisulfito o álcali caliente y se condensa fácilmente con fenoles o mercaptanos.(4, 7)

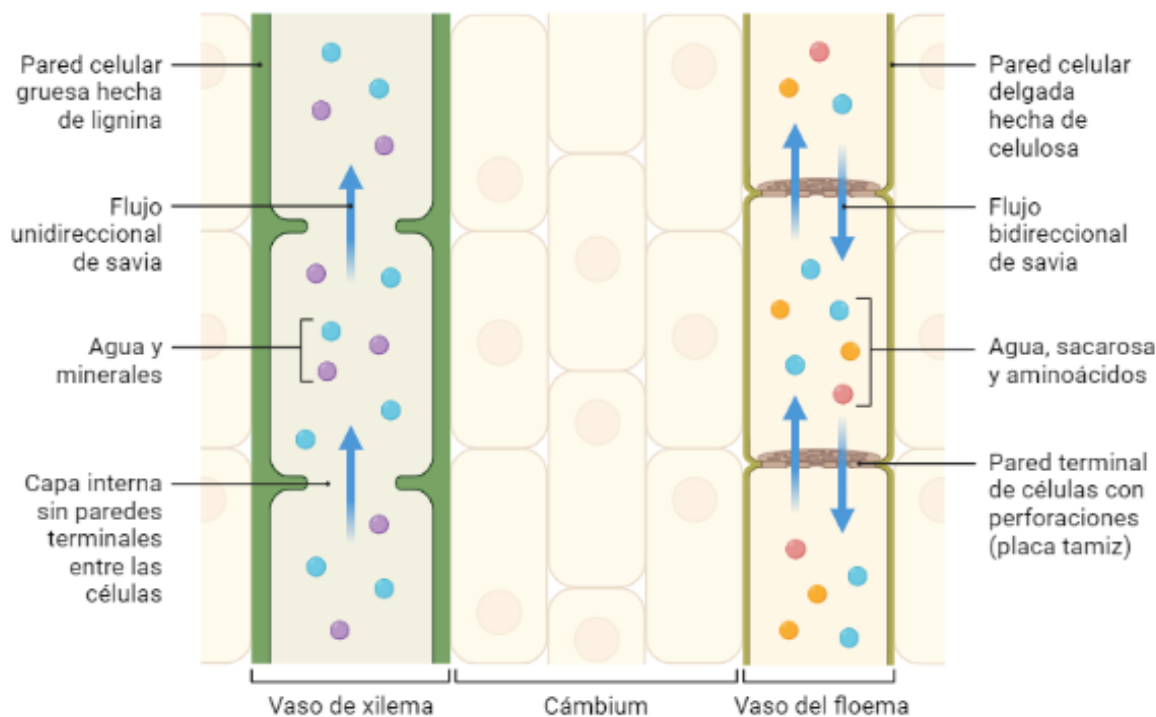


Fig. 2. Estructura de las paredes celulares de las plantas en donde la lignina participa en el transporte de agua y solutos, y fortalece los tejidos vasculares en su capa más externa.

La lignina se puede separar del material lignocelulósico por varios métodos de procesos mecánicos y/o químicos; donde la celulosa y la hemicelulosa se liberan por disolución, quedando la lignina como residuo insoluble; o disolviendo la lignina, dejando la celulosa y la hemicelulosa como residuo insoluble, para terminar, recuperando la lignina de la fase líquida.(10) Durante estos procesos, dependiendo de la fuente, se obtienen diferentes tipos de lignina, que se mencionan a continuación.



1.2. TIPOS DE LIGNINA SEGÚN SU EXTRACCIÓN.

1.2.1. Lignina de sulfito

La lignina de sulfito se produce mediante el proceso de vulcanización utilizado en la producción de pulpa de madera e históricamente ha sido la forma comercial de lignina industrial más utilizada. Originalmente fue desarrollado utilizando bisulfito de calcio, un producto químico de celulosa de bajo costo. La falta de tecnología adecuada para recuperar este químico de los fluidos producidos ha llevado al desarrollo de otros usos para estos fluidos, como la producción de lignosulfonato de calcio.(11)

La tecnología de pulpa al sulfito se ha desarrollado para otros sulfitos y bisulfitos, como el sulfito de magnesio, el sulfito de amonio y el sulfito de sodio. Asimismo, los lignosulfonatos tienen aplicaciones, en algunos casos específicamente para cierto tipo de cationes.(12)

En el proceso de pulpado al sulfito, la madera se digiere a 284-338°F con una solución acuosa de sodio, amonio, magnesio y sulfito o bisulfito de calcio; el pH de la solución depende del tipo de sal utilizada, su solubilidad y propiedades de disociación.(13, 14)

1.2.2. Lignina kraft

La materia prima se somete a digestión con una mezcla de hidróxido de sodio y sulfuro de sodio durante aprox. 338°F.

Durante el proceso de digestión se producirán reacciones tales como la ruptura de enlaces entre la lignina y los carbohidratos, la despolimerización de la lignina, la reacción con iones sulfhidrilo y la recondensación. La despolimerización forzada de la lignina ocurre principalmente por ruptura de los enlaces α - y β -ariléter (C-O), primero de las unidades fenólicas y luego de las no fenólicas.(15)



1.2.3. Soda lignina

Durante la producción de pulpa alcalina, la materia prima de fibra se digiere con una solución acuosa de hidróxido de sodio. Debido a la estructura disponible con relativa facilidad y al bajo contenido de lignina de estas fibras, la temperatura del polvo puede ser de 320 °F o inferior. (16)

La fabricación de pasta alcalina tiene muchas similitudes con la fabricación de pasta kraft, en particular reacciones como la escisión del enlace lignina-carbohidrato, la despolimerización de la lignina y la recondensación. A diferencia del proceso kraft en la producción de pulpa de soda, el licor negro no contiene nucleófilos fuertes como azufre o hidrosulfuros que inhibirían la condensación de los intermedios de craqueo. Por lo tanto, la condensación de lignina puede ser más común en este proceso que en los procesos kraft.(7)

A pesar de estas propiedades, lamentablemente la lignina todavía es poco conocida en el campo biomédico.(5) Hay una falta de evidencia sobre los mecanismos de descomposición de la lignina en el cuerpo, lo que limita la comprensión de la utilización de la lignina en biomateriales al día de hoy.(17)

La lignina es un compuesto indispensable en las paredes de las plantas a nivel celular, ya que, proporciona resistencia y rigidez a los tejidos vegetales. Ha sido objeto de numerosas investigaciones debido a su potencial como materia prima renovable para la producción de bioplásticos, biocombustibles y otros productos químicos. Los estudios se centran en desarrollar métodos eficientes para extraer y descomponer la lignina, así como en encontrar aplicaciones innovadoras para sus derivados. Además, se investiga su papel en la degradación de la madera y su impacto en la industria papelera.

La investigación sobre la lignina también se ha centrado en comprender su estructura química y propiedades físicas para mejorar su procesamiento y utilización. Se han realizado estudios para caracterizar diferentes tipos de lignina,



como la lignina de madera dura y blanda, así como la lignina de residuos agrícolas y forestales.

Además, se han llevado a cabo investigaciones para explorar métodos de modificación de la lignina, como la despolimerización y la modificación química, con el objetivo de mejorar sus propiedades y hacerla más versátil en diferentes aplicaciones industriales.

La lignina también ha despertado interés en el campo de la biotecnología, donde se investiga su papel en la interacción planta-microorganismo y su potencial como fuente de compuestos bioactivos.

En los últimos años se han desarrollado materiales biomédicos basados en polímeros naturales como celulosa, proteínas, quitosano, almidón, etc. Sin embargo, a diferencia de los polímeros naturales mencionados más comúnmente, los efectos antioxidantes y antimicrobianos de bajo peso molecular de la lignina son particularmente importantes. de gran valor científico para los investigadores.(2, 18)

Debido a esto, la lignina ha demostrado en diversos estudios su capacidad de ser utilizada en el área biomédica.

1.3. PRINCIPALES APLICACIONES BIOMÉDICAS DE LA LIGNINA.

1.3.1. Administración de fármacos y genes

La lignina tiene una fuerte capacidad de encapsulación de fármacos debido a su lipofilia para encapsular fármacos lipofílicos que pueden controlar y/o dirigirse a la liberación de fármacos adecuados para el tratamiento del cáncer y los tumores.(19, 20) Contiene compuestos fenólicos que exhiben actividades antioxidantes y antiinflamatorias. Estas propiedades hacen de la lignina un candidato potencial para desarrollar terapias dirigidas a enfermedades relacionadas con el estrés oxidativo, como enfermedades cardiovasculares, trastornos neurodegenerativos y cáncer.



Los estudios han demostrado que algunos nanogeles a base de lignina pueden actuar como antioxidantes para acelerar la cicatrización y curación de heridas, inhibir la fosforilación oxidativa y prevenir la liberación excesiva de radicales libres de oxígeno que causan la muerte celular. Así, la lignina es un antioxidante natural que aumenta la regeneración de tejidos y la cicatrización de heridas.(21)

Se pueden aplicar nanopartículas o películas derivadas de lignina a las heridas para promover la regeneración de tejidos, reducir la inflamación y prevenir infecciones bacterianas. Las propiedades antimicrobianas de la lignina la hacen particularmente interesante para desarrollar apósitos o recubrimientos para heridas.(21)

1.3.2. Biosensor y bioimagen

Un biosensor se puede definir como un sensor que consta de receptores biológicos que reconocen un analito y se comunican con él para emitir una señal biológica. El convertidor convierte esta señal en una señal eléctrica. Dependiendo del transductor, existen biosensores electroquímicos, ópticos, térmicos y piezoeléctricos.(22, 23) La lignina se puede utilizar junto con la plata como estabilizador de nanopartículas y como material adecuado para aplicaciones de biodetección y bioimagen.(21)

Además, la lignina se puede modificar para incorporar agentes de obtención de imágenes, como tintes fluorescentes o agentes de contraste, lo que permite su uso en diversas técnicas de obtención de imágenes, como imágenes por fluorescencia o imágenes por resonancia magnética (MRI). Esto permite la visualización no invasiva de tejidos o células marcadas con agentes de formación de imágenes a base de lignina.(22, 23)

1.3.3. Ingeniería de tejidos

El amplio campo de la ingeniería de tejidos incluye el estudio de la autorreparación, donde se utilizan diversos elementos biológicos del exterior para regenerar células



y tejidos.(24) La ingeniería de tejidos combina células y factores de crecimiento para regenerar o reemplazar tejidos, tejidos dañados o enfermos, y trabaja con la medicina regenerativa, que se basa en agregar técnicas como la terapia celular, la terapia génica y la inmunomodulación a la ingeniería de tejidos para inducir la regeneración. en vivo. tejido u órgano.(7, 21)

Debido a las propiedades no tóxicas, de protección UV, antioxidantes y antibacterianas de la lignina, se han realizado varios estudios sobre el uso potencial de la lignina en varios tipos de materiales y métodos de procesamiento para aplicaciones de ingeniería de tejidos.(5, 25)

1.4. CARACTERÍSTICAS DESCRITAS EN LA RED DE MATRIZ POLIMÉRICA DE LIGNINA.

Los elementos que componen a la lignina son de un 61-65% de Carbono, 5-6% de Hidrógeno y el resto es Oxígeno.

1.4.1. Carbono

El carbono es un elemento químico, no metal, que tiene por símbolo la letra C. Su estructura es tetravalente con cuatro electrones que forman un enlace químico covalente. (26)

Naturalmente, existen tres isótopos de carbono; los estables ^{12}C y ^{13}C y el isótopo radiactivo ^{14}C , que tiene una vida aproximada de unos 5,730 años.

El carbono es uno de los elementos raros que se conoce desde tiempos remotos y es la base de la química orgánica. El carbono ocupa el lugar quince de los elementos más abundante en la corteza terrestre, así como el lugar número cuatro en los elementos más abundantes en el universo después del hidrógeno, el helio y el oxígeno. La copiosidad del carbono, la diversidad única de compuestos orgánicos y la capacidad inusual para formar polímeros a las temperaturas promedio de la Tierra, hacen de este elemento una base común de toda la vida conocida. Además,



por masa, es el segundo elemento presente en el cuerpo humano, en un porcentaje aproximado de 18% y ocupando un lugar consecutivo al oxígeno.(27)

Los átomos de carbono pueden combinarse de diferentes formas conocidas como alótropos de carbono, lo que refleja las condiciones de formación. Los más conocidos de origen natural son el grafito, el diamante y el carbono amorfo. Las propiedades físicas del carbono varían mucho entre los alótropos.(26, 27)

1.4.2. Hidrógeno

El hidrógeno es reconocido como el elemento químico más simple en el planeta Tierra, el primer lugar de la tabla periódica con número atómico. Representa aproximadamente el 75 % de la materia que se ve en el universo. Es el más ligero de los elementos químicos, según la tabla periódica, ya que tiene átomos dispuestos por un protón y un electrón y es estable como molécula diatómica. En condiciones naturales, se puede presentar en estado gaseoso. Es insípido, de aspecto incoloro e inodoro, inflamable y no metálico.(28)

Su obtención puede darse a partir del agua por un proceso de electrólisis, pero resulta un método mucho más caro que la obtención a partir del gas natural.

1.4.3. Oxígeno

El oxígeno, representado con la letra O, es un elemento químico con 8 átomos. Cada átomo presenta 8 protones en su núcleo atómico. Se encuentra en la agrupación química de los no metales. En la Tierra, a temperatura y presión estándar, dos átomos del elemento se unen para formar el llamado dioxígeno, un gas incoloro, inodoro e insípido de fórmula O₂.(29)

Después del Hidrógeno y del Helio, el oxígeno ocupar el lugar de tres de los elementos más abundantes en el universo, además de ser el más abundante en la corteza terrestre. Está presente en más de una quinta parte del aire de la atmósfera terrestre (aproximadamente el 22%).(29)

1.5. CARACTERIZACIÓN

El proceso principal para estudiar las propiedades de la lignina en esta investigación será la caracterización.

La caracterización de materiales se refiere al proceso de evaluación y estudio de las propiedades físicas, químicas y mecánicas de un material determinado. Esto implica realizar pruebas y análisis para determinar su composición, estructura, resistencia, conductividad, densidad, entre otras propiedades relevantes (Figura 3).

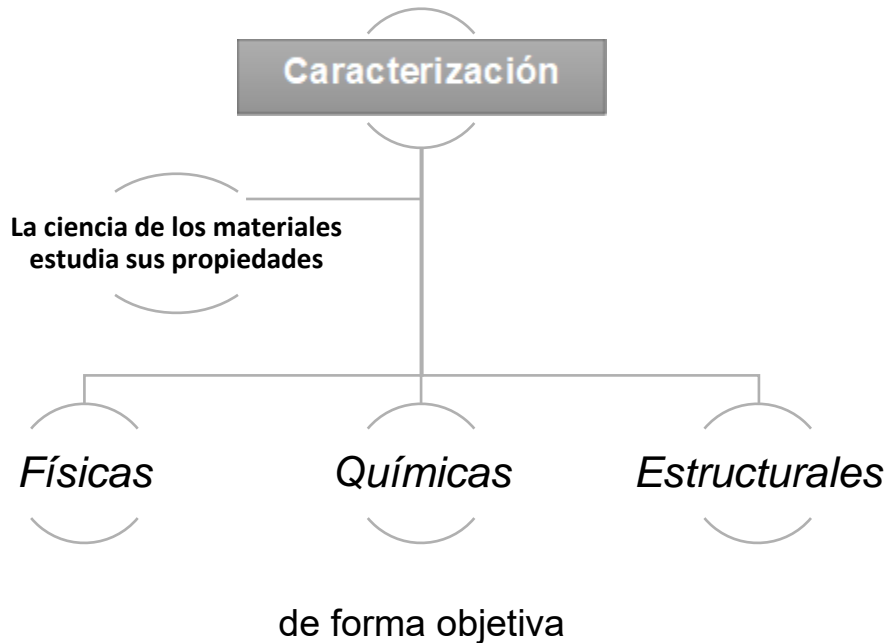


Fig. 3. Esquema que presenta la definición y división de la caracterización de materiales.



La caracterización de materiales es importante en diversos campos, como la ingeniería, la ciencia de los materiales, la química, la física, entre otros. Permite comprender y predecir el comportamiento y las propiedades de los materiales en diferentes condiciones y aplicaciones.

Algunos métodos comunes de caracterización de materiales incluyen la espectroscopia, microscopía, difracción de rayos X, análisis térmico, pruebas mecánicas, entre otros. Estas técnicas permiten obtener información detallada sobre la composición, estructura y propiedades de los materiales, lo que a su vez facilita el diseño y desarrollo de nuevos materiales con características específicas.

En el caso del presente proyecto de investigación, se utilizarán algunos de los principales métodos de caracterización, los cuales se definen a continuación:

1.5.1. Microscopio electrónico de transmisión.

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) es una herramienta científica que utiliza un haz de electrones que atraviesa la muestra para crear una imagen en la pantalla y magnificar pequeños objetos hasta niveles muy altos. Permite una mayor magnificación y resolución que el microscopio óptico y ver detalles internos de la muestra a diferentes escalas.

1.5.2. Microscopio de fuerza atómica (AFM)

Un microscopio de fuerza atómica (AFM, por sus siglas inglés) es un tipo de microscopio de barrido utilizado para obtener imágenes de alta resolución de superficies a escala nanométrica.

El principio detrás del funcionamiento de un AFM se basa en la detección de fuerzas interatómicas o fuerzas de Van Der Waals entre la punta del microscopio y la muestra que se está analizando. La punta del microscopio está unida a un micro resorte muy sensible que se desplaza en respuesta a las fuerzas interatómicas, y estos cambios son registrados y convertidos en una imagen en tiempo real.



El AFM ofrece ventajas significativas en comparación con otros tipos de microscopios, como el microscopio electrónico de barrido (SEM) o el microscopio de fuerza magnética. Algunas de estas ventajas incluyen la capacidad de obtener imágenes de superficies tanto conductoras como no conductoras, la capacidad de medir las propiedades mecánicas y eléctricas de la muestra, y la posibilidad de realizar mediciones en medios líquidos.

Este tipo de microscopio ha sido utilizado en una amplia variedad de aplicaciones, incluyendo la investigación en nanociencia, la caracterización de materiales y el estudio de procesos biológicos a nivel molecular.

1.5.3. Fast Fourier Form (FFT)

La Transformada Rápida de Fourier (FFT) es un algoritmo que se utiliza para calcular de manera eficiente la transformada discreta de Fourier (DFT) de una secuencia o señal. La DFT es una transformación matemática que convierte una secuencia de números complejos en otra secuencia de números complejos, que representa los componentes de frecuencia de la secuencia original.

El algoritmo FFT fue desarrollado por Cooley y Tukey en 1965 y desde entonces se ha convertido en uno de los algoritmos numéricos más utilizados en diversos campos, incluido el procesamiento de señales, el procesamiento de imágenes, la compresión de datos y la informática científica. Acelera significativamente el cálculo de la DFT aprovechando el hecho de que se puede calcular de forma recursiva.

La idea principal detrás de la FFT es dividir la secuencia original en subsecuencias más pequeñas y calcular sus DFT. Luego, estas subsecuencias se combinan para calcular la DFT de la secuencia original. Al aplicar este proceso de forma recursiva, el algoritmo reduce el número de cálculos necesarios de $O(N^2)$ a $O(N \log N)$, donde N es el tamaño de la secuencia.



La FFT tiene numerosas aplicaciones, incluido el análisis espectral, el filtrado, la convolución, la correlación y la resolución de ecuaciones diferenciales. Se implementa ampliamente en bibliotecas de software, como NumPy y MATLAB, lo que lo hace fácilmente accesible para investigadores y desarrolladores.

1.5.4. Dimensión Fractal

La dimensión fractal es una medida matemática utilizada para describir la complejidad de un objeto fractal. En general, un objeto fractal es aquel que exhibe patrones repetitivos a diferentes escalas de magnificación.

A diferencia de la dimensión euclidiana o topológica, que es un número entero, la dimensión fractal puede ser un número real y no necesariamente un número entero. Esto se debe a que los objetos fractales pueden llenar de manera parcial o irregular el espacio en el que se encuentran.

La dimensión fractal se calcula utilizando diferentes métodos, como la dimensión de Hausdorff-Besicovitch o la dimensión de información fractal. Estos métodos permiten determinar la dimensión fractal de un objeto o conjunto de datos, basándose en la forma en que se ramifica o se repite su estructura a diferentes escalas.

La dimensión fractal ha encontrado aplicaciones en diversas áreas de la ciencia, como la física, la biología, la economía y la geología. Por ejemplo, se ha utilizado para estudiar la estructura de las montañas, los patrones de crecimiento de las células y los precios de los activos financieros.



2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

¿Puede la matriz polimérica de lignina ser usada como un material adsorbente en ortodoncia?

3. JUSTIFICACIÓN

La carencia de biomateriales con capacidad de adsorber partículas orgánicas e inorgánicas sobre la superficie del esmalte ha limitado a los ortodoncistas a trabajar con aire directo durante el protocolo de adhesión, provocando en varias ocasiones, no sólo la desecación de los prismas del esmalte sino una incorrecta adhesión bracket-esmalte debido a las partículas orgánicas e inorgánicas restantes. Es por esta razón que se realizó la elaboración y caracterización de una matriz polimérica de lignina para ser usado como material adsorbente en ortodoncia.



4. HIPOTÉISIS

4.1 HIPOTESIS DE INVESTIGACIÓN

Se pretende demostrar que se puede elaborar una matriz polimérica de lignina y caracterizarla para determinar su aplicabilidad y funcionalidad como biomaterial adsorbente.

4.2 HIPOTESIS NULA

No se puede elaborar y caracterizar una matriz polimérica de lignina y tampoco puede poseer características de un biomaterial adsorbente.

5. OBJETIVO GENERAL

Elaboración y caracterización de una matriz polimérica de lignina como material adsorbente en ortodoncia y analizar su viabilidad.

6. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Elaboración y caracterización de matriz polimérica de lignina mediante microscopía de fuerza atómica.
2. Caracterización de matriz por medio de transformada rápida de Fourier.
3. Caracterización de la matriz mediante análisis de dimensión fractal.



7. METODOLOGÍA

7.1. Tipo de estudio: La presente investigación es un tipo de estudio experimental, ya que se realizó para investigar la eficacia y efectividad de la lignina mediante su obtención natural y análisis de características estructurales, químicas y físicas.

7.2. Diseño de estudio: Se estableció una ruta de caracterización por medio de distintos métodos de análisis que se describen a continuación para la obtención de resultados. Las conclusiones generadas fueron contrastadas y complementadas por los hallazgos de la investigación.

7.3. Lugar de realización: Laboratorio de biomateriales de la Universidad Autónoma de Chihuahua.

7.4. Materiales:

- Equivalente a las cáscaras de 10 plátanos.
- 1 L. de ácido acético al 5%.
- 3 L. de agua purificada.
- Un contenedor hermético de plástico con tapa.
- Una Licuadora.
- Un colador.
- Microscopio de fuerza atómica (Nanosurf Easyscan 2).
- Mountains Lab Software de análisis de superficies Premium 9.0.
- Easyscan 2 versión del Software de imagen 1-6-0-0.

7.5. Métodos:

Para la obtención de muestra de este proyecto, se recolectó el equivalente a diez cáscaras de plátano y se segmentaron en pequeños cuadros (figura 4). Se dejaron

reposar dentro de un contenedor de plástico hermético con tapa y sumergidos en 1 litro de ácido acético al 5% por cinco días (figura 5).

Al concluir los cinco días, las cáscaras de plátano se trituraron formando una pasta (figura 6). Dicha pasta fue lavada 4 veces con agua purificada por medio de un colador.

Se colocó la pasta sobre una superficie plana hasta formar una masa plana, extendida y de forma redondeada (Figura 7). Se dejó secar a temperatura ambiente durante 3 días. Se tomó la muestra con pinzas para no contaminarla y se dispuso para su caracterización.



Fig. 4. Cáscaras de plátanos segmentadas



Fig. 5. Cáscaras de plátanos sumergidas en ácido acético al 5%.



Fig. 6. Cáscaras de plátanos sumergidas en ácido acético al 5% 5 días después.



Fig. 7. Masa plana de matriz polimérica de lignina antes de ser secada a temperatura ambiente.

7.6. Análisis estadístico:

Se utilizó un microscopio de fuerza atómica Nanosurf Easyscan 2, instrumento equipado con puntas de silicona NANOSENSORS (PPP-NCHR-20) en modo sin contacto a una frecuencia de resonancia de 204–497 kHz y una fuerza constante de 10–130 N/m.



También se caracterizó por medio de Análisis de Transformada de Fourier (FFT) y geometría de superficies (Dimensión Fractal).

Las imágenes fueron procesadas en un Mountains Lab Software de análisis de superficies Premium 9.0 y Easyscan 2 versión del software de imagen 1-6-0-0.

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A la caracterización de la muestra por medio de microscopio electrónico, se tomaron imágenes a diferentes escalas: 8x, 20x y 35x. La muestra de lignina presentaba una coloración marrón debido a su oxidación tras transcurrir los 3 días de dejarse secar al medio ambiente.

Cuando se remueve naturalmente el agua o solvente de la matriz polimérica, es decir, al dejarse secar al medio ambiente, las cadenas de polímeros se acercan entre sí, lo que provoca el aumento de las fuerzas de atracción intermoleculares. Como resultado, se produce una contracción en la matriz y un aumento en la densidad del material. Es por eso por lo que su aspecto físico cambió al ser caracterizado.



Fig. 8. Matriz polimérica de lignina observada en microscopio electrónico a 8x, en donde se observa una muestra de coloración marrón con bastones de coloración naranja dispersos por toda la superficie.

En la escala a 8x fue posible observar múltiples bastones de coloración naranja y otros blanquecinos debido a la combinación con hemicelulosa, ya que no se realizó la extracción de la lignina pura durante la investigación. Dichos bastoncillos se encuentran dispersos irregularmente sobre toda la muestra, tal y como se muestra en la figura 8.

A una escala de 20x se observa con mayor detalle la superficie marrón, rugosa e irregular de la muestra, junto con pequeños cristales traslúcidos y de formas irregulares, además de los bastoncillos naranjas y blanquecinos con mayor amplitud. Esto se puede apreciar en la figura 9.



Fig. 9. Matriz polimérica de lignina a 20x en microscopio electrónico. La superficie es bastante rugosa con varias irregularidades, múltiples bastoncillos de coloración naranjosa-blanquecina.

Observada a una magnificación de 35x, la lignina presenta una superficie bastante rugosa con varias irregularidades, los múltiples bastoncillos y cristales claramente observables y de formas irregulares. La deshidratación de la muestra ha creado superficies irregulares y porosas, lo cual se puede observar en la figura 10.

A la misma escala de 35x, se midieron 3 elementos constitutivos: un bastoncillo, un cristal irregular y una especie de luneta irregular. Se obtuvieron distintas medidas en donde el bastoncillo de referencia presentó una longitud de 0.0405 mm, la luneta irregular 0.198 mm y el cristal 0.106 mm. Esto se puede observar en la imagen de la figura 11.



Fig. 10. Matriz polimérica de lignina a 35x por microscopio electrónico. Se observan los bastones, cristales, porosidades y rugosidades de manera clara. En esta microfotografía se puede observar con claridad la irregularidad de la superficie y su aspecto bastante rugoso debido a la deshidratación de la muestra.



Fig. 11. Matriz polimérica de lignina a 35x por microscopio electrónico. Se midieron 3 elementos constitutivos: bastoncillo, cristal y luneta irregular. El bastoncillo de referencia con una longitud de 0.0405 mm, la luneta irregular 0.198 mm y el cristal 0.106 mm.

8.1. Caracterización mediante AFM

En la imagen de la figura 12 podemos observar la topografía de la matriz polimérica de lignina obtenida por el microscopio de fuerza atómica en donde se muestra una superficie irregular con en proporciones longitudinales de 60,1nm x 60,1 nm.

En la figura 13 se muestra la caracterización del compuesto de red polimérica de lignina en donde se pueden observar las crestas y valles que presenta la muestra a escalas de 1 μ m.

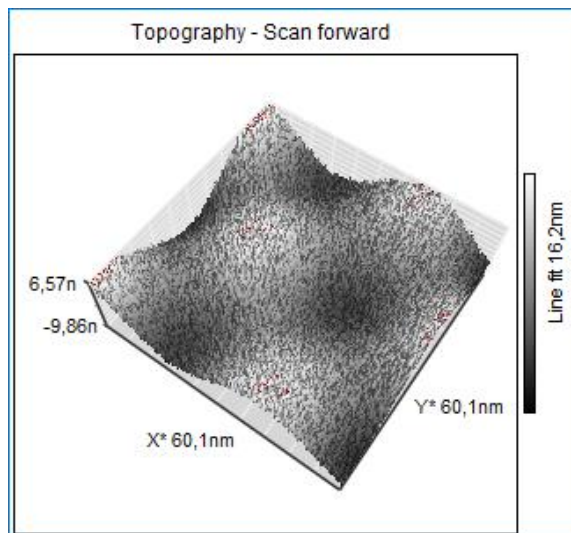


Fig. 12. Topografía obtenida de la muestra de matriz polimérica de lignina por medio de AFM.

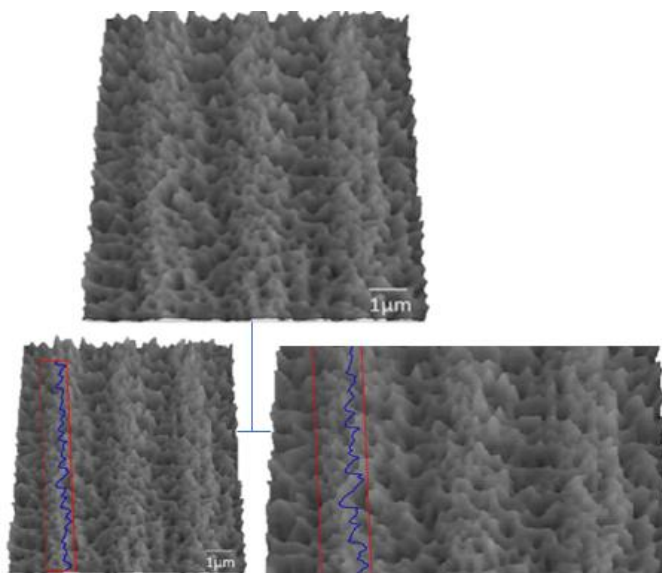


Fig. 13. Matriz polimérica de lignina vista al microscopio de fuerza atómica. Se observan valles, crestas y porosidades.

En la figura 14 se observa una gráfica que muestra las distintas intensidades de los valles, crestas y porosidades de la lignina, en una distancia que ronda de 0 a 457 píxeles. El pico más alto de intensidad se encuentra en 108 y la depresión con menos intensidad en 43 aproximadamente.

Dicha morfología y disposición, se puede interpretar de modo que la matriz polimérica juega un rol importante para que se formen tanto valles como crestas de distinta intensidad, así como poros que sirven para el atrapamiento de partículas líquidas. Todo esto le hace tener la característica de ser una matriz polimérica adsorbente.

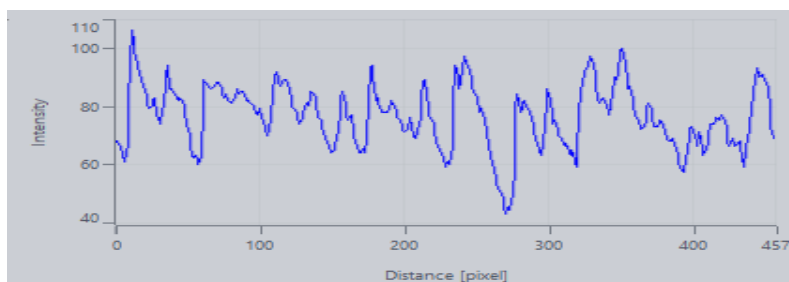


Fig. 14. Gráfica que muestra las distintas intensidades de los valles, crestas y porosidades de la matriz polimérica de lignina, vista al microscopio de fuerza atómica.

8.2 Caracterización mediante FFT.

Los compuestos fueron caracterizados mediante FFT para analizar la funcionalidad de las señales biológicas cuando interactúan con diferentes materiales. Los compuestos biológicos son sensibles al tiempo en que las intensidades luminosas realizan interacciones con ellos, este algoritmo permite obtener una resolución rápida de dichas interacciones. En la figura 15 podemos observar un nivel de intensidad lumínica en el centro que representa una alta intensidad, también puede observarse que se encuentran puntos más tenues de baja intensidad. Los puntos

de alta intensidad representan una mayor actividad biológica que corresponde a la lignina.

La lignina posee una alta actividad de energía para interactuar atómicamente en el intercambio de electrones y adsorber partículas en su superficie.

8.3 Caracterización mediante Dimensión Fractal.

En la figura 16 se presenta una gráfica de los compuestos caracterizados mediante dimensión fractal, dicho análisis permite estudiar los parámetros del perfil de rugosidad. Este análisis puede ofrecer un acercamiento a la distribución de la porosidad de materiales, la irregularidad en su superficie.

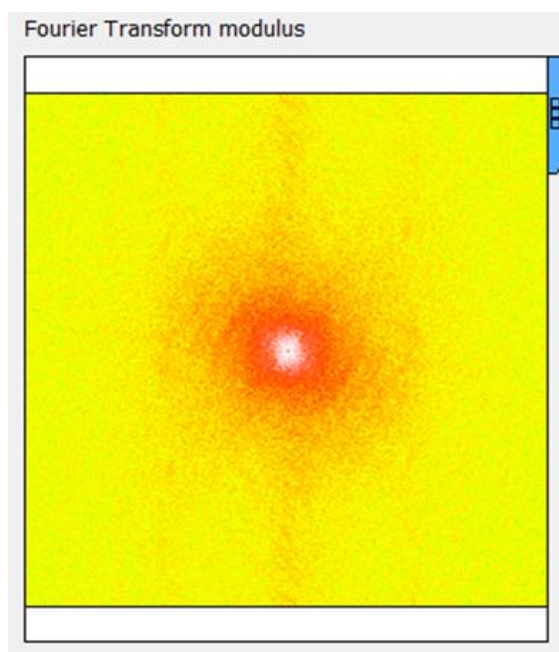


Fig. 15. Lignina caracterizada por medio de Fast Fourier Transform (FFT) en donde se observa un nivel de intensidad lumínica en el centro que representa una alta actividad de energía para interactuar atómicamente.

Los valores representados en la gráfica muestran que las unidades fractales se encuentran en un espacio 2D y 3D, lo cual quiere decir que el compuesto sintetizado en lo que respecta a su distribución estructural no es complejo. Estos valores permiten establecer una relación de adsorción de compuestos biológicos que interaccionan durante la síntesis. Las fuerzas de Van der Waals y las fuerzas de condensación permiten una mayor estabilidad.

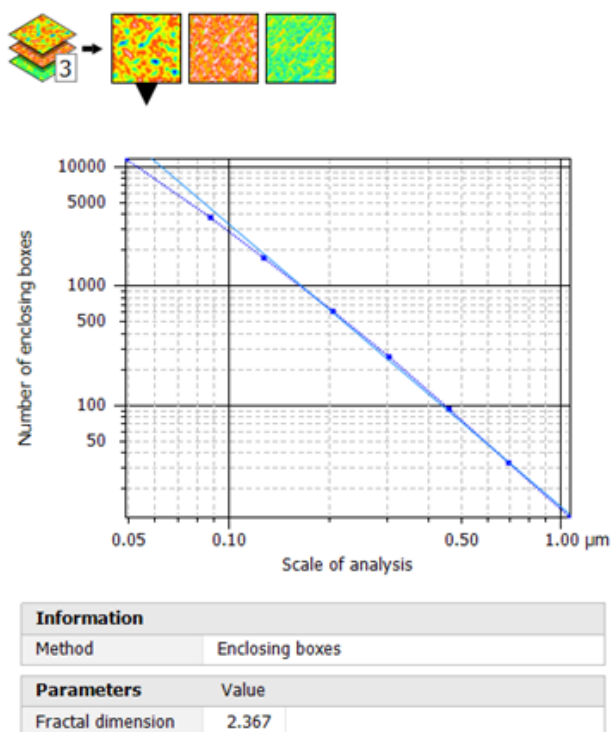


Fig. 16. Dimensión fractal graficada de la matriz polimérica de lignina por medio del método cajas envolventes. Muestra que las unidades fractales se encuentran en un espacio 2D y 3D.



9. CONCLUSIONES

La lignina ha demostrado tener la capacidad de atraer iones metálicos en su fase logrando que no penetren partículas de otro material que se coloque sobre ellos. Es un material altamente biocompatible, económico, de fácil acceso, ecológico y conformado por biomacromoléculas con actividad antimicrobiana.

Su estructura microscópica compuesta por crestas y valles nos confirma que es un material que posee la capacidad de retener líquidos en su fase más externa, es decir, de adsorben elementos en su fase líquida.

La carencia de biomateriales con capacidad de adsorber partículas orgánicas e inorgánicas sobre la superficie del esmalte ha limitado a los ortodoncistas a trabajar con aire directo durante el protocolo de adhesión, provocando en varias ocasiones, no sólo la desecación de los prismas del esmalte sino una incorrecta adhesión bracket-esmalte debido a las partículas orgánicas e inorgánicas restantes.

Si lográramos progresar en la creación de nuevos biomateriales, la matriz polimérica de lignina, podría ser una excelente base para solucionar dicho problema durante la fase de adhesión.



10. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Zheng L, Lu G, Pei W, Yan W, Li Y, Zhang L, et al. Understanding the relationship between the structural properties of lignin and their biological activities. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2021;190:291-300.
2. Borrega M, Päärnilä S, Greca LG, Jääskeläinen A-S, Ohra-aho T, Rojas OJ, et al. Morphological and Wettability Properties of Thin Coating Films Produced from Technical Lignins. *Langmuir*. 2020;36(33):9675-84.
3. Boerjan W, Ralph J, Baucher M. Lignin biosynthesis. *Annu Rev Plant Biol*. 2003;54:519-46.
4. Lu Y, Lu Y-C, Hu H-Q, Xie F-J, Wei X-Y, Fan X. Structural Characterization of Lignin and Its Degradation Products with Spectroscopic Methods. *Journal of Spectroscopy*. 2017;2017:8951658.
5. Sugiarto S, Leow Y, Tan CL, Wang G, Kai D. How far is Lignin from being a biomedical material? *Bioact Mater*. 2022;8:71-94.
6. Renault H, Werck-Reichhart D, Weng J-K. Harnessing lignin evolution for biotechnological applications. *Current opinion in biotechnology*. 2019;56:105-11.
7. Chávez-Sifontes M, Dómine M. Lignina, estructura y aplicaciones: Métodos de despolimerización para la obtención de derivados aromáticos de interés industrial. *Avances en Ciencias e Ingeniería*. 2013;4:15-46.
8. Alzagameem A, Klein SE, Bergs M, Do XT, Korte I, Dohlen S, et al. Antimicrobial Activity of Lignin and Lignin-Derived Cellulose and Chitosan Composites Against Selected Pathogenic and Spoilage Microorganisms. *Polymers (Basel)*. 2019;11(4).
9. Sun R. Cereal straw as a resource for sustainable biomaterials and biofuels: chemistry, extractives, lignins, hemicelluloses and cellulose: Elsevier; 2010.



10. López-Galán JE, Flórez-Pardo LM, González-Córdoba A. Evaluation of different methods for efficient extraction of hemicelluloses leaves and tops of sugarcane. *Dyna*. 2018;85(204):18-27.
11. Tardy BL, Mattos BD, Otoni CG, Beaumont M, Majoinen J, Kämäräinen T, et al. Deconstruction and Reassembly of Renewable Polymers and Biocolloids into Next Generation Structured Materials. *Chem Rev*. 2021;121(22):14088-188.
12. Chylenski P, Forsberg Z, Ståhlberg J, Várnai A, Lersch M, Bengtsson O, et al. Development of minimal enzyme cocktails for hydrolysis of sulfite-pulped lignocellulosic biomass. *Journal of biotechnology*. 2017;246:16-23.
13. Shahzad MA. Effect of temperature and time on acid sulfite cooking for dissolving pulp. 2012.
14. Ekielski A, Mishra PK. Lignin for Bioeconomy: The Present and Future Role of Technical Lignin. *International Journal of Molecular Sciences*. 2021;22(1):63.
15. Li T, Takkellapati S. The current and emerging sources of technical lignins and their applications. *Biofuel Bioprod Biorefin*. 2018;0:1-32.
16. Potucek F, Gurung B, Hájková K. Soda pulping of rapeseed straw. *Cellulose Chemistry and Technology*. 2014;48:683-91.
17. Verdini F, Gaudino EC, Canova E, Tabasso S, Behbahani PJ, Cravotto G. Lignin as a Natural Carrier for the Efficient Delivery of Bioactive Compounds: From Waste to Health. *Molecules*. 2022;27(11):3598.
18. Liu R, Dai L, Xu C, Wang K, Zheng C, Si C. Lignin-Based Micro- and Nanomaterials and their Composites in Biomedical Applications. *ChemSusChem*. 2020;13(17):4266-83.



19. Kumar R, Butreddy A, Kommineni N, Reddy PG, Bunekar N, Sarkar C, et al. Lignin: Drug/Gene Delivery and Tissue Engineering Applications. *Int J Nanomedicine*. 2021;16:2419-41.
20. Witzler M, Alzagameem A, Bergs M, Khaldi-Hansen BE, Klein SE, Hielscher D, et al. Lignin-Derived Biomaterials for Drug Release and Tissue Engineering. *Molecules*. 2018;23(8).
21. Xu J, Xu JJ, Lin Q, Jiang L, Zhang D, Li Z, et al. Lignin-Incorporated Nanogel Serving As an Antioxidant Biomaterial for Wound Healing. *ACS Appl Bio Mater*. 2021;4(1):3-13.
22. Bhalla N, Jolly P, Formisano N, Estrela P. Introduction to biosensors. *Essays Biochem*. 2016;60(1):1-8.
23. Jędrzak A, Rębiś T, Klapiszewski Ł, Zdarta J, Milczarek G, Jesionowski T. Carbon paste electrode based on functional GOx/silica-lignin system to prepare an amperometric glucose biosensor. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 2018;256:176-85.
24. Han F, Wang J, Ding L, Hu Y, Li W, Yuan Z, et al. Tissue Engineering and Regenerative Medicine: Achievements, Future, and Sustainability in Asia. *Front Bioeng Biotechnol*. 2020;8:83.
25. Luzi F, Yang W, Ma P, Torre L, Puglia D. Chapter 9 - Lignin-based materials with antioxidant and antimicrobial properties. In: Santos H, Figueiredo P, editors. *Lignin-Based Materials for Biomedical Applications*: Elsevier; 2021. p. 291-326.
26. Jaramillo, Víctor J. El ciclo global del carbono. *Cambio climático: una visión desde México*, 2004, vol. 77, no 1, p. 77-85.



27. Martínez, Eduardo; Fuentes, Juan Pablo; Acevedo, Edmundo. Carbono orgánico y propiedades del suelo. *Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal*, 2008, vol. 8, no 1, p. 68-96.

28. Fernández, Roberto Álvarez; Pérez-Dávila, O. Fuel cell hybrid vehicles and their role in the decarbonisation of road transport. *Journal of Cleaner Production*, 2022, vol. 342, p. 130902.

29. Corrales, Lucía Constanza; Muñoz Ariza, Maira María. Estrés oxidativo: origen, evolución y consecuencias de la toxicidad del oxígeno. *Nova*, 2012, vol. 10, no 18, p. 213-225.