

INSTITUTO TECNOLÓGICO SUPERIOR DE CALKINI

**“Extracción y caracterización de celulosa a partir de la
cascara de naranja (*Citrus x sinensis*) mediante la técnica de
hidrolisis acida”**

TESIS PARA TITULACIÓN INTEGRAL

INGENIERÍA MATERIALES

**EGRESADO:
LIZZIE YAZUMI CAUCH ARREDONDO**

**DIRECTOR: DR. MARIO ADRIAN DE ATOCHA DZUL CERVANTES
CODIRECTOR: DR. OSCAR FERNANDO PACHECO SALAZAR**

Calkiní, Campeche, México 2024

Constancia de no inconveniencia



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



INSTITUTO TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico Superior
de Calkiní
Subdirección de Planeación y Desarrollo

Instituto Tecnológico Superior de Calkiní
Departamento de Administración y
Apoyo al Estudiante

Calkiní, Campeche **45457**
P/06/24/553
INGENIERÍA EN MATERIALES

CONSTANCIA DE NO INCONVENIENCIA

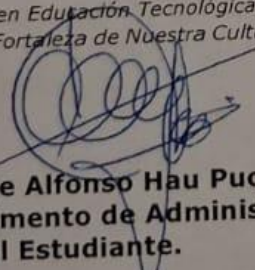
MODALIDAD: TESIS

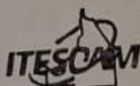
C. LIZZIE YAZUMI CAUICH ARREDONDO 7019
PASANTE DE LA CARRERA DE
INGENIERÍA EN MATERIALES.
PRESENTE

Con relación a lo establecido en el Reglamento de Estudios de Licenciatura, capítulo VII, fracción I, vigente en este Instituto, y una vez emitido el fallo favorable por el director DR. MARIO ADRIAN DE ATOCHA DZUL CERVANTES, y el co-director DR. OSCAR FERNANDO PACHECO SALAZAR, respectivamente, este Instituto consta de no tener inconveniencia para la realización del acto protocolario de titulación integral de su trabajo profesional titulado: **"EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE LA CASCARA DE NARANJA (CITRUS X SINENCIS) MEDIANTE LA TÉCNICA DE HIDROLISIS ACIDA"**.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
Sabiduría, Fortaleza de Nuestra Cultura®


Dr. Jorge Alfonso Hau Puc.
Departamento de Administración y
Apoyo al Estudiante.



INSTITUTO TECNOLÓGICO SUPERIOR
DE CALKINÍ

"DEPARTAMENTO DE ADMINISTRACIÓN
ESCOLAR Y APOYO A
ESTUDIANTES"

CLAVE: 04MSU0013P
CALKINÍ, CAMPECHE, MÉXICO.

C.c.p. Archivo



Av. Ah Canul S/N por Carretera Federal, Calkiní, Campeche, C.P. 24900 Tel. 996-8134870,
e-mail: XXXXX. tecnm.mx | itescam.edu.mx



2024

Scanned by TapScanner

Dedicatoria

A mi familia, mi novio y maestros:

Este presente trabajo “extracción de celulosa a partir de la cascara de naranja”, es para las personas que estuvieron involucrados durante el proceso la cual expreso mi agradecimiento y dedicación, ya que gracias a ellos logramos sacar adelante este trabajo.

Así como también a mi familia y amigos quienes han sido mi fuente de inspiración y la cual me han dado su apoyo en todo momento, les dedico este logro con todo cariño y gratitud.

Por último también es para los que fui conociendo durante este camino, de los cuales me alentaron a seguir adelante, con sus consejos y así como también este es un presente donde la cual nos muestra que con dedicación y esfuerzo podemos lograr un mundo mas sostenible.

Lizzie Yazumi Cauich Arredondo

Agradecimiento

En este presente trabajo me gustaría expresar mi agradecimiento en primer lugar a mis padres ya que gracias al apoyo incondicional de ellos he logrado concluir una etapa más de mi vida, a mis abuelos por alentarme a seguir adelante, a mi novio por apoyarme en cada momento.

Así como a mis amistades que de igual manera me estuvieron alentando, dando sus sugerencias y puntos de vista a cómo mejorar. así como a los que estuvieron involucrados al proceso de este trabajo.

A mi asesor el Dr. Mario Adrián de Atocha Dzul Cervantes por su constante guía, consejos y las críticas constructivas que me proporciono a lo largo de este camino.

Este presente trabajo es el reflejo de la dedicación de todos ustedes, por cual estoy profundamente agradecida y honrada de que estén presentes en mi vida.

Con gratitud Llizzie Yazumi Cauich Arredondo

Índice

<i>Dedicatoria</i>	3
<i>Agradecimiento</i>	4
<i>Resumen</i>	9
<i>Abstract</i>	10
<i>Introducción</i>	11
<i>Objetivo general</i>	13
<i>Específicos</i>	13
<i>Capítulo 1</i>	14
<i>Antecedentes</i>	14
<i>CAPITULO 2</i>	17
<i>Marco teórico</i>	17
<i>2.1 Naranja (Citrus x Sinensis) y sus propiedades</i>	17
<i>2.1.2. Propiedades de la cáscara de naranja</i>	18
<i>2.2 Historia de la celulosa</i>	20
<i>2.2.1 celulosa</i>	21
<i>2.2.2 Uso de la celulosa</i>	23
<i>2.2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN</i>	23
<i>2.2.3.1 FTIR</i>	23
<i>2.2.3.2 TGA</i>	24
<i>2.2.3.3 PRUEBAS MECÁNICAS A TENSIÓN DE FIBRAS</i>	25
<i>2.2.3.4 SEM</i>	25
<i>Justificación</i>	27
<i>CAPITULO 3</i>	28
<i>3.1 Materiales y métodos</i>	28
<i>3.2 Obtención de celulosa</i>	29
<i>3.3 obtención de las fibras de celulosa por el método de “hidrólisis ácida”</i>	29
<i>3.3.1 Primera Etapa: Hidrólisis Ácida</i>	30

<i>3.3.2 Segunda Etapa: Cloración</i>	32
<i>3.3.3 Tercera Etapa: Extracción alcalina</i>	34
<i>3.3.4 Cuarta Etapa: Blanqueo</i>	34
<i>3.4 Métodos de caracterización</i>	34
<i>3.4.1 Transformada de Fourier-Infrarrojo (FT-IR) Análisis</i>	34
<i>3.4.2 TGA</i>	35
<i>3.4.3 DSC</i>	35
<i>3.4.4 Análisis morfológico de superficie por SEM</i>	35
CAPITULO 4	36
Resultados	36
<i>4.1 extracción de celulosa a partir de la cascara de naranja</i>	36
<i>4.4 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier en modo de reflectancia total atenuada (FTIR-ATR).</i>	38
<i>4.5ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)</i>	39
<i>4.6PRUEBAS MECÁNICAS</i>	40
<i>4.7MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO</i>	41
CONCLUSIONES	42

Índice de figuras

<i>Imagen 2.1</i>	18
<i>Imagen 2.2.1</i>	22
<i>Imagen 2.2.2</i>	23
<i>Imagen 2.2.3</i>	23
<i>Imagen 3.1.1</i>	30
<i>Imagen .1.2</i>	30
<i>Imagen 3.4.1.3</i>	31
<i>Imagen 3.1.4</i>	31
<i>Imagen 3.1.5</i>	32
<i>Imagen 3.1.6</i>	32
<i>Imagen 3.1.7</i>	32
<i>Imagen 3.1.8</i>	32
<i>Imagen 3.1.9</i>	33
<i>Imagen 3.1.10</i>	33
<i>Imagen 3.1.11</i>	34
<i>Imagen 3.1.12</i>	34
<i>Imagen 3.1.13</i>	34
<i>Imagen 4.1.1</i>	37
<i>Imagen 4.3.1</i>	38
<i>Imagen 4.3.2</i>	39
<i>Imagen 4.4.1</i>	40
<i>Imagen 4.5.1</i>	41
<i>Imagen 4.7.1</i>	42
<i>Imagen 4.7.2</i>	42

Índice de tablas

<i>Tabla 2.1</i>	<i>19</i>
<i>Tabla 2.2</i>	<i>20</i>
<i>Tabla 43.1</i>	<i>38</i>
<i>Tabla 4.6.1</i>	<i>42</i>

Resumen

Los polímeros derivados del petróleo indudablemente han mejorado la calidad de vida de los seres humanos, debido a las múltiples aplicaciones en las que se desarrollan. Una de estas aplicaciones es el embalaje, y en particular, en el sector alimentario, desempeñan un rol muy importante; sin embargo, la falta de concientización por parte de los usuarios y los elevados tiempos de degradación de estos materiales, han generado elevadas fuentes de contaminación al ecosistema, por lo que es necesaria la elaboración de nuevos materiales como los biodegradables, a partir de fuentes no convencionales, y que tengan propiedades similares a los ya existentes.

Actualmente, los productos plásticos biodegradables con sus características ecológicas representan una gran alternativa para sustituir el uso de plásticos de uso convencional, sin embargo, las matrices poliméricas aún carecen de propiedades importantes para su aplicación como embalaje de alimentos, tales como las propiedades de barrera, por lo que es imperante reforzarlas, por ejemplo, con distintos materiales. Un material prometedor y que puede ser utilizado como refuerzo de una matriz polimérica es la celulosa. Este estudio tiene como objetivo extraer y caracterizar celulosa obtenida de la cascara de la naranja (*Citrus x Sinensis*) De acuerdo con reportes en la literatura una técnica que ofrece elevados rendimientos para la extracción de celulosa es el proceso de la hidólisis ácida, el cual consiste en cuatro etapas: hidrolisis acida, cloración, extracción alcalina y blanqueo. Las propiedades fisicoquímicas y térmicas de la celulosa que se obtendrán se determinarán mediante técnicas de FTIR, TGA, DSC y SEM. Con base en los resultados obtenidos a partir de la caracterización, se podrá determinar y explicar la posible aplicación de celulosa extraída de la naranja como refuerzo en alguna matriz polimérica.

Abstract

Polymers derived from petroleum have undoubtedly improved the quality of life of human beings, due to the multiple applications in which they are developed. One of these applications is packaging, particularly, in the food sector, they play a very important role; However, the lack of awareness on the part of users and the long degradation times of these materials have generated high sources of contamination to the ecosystem, which is why it is necessary to develop new materials, such as biodegradable ones, from non-toxic sources. conventional, and that have similar properties to those already existing.

Currently, biodegradable plastic products with their ecological characteristics represent a great alternative to replace the use of conventionally used plastics, however, polymeric matrices still lack important properties for their application as food, such as barrier properties, for example. which is why it is essential to reinforce them, for example, with different materials. A promising material that can be used as reinforcement of a polymer matrix is cellulose. This study aims to extract and characterize cellulose obtained from the orange peel (*Citrus x Sinensis*). According to reports in the literature, a technique that offers high yields for the extraction of cellulose is the acid hydrolysis process, which consists in four stages: acid hydrolysis, chlorination, alkaline extraction and bleaching. The physicochemical and thermal properties of the cellulose that will be obtained will be determined using FTIR, TGA, DSC and SEM techniques. Based on the results obtained from the characterization, the possible application of cellulose extracted from orange as reinforcement in some polymer matrix can be determined and explained.

Introducción

El consumo de polímeros derivados del petróleo ha aumentado considerablemente en los últimos años. Estos petroquímicos han sustituido parcial y a veces totalmente a muchos materiales naturales como la madera, el algodón, el papel, la lana, la piel, el acero y el concreto. Entre los factores que han favorecido el mercado de los plásticos son la amplia gama de aplicaciones que tienen, los precios competitivos y a veces inferiores a los de los productos naturales, y el hecho de que el petróleo ofrece una mayor disponibilidad de materiales sintéticos que otras fuentes naturales. Una aplicación importante de estos materiales derivados del petróleo es el embalaje, y particular el de la industria alimentaria. En la actualidad el embalaje de alimentos se utiliza para todo aquello necesario en el proceso de acondicionar los productos para protegerlos, y agruparlos de manera temporal pensando en su manipulación, transporte y almacenamiento. Con este formato se preserva la calidad de la carga a la vez que se mantiene a salvo, en todas aquellas operaciones en la que se ve envuelta, durante el trayecto entre el exportador y el importador.

Existen distintos tipos de embalaje dependiendo del uso que se le corresponde aplicar, de igual forma hoy en día el principal material para envases y embalajes que se utilizan son, utilizados como bolsas, botellas, frascos, tubos y cajas, pallets, películas, etc., todos elaborados a partir de petróleo, carbón o gas natural a través de procesos de polimerización, en su esencia el plástico contiene una macromolécula orgánica llamada polímero. Los principales materiales poliméricos utilizados en la elaboración de envases y embalajes derivados del petróleo son, el polipropileno (PP), policloruro de vinilo (PVC), poliestireno (PS), polietileno baja densidad (PEBD), polietileno alta densidad (PEAD), polietileno tereftalato (PET).

Las bolsas, envases y productos de embalaje son usados a diario por miles de millones de personas. De igual forma el uso de estos tiene grandes ventajas como la practicidad en su utilización, sin embargo, el uso de estos materiales en la actualidad representa una problemática de elevada contaminación para el ecosistema. Sin embargo, a pesar de las múltiples aplicaciones que estos materiales tienen, así como de sus propiedades, sus elevados tiempos de degradación, así como la falta de concientización de los usuarios, han ocasionado graves problemas al ecosistema, generando desbalances medioambientales.

Por lo anterior existe la necesidad de crear nuevos materiales biodegradables mediante fuentes naturales y no convencionales, sin embargo, las matrices poliméricas, carecen de algunas propiedades importantes como las de barrera, por lo que es necesario reforzar dichas matrices, para modificar sus propiedades. Un material importante en este sentido es la celulosa la cual puede servir como refuerzo de embalaje de alimentos ya que imparte a las matrices poliméricas muchas ventajas como partículas de refuerzo en compuestos.

La celulosa es el principal biopolímero natural, es un componente principal en diferentes fuentes como plantas y árboles, se halla en la madera, el lino o el algodón. Es el compuesto orgánico más abundante en la naturaleza, puesto que aparece en todas las estructuras que soportan a las plantas. De igual forma un de las fuentes donde se puede obtener la celulosa es en la cascara de naranja (*Citrus x sinensis*). Por lo anterior el objetivo de la presente investigación es extraer y caracterizar celulosa a partir de la cascara de naranja (*Citrus x Sinensis*) mediante la técnica de Hidrolisis acida y su caracterización fisicoquímica.

Objetivo general

Extraer y caracterizar celulosa a partir de la cascara de naranja (*Citrus X Sinensis*) mediante la técnica de hidrólisis acida y caracterizarla fisicoquímica y mecánicamente.

Específicos

1. Extraer la celulosa a partir de la cascara de naranja (*Citrus X Sinensis*) mediante la técnica de hidrólisis ácida.
2. Caracterizar fisicoquímica y mecánicamente la celulosa por las técnicas FTIR, TGA, pruebas mecánicas y SEM.

Capítulo 1

Antecedentes

Se ha reportado en la literatura diferentes investigaciones en el estudio de la celulosa, la siguiente investigación realizada por Maheswari, MA, y colaboradores (2012). Se realizó el estudio de microfibrillas de celulosa del residuo agrícola de la vaina de la hoja de la palma de coco mediante el proceso de cloración y extracción alcalina. La caracterización química de las microfibrillas de celulosa confirmó que la fracción de masa de α -celulosa tuvo un aumento después de la aplicación de varios tratamientos que incluyen desparafinado, deslignificación con clorito y extracción alcalina de hemicelulosas. De manera similar, se encontró que el índice de cristalinidad obtenido por difracción de rayos X para la vaina foliar y las microfibrillas de celulosa extraídas. La morfología de las microfibrillas de celulosa se investigó mediante microscopía electrónica de barrido. La espectroscopia de resonancia magnética nuclear e infrarroja por transformada de Fourier mostró que los tratamientos químicos eliminaban la mayor parte de la hemicelulosa y la lignina de las fibras de la vaina de la hoja. La estabilidad térmica de las fibras se analizó mediante análisis termogravimétrico, que demostró que esta estabilidad térmica se mejoró notablemente para las microfibrillas de celulosa ^[1].

En otro trabajo de la literatura por Henrique, MA, y colaboradores (2013). Se realizó la extracción y caracterización de nano cristales de celulosa (CN) de semilla de mango mediante hidrólisis ácida para obtener un material adecuado como agente reforzante en la fabricación de nanocompuestos. Las fibras de las semillas de mango se molieron en molinos y se purificaron principalmente para eliminar la lignina. La semilla de mango cruda (MS) y la semilla de mango purificada (PMS) se analizaron para determinar la composición química y se caracterizaron por infrarrojos y rayos X ^[2].

Penjumras, P., y colaboradores (2014), estudiaron la extracción de la celulosa de la corteza del fruto de durian usando deslignificación con clorito de sodio ácido, seguido de mercerización con hidróxido de sodio. El infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) confirmó la eliminación de componentes no celulósicos. Se eliminó la micrografía por microscopía electrónica de barrido (SEM) que mostró componentes no fibrosos esparcidos sobre la superficie de la corteza de durian. La mayor parte de la celulosa presentaba un diámetro y una relación de aspecto en el rango que se obtuvo

respectivamente. En el futuro, la celulosa de la corteza de durian tiene potencial para ser utilizada como elementos de refuerzo en materiales compuestos [3].

Do Nascimento, JHO y otros autores (2015). Se tuvo como objetivo caracterizar los nanowhiskers de celulosa extraídos de fibras de algodón desechadas. La nanocelulosa se caracterizó por dispersión de luz dinámica, potencial zeta, microscopía electrónica de transmisión de barrido (STEM), microscopía de fuerza atómica (AFM) y difracción de rayos X en polvo (XRD). Los nanocristales se caracterizan por una morfología en forma de varilla. Las hidrólisis ácidas aplicadas a los nanocristales del extracto aumentaron el índice de cristalinidad. Los resultados de la dispersión dinámica de la luz estaban de acuerdo con las dimensiones de los nanocristales que muestran un tamaño determinado [4].

En otra investigación realizada por Infante-Alfaro, A. (2017), se estudió el biocompuesto de Ácido poli láctico-fibra de hoja de piña. Los materiales compuestos producidos con PLA y PALF en fibra pueden sustituir aplicaciones del PLA puro, las propiedades del material compuesto dependen directamente del procesamiento y del método de mezcla que se les haya dado en la fabricación. Para garantizar un material homogéneo, se debe optar por mezclar el PALF y el PLA en seco y a temperatura de fusión de la matriz; siendo el mezclador tipo Brabender el mejor método de mezcla de los componentes en este caso. Las pruebas de caracterización señalan que las propiedades mecánicas y térmicas mejoraron en los tratamientos con fibra, mientras que las micrografías SEM muestran que hay una buena dispersión de la fibra. Las propiedades físico-mecánicas de cualquier material compuesto con fibra natural dependen de la adhesión fibra-matriz, la orientación y la eficiencia de transferencia de tensión en la interfaz. Las propiedades térmicas demostraron una alta y buena interacción PALF-PLA; el adicionar fibra aumenta la temperatura de fusión, por lo tanto, se afirma que hay una buena interacción entre los materiales. El aumento en la propiedad mecánica muestra que la matriz no ha llegado a saturarse con fibra, y se demuestra en las micrografías SEM donde se presenta una buena dispersión. Por lo que se podría analizar tratamientos con mayor porcentaje de fibra en el compuesto, para encontrar el límite de refuerzo sin perder las propiedades mecánicas [5].

En otro trabajo, Kulandalvel, N. y colaboradores (2018), extrajeron y caracterización de las fibras lingocelulósicas de la planta del Pigeon Pea. Se identificaron los componentes químicos de las fibras como contenido de celulosa, lignina, contenido de cera, contenido

de humedad y densidad. Los grupos funcionales presentes en las fibras se obtuvieron mediante espectroscopia infrarroja. Al usar el análisis de difracción de rayos X, se encontró el índice de cristalinidad y el análisis termogravimétrico mostró de la degradación térmica de la fibra. Los resultados sugieren que las fibras de gándul se pueden usar como refuerzo en compuestos de matriz de polímero ^[6].

Otro estudio reportado en la literatura por Tarchoun, AF y colaboradores (2019). Las algas pardas (POBA) fueron tratados químicamente mediante deslignificación y tratamiento alcalino seguido de hidrólisis ácida para producir celulosa microcristalina pura (MCC). El análisis FTIR indica que la mayor parte de la lignina y la hemicelulosa se eliminaron durante los tratamientos químicos. Las mediciones de XRD revelaron que la celulosa obtenida y el MCC pertenecen al polimorfo de celulosa I, con índice de cristalinidad determinado respectivamente. Las micrografías SEM del MCC producido mostraron una morfología de forma similar a una varilla de tamaño micro no uniforme con un diámetro medio. Los resultados del análisis térmico mostraron que la temperatura de descomposición del MCC preparado cambió a una temperatura más alta en comparación con la de la celulosa respectiva y la POBA cruda. La autenticidad del MCC preparado también se examinó comparando sus propiedades fisicoquímicas con las del MCC comercial. Basado en estos análisis, POBA-MCC mostró un tremendo potencial para ser utilizado en varias aplicaciones ^[7].

En otra investigación, Moo-Huchin y colaboradores (2019), trabajaron con las fibras naturales como una alternativa importante para sustituir el uso de fibras sintéticas en el refuerzo de matrices poliméricas. Este estudio tuvo como objetivo caracterizar las fibras palmeadas celulósicas (CFE) extraídas de los haces de paja de Jipijapa (BJS). La extracción de CFE se realizó mediante hidrólisis ácida, cloración, extracción alcalina y blanqueo del BJS. Las propiedades fisicoquímicas, térmicas y mecánicas de CFE se determinaron mediante técnicas de FTIR, TGA, difracción de rayos X, AFM y SEM. La espectroscopia FTIR, TGA y difracción de rayos X confirmaron que los CFE son ricos en celulosa y poseen estabilidad térmica, con determinado índice de cristalinidad. A partir de los resultados de SEM, AFM, alargamiento, propiedades mecánicas, ángulo de contacto y energía superficial, fue posible determinar y explicar la potencial aplicación de CFE como refuerzo en la elaboración de materiales biocompuestos ^[8].

CAPITULO 2

Marco teórico

2.1 Naranja (Citrus x Sinensis) y sus propiedades.

La naranja es el cítrico con mayor cantidad de hectáreas plantadas en México, principalmente en el estado de Campeche. La cáscara de naranja es un residuo agroindustrial proveniente principalmente por la industria juguera generando un desperdicio entre el 50 y 60 % de la cáscara de naranja (*Citrus X Sinencis*), que por sus características ocasionan diversos problemas ambientales como la contaminación de suelo, ya que tiene un tiempo de degradación aproximado de 6 meses. Para mitigar dicho problema, se han realizado diversas investigaciones para dar valor agregado a este residuo agroindustrial. (Aldana, Belén, & Lucia, 2019).

La corteza de los cítricos es el principal residuo obtenido del procesamiento de los cítricos, ya que, constituye aproximadamente el 65 % del peso de la fruta fresca. Los grandes porcentajes de biomasa generado en la industria de cítricos y un mercado cada vez más atento a la protección del medio ambiente, genera la necesidad de buscar nuevas formas de transformar los subproductos en un nuevo recurso, contribuyendo así a la reducción de residuos, evitando el mal uso de la tierra, la disminución de los bosques y reduciendo el impacto ambiental que produce la cantidad de desechos orgánicos generados (**figura 2.1**), (Aldana, Belén, & Lucia, 2019).



Imagen 2.1. Desechos

La cáscara de naranja tiene un alto contenido de materia orgánica que se ha reportado que contiene aproximadamente un 95 % de sólidos totales y su pH se encuentra entre los valores de 3–4 así mismo se ha reportado que los residuos de naranja también contienen pectina, azúcares solubles, hemicelulosa, celulosa, proteína, lignina, almidón, cenizas y flavonoides. (Aldana, Belén, & Lucia, 2019).

2.1.2. Propiedades de la cáscara de naranja

La cáscara de naranja contiene diferentes carbohidratos poliméricos, los cuales la hacen una fuente a considerar para la producción de biogás y etanol, el obstáculo principal para utilizarla como sustrato para producción de biogás es la presencia de δ -limoneno. Este componente es muy tóxico para los microorganismos y disminuye el rendimiento del biogás. El δ -limoneno es también un inhibidor poderoso para los microorganismos en la producción de etanol, por lo que este componente debe ser removido antes de las etapas de digestión o fermentación.

La naranja es utilizada como materia prima en las industrias alimenticias para la elaboración de jugos, siendo la cáscara desechada luego de haber extraído el jugo, por lo que este tipo de biomasa puede aprovecharse, ya sea para la obtención de aceites naturales, pectina, compost e incluso para la obtención de biocombustibles como el bioetanol, en las **Tablas 2.1 y 2.2** se presentan las composiciones químicas y fisicoquímicas de la cáscara de naranja. (2)

Tabla 2.1. Composición química de la cáscara de naranja.

Compuestos (porcentajes)	Naranja
Carbohidratos totales	24
Proteína	6,03
Fibra dietética total	66
Hemicelulosa	No determinada
Celulosa	70
Lignina	No determinada

Fibra insoluble	59
------------------------	-----------

Tabla 2.2 Composición fisicoquímica de la cáscara de naranja.

Parámetro	Valor
Solido	7,1 ± 1,2
pH	3,93 ± 0,03
Total, de acidez (g de ácido cítrico/100ml)	0,29 ± 0,03
Índice de formol	34 ± 2,4
Humedad %	85,9 ± 1,6
Grasa % (materia seca)	1,55 ± 0,17
Cenizas % (materia seca)	3,29 ± 0,19
Proteína % (materia seca)	6,16 ± 0,23
Carbohidratos % (materia seca)	89,0 ± 1,1
Fibra soluble % (materia seca)	---
Azúcares neutrales	3,8 ± 0,3
Ácido urónico	7,1 ± 0,9
Lignina	3,2 ± 0,4
Pectina % (DM)	17 ± 5

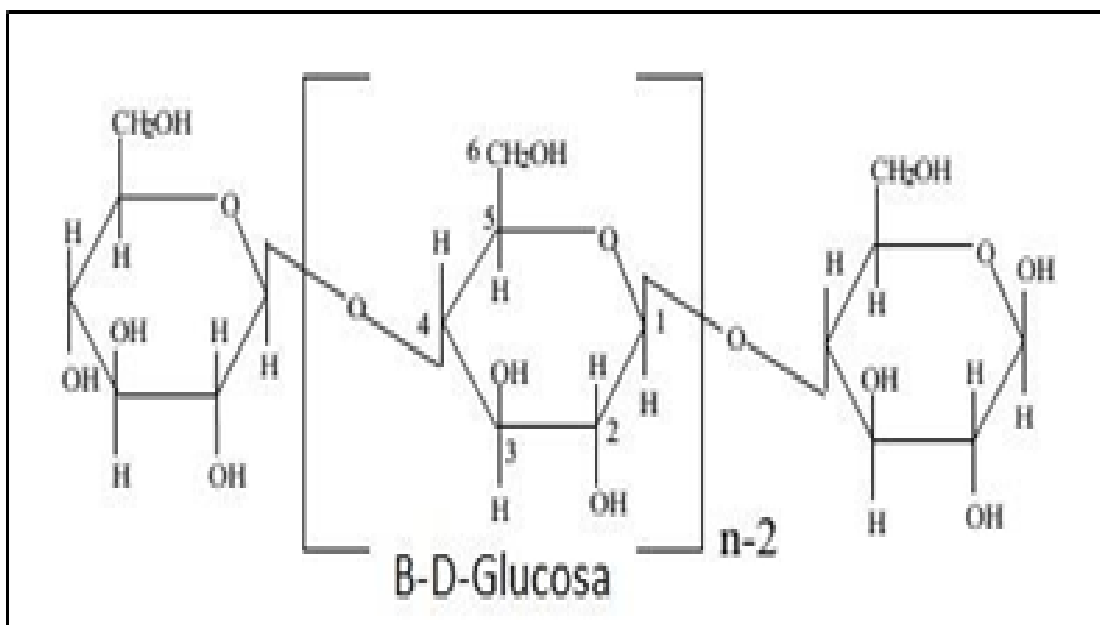
2.2 Historia de la celulosa

Desde los inicios de los procesos textiles, hace más de 40.000 años, el uso continuado de fibras de origen vegetal, en las cuales la celulosa oscila entre el 30 y 90 % de su composición en peso, se ha identificado como una de las principales aplicaciones. Posteriormente con los grandes avances generados con los procesos de extracción o aislamiento de la celulosa fue posible obtener papel con diversas posibilidades incursionando a partir de allí en otros sectores industriales. Hasta mediados de los años 70's del siglo XX la mayoría de las aplicaciones bien fuera de la celulosa aislada o en asocio con otros componentes lignocelulósicos, se encontraba dominada por las industrias de pulpa y papel, textil y sus derivados. Además, en un menor rango el desarrollo de sustancias como la celulosa microcristalina le ha permitido ser empleada como aditivo para alimentos, componentes farmacéuticos o incluso en la elaboración de productos de soldadura.

Sin embargo, con el enorme surgimiento de los materiales compuestos, ha realizado desde esta década notables incursiones en campos tan disímiles como el de transporte, elementos de construcción o empaques, gracias a su incorporación en matrices poliméricas tanto de tipo termoplástico como termofijo. En este punto las variaciones de los reforzantes a base de celulosa incluyen un amplio espectro de formulaciones que pueden ir desde fibras vegetales de menor nivel de comercialización en el mundo como el foque, hasta las más tradicionales en el mercado como el lino o el algodón. Se pueden estimar en más de 30 elementos que han sido diseñados para diferentes marcas de vehículos de todo tipo de gamas que tienen presencia de composites reforzados con celulosa en alguna de sus presentaciones. A modo de ejemplo algunos de los sistemas de materiales compuestos a base de matriz plástica con alto grado de documentación en la literatura científica en un lapso muy corto (de enero de 2011 a diciembre de 2016), lo que da cuenta del uso, crecimiento y novedad de la temática en los últimos años. (Gañán, (2017).)

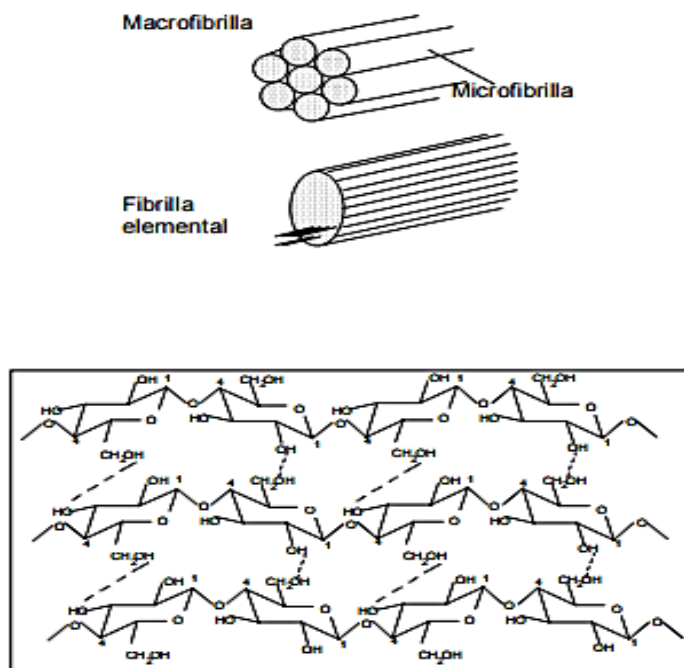
2.2.1 celulosa

La Celulosa es la principal componente de las paredes celulares de los árboles y otras plantas. Es una fibra vegetal que al ser observada en el microscopio es similar a un cabello humano, cuya longitud y espesor varía según el tipo de árbol o planta. Las fibras de algodón, por ejemplo, tienen una longitud de 20-25 mm., las de pino 2-3 mm. y las de eucalipto 0.6 – 0.8 mm. De igual manera, el contenido de celulosa varía según el tipo de árbol o planta que se considere^[13]. La celulosa es un polímero lineal de β -anhidroglicopiranosido con uniones 1,4 β - glicosídicos. La fórmula general es $(C_6H_{10}O_5)_n$, su estructura molecular se observa en la **(figura 2.2.1)** y su densidad es 1.50 g/cm^3 . La macromolécula de celulosa se conforma por cientos a millones de unidades de glucosa dependiendo de su fuente. Los grupos -OH en la cadena de celulosa forman enlaces de hidrógeno entre las moléculas. Estos enlaces forman paquetes de estructuras cristalinas llamadas microfibrillas, que son las que construyen las fibras de celulosa. Los grupos -OH representan sitios activos para las modificaciones químicas como la esterificación. Las fibras de celulosa son de bajo costo, ampliamente disponibles, y por su origen natural al degradarse producen componentes inocuos para el ambiente y son fáciles de reciclar (Cohuo, 2018).



(Imagen 2.2.1 Estructura de la macromolécula de celulosa.

Las cadenas de celulosa se agregan formando microfibrillas que constituyen el elemento base de los materiales celulósicos estas cadenas de polímeros formada se agrupan paralelamente, por medio de puentes de hidrógeno y fuerzas de van der Waals como se evidencia en la **figura 2.2.2**. Constituyendo las fibras elementales de la microfibrilla de celulosa tiene una estructura en la que regiones que son muy ordenadas con estructura cristalina se alternan con regiones amorfas como se evidencia en la **figura 2.2.3**.



(Imagen 2.2.2. Estructura de la celulosa.

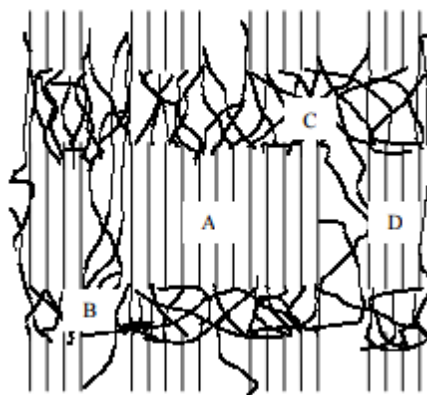


Imagen 2.2.3 Modelo estructural de la celulosa. A,D: Zona cristalina, B, C: zona amorfa

Muchas propiedades de la celulosa dependen de su longitud de la cadena de polimerización, la celulosa derivada de las plantas se encuentra por lo general en una mezcla con hemicelulosa, lignina, pecina y otras sustancias mientras que la celulosa microbiana es bastante pura tienen un contenido mucho más alto y se compone de cadenas más largas (Ebuka Chizitere Emenike, 2023). Así mismo, es importante mencionar que las propiedades de la celulosa varían dependiendo de la fuente de obtención, es sentido, la forma y el tamaño de las diversas formas de celulosa cristalina dependen del origen de la celulosa, del método de aislamiento y de los tratamientos posteriores al aislamiento. (Ebuka Chizitere Emenike, 2023)

2.2.2 Uso de la celulosa

La celulosa es el principal componente del papel, cartón, y cartulina y de textiles de algodón, lino y otras fibras naturales. La celulosa se puede convertir en celofán y rayón utilizadas para los textiles de tejido naturales desde el siglo XX. También es utilizada como materia prima en la fabricación de nitrocelulosa que se utiliza en la pólvora si humo, también para adhesivos solubles en agua y aglutinantes como metil-celulosa, carboxietil celulosa que se utiliza en la pasta de papel estampado, también como espesantes y estabilizantes en los alimentos procesados. En los laboratorios se utiliza como fase estacionaria para la cromatografía en capa fina, también en la filtración de líquido, también en la combinación de tierras diatomeas u otros medios de filtración, a partir de la Celulosa se pueden hacer esponjas hidrófilas y muy absorbente, también para el aislamiento térmico y acústico, como producto derivado del papel reciclado triturado (COLORADO & ARROYAVE, 2017).

2.2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

2.2.3.1 FTIR

Infrarrojo Transformado de Fourier (FTIR) es una técnica de análisis espectroscópica que utiliza una parte del espectro electromagnético. Concretamente, longitudes de onda entre los 2.500 nanómetros (nm) y los 25.000 nm. Esta es la región del “Infrarrojo Medio” y es por ello que también al FTIR se le conoce como tal. Aunque de forma general la abreviatura FTIR es el nombre de una técnica matemática utilizada para convertir datos

numéricos en resultados útiles, también se ha popularizado este término para denominar esta técnica analítica.

La Transformada de Fourier fue desarrollada por el matemático francés Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830). Seguro que estaría orgulloso de saber que su trabajo adaptado a los últimos avances en tecnología analítica todavía es utilizado hoy en día. Fourier es también conocido como el descubridor del “Efecto Invernadero”, mucho antes de que nadie hubiera pensado en el impacto de las emisiones de CO₂.(Autor Richard Mills, 2018)

El análisis FTIR funciona de la siguiente manera:

- ✚ La luz emitida por una Fuente que produce todo el espectro completo de longitudes de onda se hace pasar por un dispositivo llamado Interferómetro.
- ✚ El Interferómetro modifica la luz de una manera particular que permite el consiguiente procesamiento de datos.
- ✚ El haz de luz atraviesa la muestra y esta absorbe parte de la energía.
- ✚ Al otro lado, un Detector recibe el haz de luz que deja pasar la muestra y lo envía a un ordenador.
- ✚ El PC procesa toda la información, infiere cuál es la absorción correspondiente a cada longitud de onda y genera un espectro utilizando la técnica de la Transformada de Fourier

2.2.3.2 TGA

Dentro del grupo de técnicas de análisis térmico se encuentran: el Análisis Termogravimétrico (TGA) y la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), con las cuales se determina el cambio de las propiedades físicas de los compuestos químicos y materiales en función de la temperatura o el tiempo.(Dra. Lorena Martínez De La Cruz, s/f)

El Análisis Termogravimétrico (TGA), mide la masa (pérdida o ganancia) de una muestra cuando ésta se somete a un programa controlado de temperatura.

Por esta técnica pueden determinarse: el % de pérdida de peso por descomposición, por deshidratación, por pérdida de disolvente, por pérdida de plastificante, etc. También

puede determinarse la estabilidad térmica u oxidativa, la descarboxilación, la pirolisis, el % de aditivos.(Dra. Lorena Martínez De La Cruz, s/f)

2.2.3.3 PRUEBAS MECÁNICAS A TENSION DE FIBRAS

Se denomina prueba de tensión al ensayo que permite conocer las características de un material cuando se somete a esfuerzos de tracción. El objetivo es determinar la resistencia a la rotura y las principales propiedades mecánicas del material. En el ámbito de la impermeabilización, conocer las propiedades de cada producto nos ayudan a determinar su capacidad para soportar los esfuerzos estructurales de los soportes sobre los que se aplica.(Sistemas, s/f)

2.2.3.4 SEM

La microscopía electrónica se fundamenta en la emisión de un barrido de haz de electrones sobre la muestra, los cuales interaccionan con la misma produciendo diferentes tipos de señales que son recogidas por detectores. Finalmente, la información obtenida en los detectores es transformada para dar lugar a una imagen de alta definición, con una resolución de 0,4 a 20 nanómetros. Como conclusión, obtenemos una imagen de alta resolución de la topografía de la superficie de nuestra muestra.(*Microscopía electrónica de barrido (SEM)*, 2020)

Con ella podemos estudiar distintos tipos de materiales:

- 🚦 Metales: acero, aluminio, titanio, cobre, metales preciosos, aleaciones.
- 🚦 Cerámicas: vidrio, hormigón, alúmina, zirconia, carburo, piedra, porcelana.
- 🚦 Polímeros: termoplásticos como PP, PE, Nylon; termoestables como melamina, polimidas; elastómeros como goma, silicona.
- 🚦 Composites: fibra de carbono, fibra de vidrio, grafito, composites cerámicos, resinas.
- 🚦 Orgánicas: algodón, madera, bacterias, células.

Los microscopios electrónicos de barrido (SEM) cuentan con un filamento que genera un haz de electrones que impactan con la muestra. Estos electrones interaccionan con la muestra que se está estudiando y devuelven distintas señales que son interpretadas por

distintos detectores. Con esta información somos capaces de obtener información superficial de:

✚ Forma y topografía

✚ Textura

✚ Composición

La interacción del haz de electrones con la superficie de la muestra se realiza en forma de ‘pera’ como podéis ver en la imagen inferior. La penetración dependerá de los kV a los que trabajemos, un estándar es una penetración de 1-5 micras. (*Microscopía electrónica de barrido (SEM)*, 2020)

Ventajas de la microscopía electrónica frente a otras técnicas de caracterización

La microscopía electrónica es una técnica muy útil en la caracterización de materiales ya que se necesita muy poca cantidad de muestra y se trata de una técnica no destructiva (mientras no haya que cortar la muestra para que quepa en el portaobjetos o recubrir), es decir, la muestra no se ve perjudicada y se puede recuperar.

El único requisito que implica la utilización de esta tecnología es que la muestra debe ser conductora, ya que la obtención de la imagen es producto de la interacción de los electrones emitidos por el equipo y la muestra. Si nuestra muestra no es conductora, no hay ningún problema como ya hemos visto, ya que pueden utilizar equipos metalizadores de muestras que depositan por medio de deposición física de vapor una capa de pocos nanómetros de un elemento conductor, permitiendo de esta forma la obtención de imágenes por microscopía electrónica de barrido y composición a través de EDX. Las imágenes que se obtienen tienen una gran resolución. (*Microscopía electrónica de barrido (SEM)*, 2020)

Justificación

El proyecto de extracción y caracterización de celulosa a partir de la cascara de naranja (*Citrus x Sinensis*) surge de la necesidad de producir materiales que contengan mejores propiedades mecánicas, físicas y químicas similares o mejores con relación a los material derivados del petróleo, y en específico, en el área de embalaje de alimentos, debido a que estos materiales presentan tiempos muy cortos para su “vida útil” y elevados tiempos de degradación, además que la falta de concientización por falta de productores y consumidores, ha generado graves problemas al ecosistema.

Otro aspecto que logra abordar este proyecto es el ambiental, debido a que se aprovechan materiales como la casara de la naranja (*Citrus x Sinensis*), que las fábricas productoras de bebidas desechan. Si bien las cáscaras de naranja son materiales naturales y no representan problemas a la naturaleza, elevadas cantidades pudieran producir fuentes importantes de contaminación como del suelo, plagas, o en algunas ocasiones sus residuos son incinerados o tratados con agentes químicos que afectan la calidad y productividad de la tierra. Las industrias productoras de plástico han mostrado en la actualidad interés en la implementación de materiales biodegradables en sus productos, pero manteniendo sus propiedades físicas y mecánicas que se necesitan. Por lo anterior, el objetivo del presente proyecto es la extracción de celulosa a partir de la cáscara de la naranja, y caracterizarla para su posible aplicación como reforzante de una matriz polimérica en el área de embalajes para alimentos.

CAPITULO 3

3.1 Materiales y métodos

Materiales

La cascará de naranja (*Citrus x Sinensis*) fue obtenida proporcionado por la procesadora “Casa Reca” ubicado en el estado de Campeche. El material fue colectado en los meses de julio a septiembre de 2023.

Para la extracción de las fibras celulósicas se utilizó ácido sulfúrico e hidróxido de sodio, ambos, grado reactivo adquiridos de Sigma Aldrich. También se utilizó hipoclorito de sodio comercial (CLORALEX ®).

El procedimiento que se utilizó para obtener la celulosa de la cáscara de naranja (*Citrus x Sinensis*) será el reportado en la literatura (M. Dzúl-Cervantes, 2017) y que consta de una hidrólisis ácida, cloración, extracción alcalina y blanqueo.

3.1 Materiales

Equipos:

- | | |
|--|---|
|  Vaso precipitado |  Guantes |
|  Perilla |  Agitador mecánico |
|  Pipeta |  Tamiz #200 |
|  Placa de calentamiento |  Tras de PH |

Reactivos:

-  Agua destilada
-  Hipoclorito de sodio (CLORALEX)
-  Ácido sulfúrico
-  Hidróxido de sodio

3.2 Obtención de celulosa

La obtención de la celulosa se realizará usando la técnica de pulpeo (Cazaurang y col., 1990), que consta de cuatros pasos descritos a continuación

3.3 obtención de las fibras de celulosa por el método de “hidrólisis ácida”

Para la obtención de las fibras de celulosa a partir de fibras naturales por el método de “hidrólisis ácida” a nivel laboratorio se realiza el siguiente procedimiento:

1. Desfibrar las fibras en forma longitudinal, en filamentos que sean de aproximadamente 2 mm de ancho.



Imagen 3.1.1

2. Cortar los filamentos desfibrados en segmentos de 1 cm de longitud.



Imagen 3.1.2

3. Pesar 50 gramos de fibra de henequén previamente desfibrada y cortada.



Imagen 3.1.3

3.3.1 Primera Etapa: Hidrólisis Ácida

4. Preparar una solución de ácido sulfúrico al 1%. Esto es, 7.5 ml de ácido por cada 1000 ml de agua, pues el cálculo se debe realizar de acuerdo a la densidad del ácido.
5. Sumergir los 50 gramos de fibras en la solución de ácido sulfúrico.



Imagen 3.1.4

6. Una vez sumergidas las fibras en la solución, calentar hasta que comience a ebullición (aproximadamente 100 °C). Pasado este tiempo, agitar y revolver las fibras cada

veinte minutos durante una hora, de forma que la solución ácido-fibra se homogenice.



Imagen 3.1.5

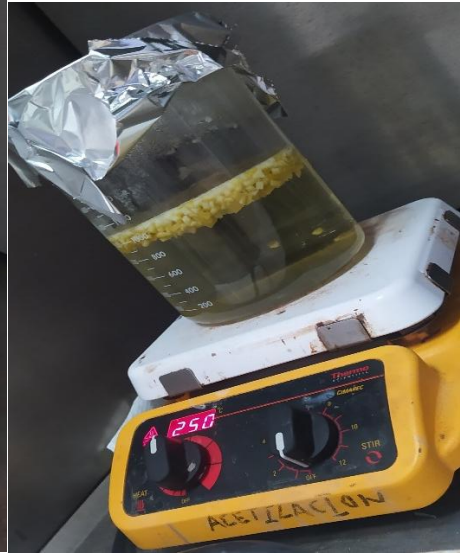


Imagen 3.1.6

7. Lavar las fibras con agua hasta alcanzar un $\text{pH} = 7$ para eliminar el reactivo excedente.



Imagen 3.1.7

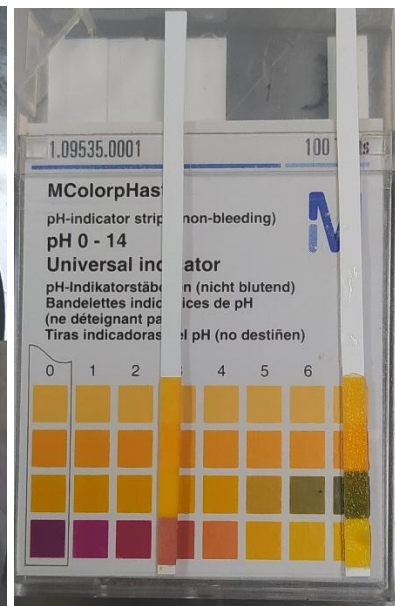


Imagen 3.1.8

3.3.2 Segunda Etapa: Cloración

8. Preparar una solución de hipoclorito de sodio (CLORALEX) al 10%. Esto es 1400 ml de cloro, por cada 1000 ml de agua. Los cálculos se deben realizar considerando la cantidad de cloros libres y densidad del cloro.



Imagen 3.1.9

9. Sumergir las fibras del paso 7 en la solución obtenida en el paso 8.



Imagen 3.1.10

10. Agitar las fibras vigorosa y manualmente con ayuda de un “mazo” dentro de la solución hasta alcanzar un pH de 9.2.



Imagen 3.1.11

11. Lavar las fibras con agua hasta alcanzar un pH = 7 para eliminar el reactivo excedente.

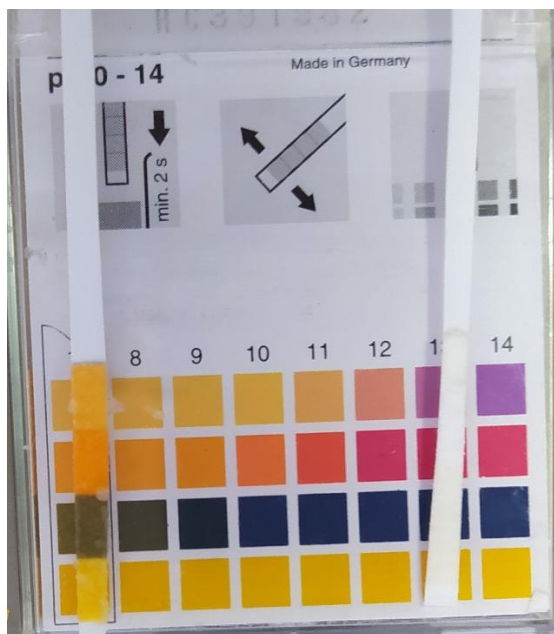


Imagen 3.1.12



Imagen 3.1.13

3.3.3 Tercera Etapa: Extracción alcalina

12. Preparar una solución de hidróxido de sodio al 30% p/v. Esto es 300 gr de NaOH por cada 1000 ml de agua.
13. Sumergir las fibras del paso 11 durante tres horas con agitación mecánica constante en un reactor batch a 1200 rpm.
14. Lavar las fibras con agua hasta alcanzar un $\text{pH} = 7$ para eliminar el reactivo excedente.

3.3.4 Cuarta Etapa: Blanqueo

15. Preparar una solución de hipoclorito de sodio (CLORALEX) al 5%. Esto es, 83.3 ml de CLORALEX por cada 1000 ml de agua. Los cálculos se deben realizar considerando la cantidad de cloros libres y densidad del cloro.
16. Sumergir las fibras del paso 14 durante una hora o hasta que se aprecien “blancas” con agitación mecánica constante en un reactor batch a 1200 rpm.
17. Lavar las fibras con agua hasta alcanzar un $\text{pH} = 7$ para eliminar el reactivo excedente.
18. Desmenuzar los aglomerados de fibra y secar a temperatura ambiente las fibras durante 24 h.

3.4 Métodos de caracterización

3.4.1 Transformada de Fourier-Infrarrojo (FT-IR)

Análisis

Los espectros FT-IR se utilizarán para determinar la presencia de grupos orgánicos funcionales en Estructura CFE. Se analizarán tres ejemplares en un equipo Nicolet 8700 bajo atenuado Modo de reflectancia total [5], en un número de onda intervalo entre 4000-650 cm^{-1} y 100 barridos a una resolución de 4 cm^{-1} ([a], y otros, 2018).

3.4.2 TGA

El Análisis Termogravimétrico (TGA), mide la masa (pérdida o ganancia) de una muestra cuando ésta se somete a un programa controlado de temperatura. Por esta técnica pueden determinarse: el % de pérdida de peso por descomposición, por deshidratación, por pérdida de disolvente, por pérdida de plastificante

3.4.3 DSC

La DSC mide la entalpía (ΔH) de despliegue que resulta de la desnaturalización inducida por calor. También se utiliza para determinar el cambio en la capacidad de calor (ΔC_p) de la desnaturalización. La DSC puede dilucidar los factores que contribuyen al plegado y la estabilidad de las biomoléculas nativas.

3.4.4 Análisis morfológico de superficie por SEM

La morfología superficial del CFE será observada en un equipo un JEOL, Modelo JSM-5900 LV, escaneo electrónico Microscopio. Las micrografías se obtendrán utilizando un valor de voltaje entre 20 y 25 KV ([a], y otros, 2018). Se analizarán tres muestras.

CAPITULO 4

Resultados

4.1 extracción de celulosa a partir de la cascara de naranja.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos, de la extracción de celulosa a partir de la cascara de naranja mediante la hidrólisis ácida y los resultados de las caracterizaciones que se realizaron. (Sathishkumar et al., 2024)

El rendimiento de celulosa fue calculado mediante la ecuación 1 y fue de 25%. Este valor de rendimiento es similar al de algunos valores reportados en la literatura científica. Así mismo, los autores de esas investigaciones coinciden en que las propiedades de las fibras varían dependiendo de la fuente de obtención, en este sentido, la forma y el tamaño de las diversas formas de celulosa cristalina dependen del origen de la celulosa, del método de aislamiento y de los tratamientos posteriores al aislamiento. (Francesco Bigi, Enrico Maurizzi, 2023)

El análisis químico mostró que la cáscara de naranja seca (**imagen 4.1.1 a**) contenía $9,8 \pm 0,2\%$ de humedad, $2,0 \pm 0,1\%$ de grasa cruda, $5,9 \pm 0,3\%$ de proteína y $2,75 \pm 0,2\%$ de ceniza. Se determinó un total de $64,2 \pm 3,1\%$ de carbohidratos no fibrosos, $0,2 \pm 0,01\%$ de hemicelulosas, $1,0 \pm 0,08\%$ de lignina y $14,2 \pm 0,2\%$ de celulosa. Este paso preliminar de análisis tuvo como objetivo estimar el rendimiento potencial en CNC a partir de la matriz inicial y establecer los pasos de purificación con el objetivo de eliminar las impurezas químicas. (Bigi et al., 2023)

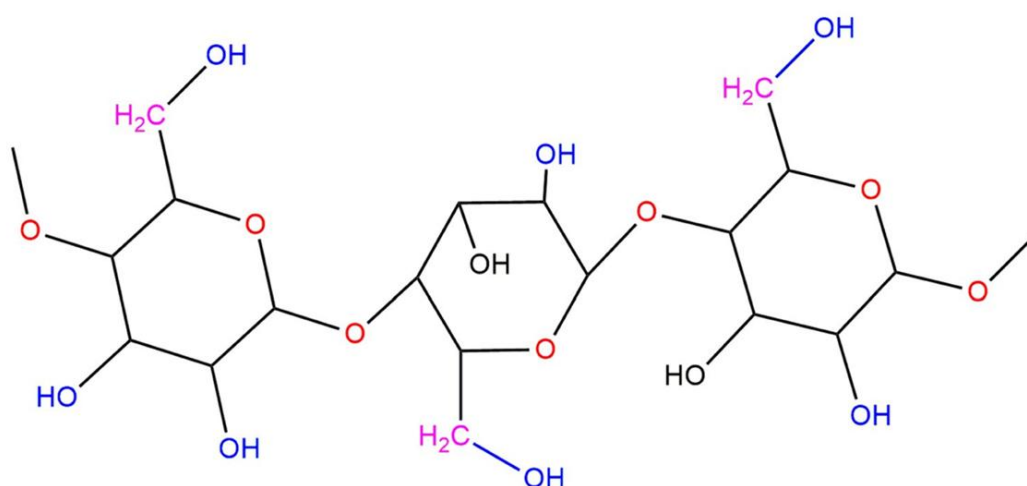


imagen 4.1.1. Aspecto visual de (a) polvo de cáscara de naranja cruda, (b) celulosa de cáscara de naranja y (c) nano cristales de celulosa.

La celulosa CSP obtenida de los subproductos vegetales era inodora y de apariencia blanca. Se descubrió una densidad de 1,413 g/cm³ para la celulosa CSP. Según los resultados del cálculo utilizando la Ec. El rendimiento de celulosa es del 67,82%. Luego, se produce una pérdida de peso responsable debido a la eliminación de lignina (12,8%), ceras y minerales (4,2%) y residuos del proceso de blanqueo (13,5%). En la Tabla 1 se puede ver una representación tabular del porcentaje de rendimiento y la densidad de la celulosa microcristalina. Según la tabla 4.3.1, la literatura sobre la celulosa recuperada de los restos de té solo produjo un 30,54% de celulosa y se encontró que la densidad era 1,324 g/cm³. El porcentaje de rendimiento en nuestro estudio es notablemente alto en comparación con otros recursos, incluido el algodón (80,08%), la celulosa de cáscara de plátano (59,18%), la celulosa de flor de borrasus flabellifer (59,1%) y la hoja de piña (70,9%). El uso de una proporción tan elevada de material de desecho se utiliza principalmente para fines de aplicación. Se empleó el programa chemdraw para representar la estructura de la celulosa, que se ve en la Fig. 4.3.2. La estructura presenta la presencia de enlaces 1,4 β-glucopiranosos y un número excesivo de grupos OH. (Palaniappan et al., 2024)

Sl. No.	Sources	Yield (wt.%)	Density (g/cm ³)	Cellulose (%)	Reference
	Sugarcane bagasse	39.05	-	77.16	[47]
	<i>Borassus flabellifer</i> flower flower	59%	0.36	73.2	[48]
	TSMCC	44.15	1.561	90.57	[49]
	<i>Azadirachta indica</i> A. Juss	68.73 ± 1.13	1.59	96.53	[50]
	<i>Saccharum spontaneum</i>	83	-	83.33 ± 0.47	[51]
	Date palm seeds	-	-	97.3	[52]
	Coffee hull	35.05	-	79.9 ± 0.46	[34]
	Soybean hulls	-	-	83.78 ± 1.90	[53]
	Pineapple leaf	70.9–81	-	85.53 ± 2.3	[54]
	Millet	65–70	-	85.2 ± 1.9	[55]
	Peanut oil cake	-	1.58	82.3	[56]
	Rice straw	66.2–64.7	-	71.2	[57]
	Rice husks	86	-	91.92	[58]
	Walnut shell	35.36 ± 1.14	-	79.24 ± 2.51	[59]
	Napier grass	52	-	93.5	[60]
	Ficus leaf	55	-	90.6	[61]
	Corn cob	27.24 ± 2.63	-	83.13 ± 2.63	[62]
	Citrus x sinensis	67.82	1.413	70	This study

Tabla 4.3.1 Densidad y rendimiento % de muestras de celulosa de diversas fuentes



Citrus x sinensis peel cellulose chemical structure

imagen. 4.3.2 Estructura química de la celulosa CSP.

4.4 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier en modo de reflectancia total atenuada (FTIR-ATR).

En el CFE se identificaron mediante espectro FTIR, como se muestra en la Figura X. Los picos observados a 3330 cm^{-1} y 1022 cm^{-1} corresponden a las frecuencias de estiramiento de O—H y de flexión de O—H debido a la celulosa (Sathishkumar et al., 2024). El pico observado a 2925 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento C—H de la celulosa. Los resultados indican que la intensidad del pico alrededor de 1620 cm^{-1} se refiere a la humedad absorbida en la superficie de la fibra después del tratamiento con alcalina (Amior et al., 2023). En la literatura se ha registrado una intensidad máxima a 1730 cm^{-1} relacionada con la vibración de estiramiento del grupo carbonilo C=O del ácido alfa cetocarboxílico en la lignina o del grupo éster en la hemicelulosa; sin embargo, en este trabajo no se observó tal pico, lo que indica que el tratamiento con álcali facilitó la eliminación de hemicelulosa y lignina. El pico que aparece a 1425 cm^{-1} exhiben las vibraciones de estiramiento C—H y los grupos C—O presentados en el anillo aromático de la hemicelulosa. El pico agudo a 860 cm^{-1} se atribuyó al estiramiento O—C—O durante la deformación C—H de la celulosa (Sathishkumar et al., 2024).

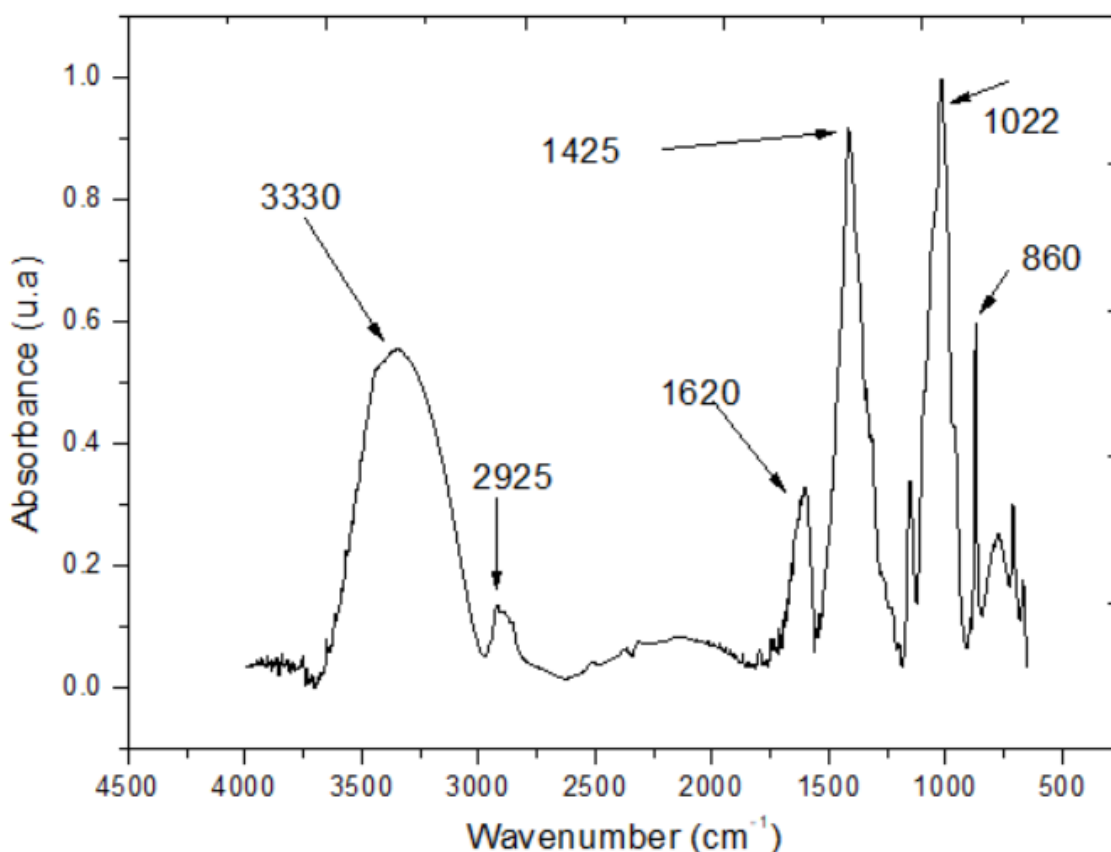


Imagen 4.4.1 X. Espectro de Infrarrojo por Transformada de Fourier de la celulosa obtenida de la cáscara de naranja.

4.5 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

El análisis térmico de fibras naturales genera información sobre su estabilidad térmica, característica crucial en la elaboración de materiales biocompuestos con fibras naturales como refuerzo, ya que podrían degradarse durante el ciclo de curado, en el caso de una matriz termofijada, o durante el proceso de extrusión, en el caso de matrices termoplásticas. La **imagen 4.5.1** muestra el termograma TGA y su curva derivada (DTG) realizado en la celulosa de las cáscaras de la naranja. Fue posible observar tres regiones de pérdida de masa durante el estudio de estabilidad térmica. La pérdida de masa inicial fue entre temperatura ambiente y 100 °C, asociada a la evaporación del agua (7.0 %) presente en el CFE. Luego, permanece térmicamente estable hasta 250 °C con una pérdida mínima de masa (3 %) a la que se inició la despolimerización térmica de la hemicelulosa. La segunda pérdida de masa se observó entre 260-400 °C, dentro de este intervalo de temperatura se registró un pico destacado a 351 °C, relacionado con la posible descomposición de la celulosa con una pérdida de masa del 58 %. La pirólisis entre 380-600 °C (degradación final) corresponde a la lignina y cera con una pérdida de masa del

11,0 %. El resto de la masa residual 16.97 % a 650 °C permaneció en la muestra. Con base en los análisis de TGA y DTG, es posible identificar que la estabilidad térmica del CFE es superior a la del fique [29], plátano [30], henequén [31], celulosa comercial [32], bambú, cáñamo, yute y kenaf. [33].

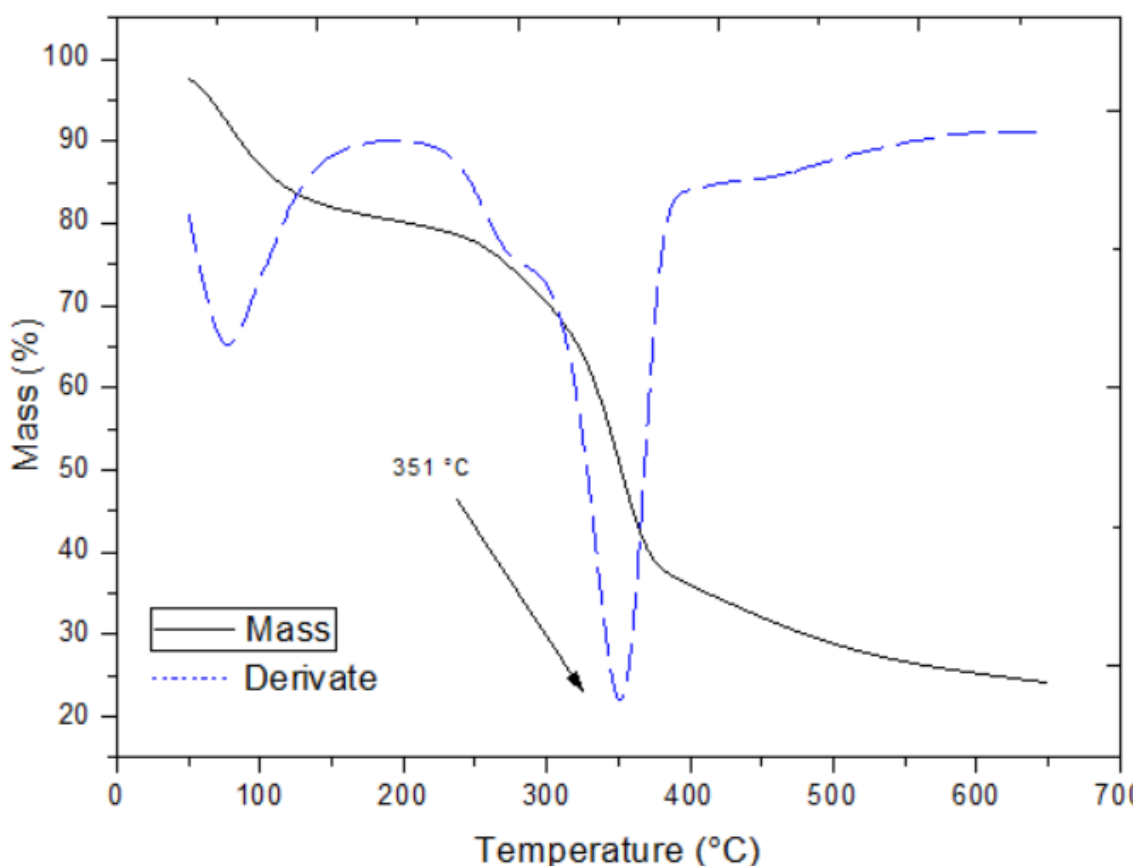


Imagen 4.5.1. Termograma TGA de la celulosa obtenida de la cáscara de naranja.

4.6 PRUEBAS MECÁNICAS

Se determinaron las pruebas mecánicas de las fibras de celulosa de la cáscara de naranja. Las propiedades fueron determinadas a partir de la prueba a tensión para una sola fibra, obteniendo una gráfica de esfuerzo - deformación. En la **Tabla 4.6.1** se muestran los resultados de las pruebas mecánicas realizadas a las fibras de celulosa, obteniendo los valores medios de 32.25 ± 4.8 MPa, 897.2 ± 45.3 MPa y 2.1 ± 0.07 % para las propiedades de resistencia a la tensión, módulo elástico y elongación a la ruptura, respectivamente. Los valores encontrados para las propiedades analizadas en esta investigación, son similares a los reportados para fibras extraídas de frutos como tamarindo, palmera y datilera, los cuales han sido propuestos como materiales de refuerzo en la preparación de

materiales compuestos. Sin embargo, se sabe que las propiedades mecánicas de las fibras naturales dependen en gran medida de su composición química [35].

Tabla 4.6.1. Propiedades mecánicas de la celulosa obtenida de la cáscara de naranja.

Fibras de Celulosa	Resistencia a la Tensión (MPa)	Módulo Elástico (MPa)	Elongación a la ruptura (%)
<i>Citrus x sinensis</i>	32.25 ± 4.8	897.2 ± 45.3	2.1 ± 0.07

4.7 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En la Figura Z se muestran las micrografías SEM de las fibras de celulosa obtenidas a partir de la cáscara de la naranja. En la figura se muestran las micrografías informa que a diferentes aumentos (imagen 4.7.1 y 4.7.2) la fibra expone una superficie cilíndrica rugosa con algunas impurezas superficiales que pueden no haberse eliminado en procesos anteriores. También se puede observar fibrilación de la fibra. La **imagen 4.7.1** a muestra haces separados que presentan diámetros similares. En la Figura 4.7.1, una micrografía presenta una fibrilla individual que muestra una disposición en forma de cinta enrevesada que se asemeja a la estructura de la celulosa. En la literatura científica se muestran reportes donde los autores exhiben una morfología plana, pequeña y rígida, similar a una varilla, lo que indica la presencia de algunos constituyentes no celulósicos dentro de las fibrillas de celulosa cuando se incrustan, como se informa en otros análisis [34]. Resultados similares han sido reportados por otros autores que han obtenido fibras celulósicas de diferentes fuentes como paja o algodón [35]. Las pequeñas grietas y poros en la superficie pueden facilitar la unión física entre la fibra y la matriz para la fabricación de material biocompuesto.

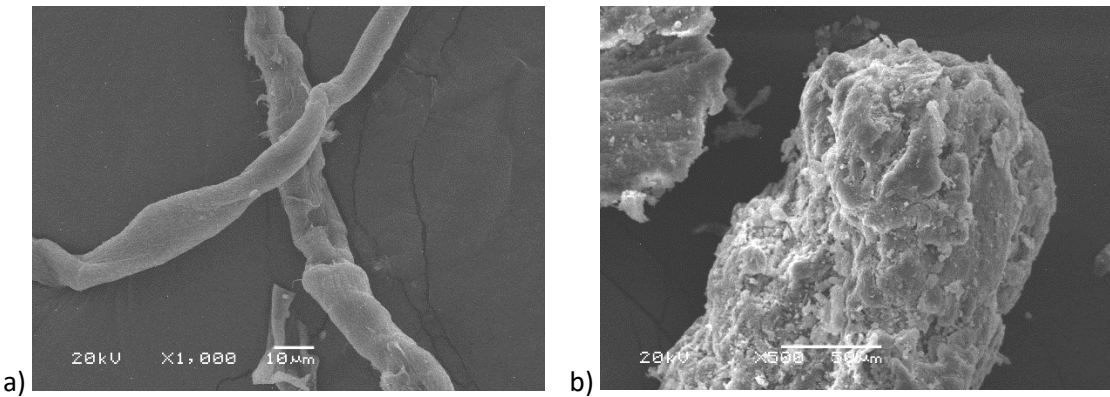


Imagen 4.7.1 y 74.7.2 Micrografías del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) de las fibras de celulosa obtenida de la cáscara de naranja.

Figure 3. Images from Scanning Electron Microscopy (SEM) of the CFE. a) 50x and b) 100x.

CONCLUSIONES

En el transcurso del proceso de este trabajo se tuvieron en cuentas el gran impacto que tiene la cascara de naranja en el medio ambiente como contaminante, la cual nos llevo a realizar una exhausta investigación sobre los componentes y características de la cascara de naranja, así mismo el resultado fue que la cascara de naranja contiene celulosa.

Con respecto al resultado de la investigación, procedimos a aplicar un método de extracción de la celulosa la cual se aplicó la hidrólisis acida, al final del proceso se realizaron las caracterizaciones la cual se aplicaron el FTIR, SEM entre otros.

Referencias bibliográficas

- [1] Cuéllar, A., & Muñoz, I. (2010). Fibra de guadua como refuerzo de matrices poliméricas. *Dyna*, 77(162), 137-142.
- [2] Maheswari, CU, Reddy, KO, Muzenda, E., Guduri, BR y Rajulu, AV (2012). Extracción y caracterización de microfibrillas de celulosa de residuos agrícolas – Cocos nucifera L. *Biomasa y bioenergía*, 46, 555-563.
- [3] Henrique, MA, Silvério, HA, Neto, WPF y Pasquini, D. (2013). Valorización de un residuo agroindustrial, la semilla de mango, mediante la extracción y caracterización de sus nanocristales de celulosa. *Revista de gestión ambiental*, 121, 202-209.
- [4] Penjumras, P., Rahman, RBA, Talib, RA y Abdan, K. (2014). Extracción y caracterización de celulosa de corteza de durian. *Agricultura y procedimientos de ciencia agrícola*, 2, 237-243.
- [5] do Nascimento, JHO, Luz, RF, Galvão, FM, Melo, JDD, Oliveira, FR, Ladchumananandasivam, R. y Zille, A. (2015). Extracción y caracterización de nanowhisker celulósico obtenido a partir de fibras de algodón desechadas. *Materiales de hoy: Actas*, 2 (1), 1-7.
- [6] Infante-Alfaro, A. (2017). Estudio del biocompuesto Ácido poli láctico-fibra de hoja de piña.
- [7] Kulandaivel, N., Muralikannan, R. y KalyanaSundaram, S. (2018). Extracción y caracterización de nuevas fibras celulósicas naturales de la planta del gandul. *Revista de fibras naturales*.
- [8] Tarchoun, AF, Trache, D. y Klapötke, TM (2019). Celulosa microcristalina de alga parda *Posidonia oceánica*: extracción y caracterización. *Revista internacional de macromoléculas biológicas*.
- [9] Moo-Huchin, V. M., Pérez-Pacheco, E., Ríos-Soberanis, C. R., Bello-Pérez, L. A., Cervantes-Uc, J. M., Dzul-Cervantes, M. A., & Estrada-León, R. J. (2019). Extraction and characterization of natural cellulosic fiber from jipijapa (*Carludovica palmata*). *Chiang Mai Journal of Science*, 46(3), 579-591.
- ¹⁰[a], V. M.-H., [b], E. P.-P., [c], C. R.-S., [d], L. A.-P., [c], J. M.-U., [b], M. A.-C., & [b], a. R.-L. (28 de December de 2018). Extraction and Characterization of Natural Cellulosic Fiber From Jipijapa (*Carludovica palmata*).
- ¹¹Aldana, Belén, S., & Lucia, P. (2019). PRODUCCIÓN DE FIBRA TEXTIL A PARTIR DE CÁSCARAS DE CÍTRICOS. *Proyecto final de grado de Ingeniería Química*.

- ¹²Bolio-López, G., Valadez-González, A., Veleza, L., & Andreeva, A. (agosto de 2011). WHISKERS DE CELULOSA A PARTIR DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES DE BANANO: *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, vol. 10, (núm. 2.), pp. 291-299.
- ¹³Carolina, C. E. (s.f.). UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MÉXICO. *Celulosa*.
- ¹⁴Cohuo, M. S. (Septiembre de 2018). Obtención y Modificación de Nanocristales de Celulosa de Residuos de Agave Tequilana Weber para la Producción de Nanorefuerzos para Poli (ácido láctico). Mérida, Yucatán, México : Centro de Investigación Científica de Yucatán, A.C. .
- ¹⁵COLORADO, J. W., & ARROYAVE, R. T. (Agostó de 2017). CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO MATRIZ TERMOESTABLE REFORZADO CON FIBRA DE GUADUA. *FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA FACULTAD DE INGENIERÍAS*. BOGOTÁ D.C.
- ¹⁶GUARNIZO FRANCO, A., MARTÍNEZ YÉPES, P. N., & VALENCIA SÁNCHEZ. (agosto de 2009). PRETRATAMIENTOS DE LA CELULOSA Y BIOMASA PARA LA SACARIFICACIÓN. *Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal*(núm. 42), pp. 284-289. Recuperado el 17 de MAYO de 2021, de <https://www.redalyc.org/pdf/849/84916714053.pdf>
- ¹⁷ISABEL, Z. C. (2014). "CONSERVADOR DE ZUMO DE NARANJA (CITRUS SINENSIS) UTILIZANDO DOSIS DE MIEL DE ABEJA Y CANELA COMO CONSERVANTE NATURAL". Recuperado el 17 de MAYO de 2022, de <https://core.ac.uk/download/pdf/157800119.pdf>
- ¹⁸M. Dzul-Cervantes, I. P.-F.-G. (30 de Abril de 2017). Using Factorial Design Methodology to Assess PLA-g-Ma and Henequen Microfibrillated Cellulose Content on. (A. Potthast, Ed.) *International Journal of Polymer Science, Volume 2017*, 14 pages. Recuperado el 20 de mayo de 2021, de <https://downloads.hindawi.com/journals/ijps/2017/4046862.pdf>

- ¹⁹Víctor M. Moo-Huchin [a], E. P.-P.-S. (28 de Diciembre de 2018). *google academico*.
Recuperado el 20 de Mayo de 2021, de Extraction and Characterization of Natural Cellulosic: <https://www.thaiscience.info/Journals/Article/CMJS/10990597.pdf>
- ²⁰ Gañán, P., Zuluaga, R., Castro, C., Restrepo-Osorio, A., Cock, JV, Osorio, M., ... & Molina, C. (2017). Celulosa: un polímero de siempre con mucho futuro. *Revista Colombiana de Materiales* , (11), 1-4.
- ²¹Amior, A., Satha, H., Laoutid, F., Toncheva, A., & Dubois, P. (2023). Natural Cellulose from Ziziphus jujuba Fibers: Extraction and Characterization. *Materials*, 16(1), Article 1.
<https://doi.org/10.3390/ma16010385>
- ²²Autor Richard Mills. (2018, octubre 23). *Fundamentos del análisis FTIR*. FOSS.
<https://www.fossanalytics.com/es-mx/news-articles/technologies/a-short-intro-to-ftir-analysis>
- ²³Bigi, F., Maurizzi, E., Haghighi, H., Siesler, H. W., Licciardello, F., & Pulvirenti, A. (2023). Waste Orange Peels as a Source of Cellulose Nanocrystals and Their Use for the Development of Nanocomposite Films. *Foods*, 12(5), Article 5.
<https://doi.org/10.3390/foods12050960>
- ²⁴Dra. Lorena Martínez De La Cruz. (s/f). Análisis Térmico. *Facultad de Química*. Recuperado el 13 de junio de 2024, de <https://quimica.unam.mx/investigacion/servicios-para-la-investigacion/usaii/analisis-termico/>
- ²⁵Francesco Bigi, Enrico Maurizzi. (2023, enero 19). *Foods | Free Full-Text | Waste Orange Peels as a Source of Cellulose Nanocrystals and Their Use for the Development of Nanocomposite Films*. <https://www.mdpi.com/2304-8158/12/5/960>
- Microscopía electrónica de barrido (SEM)*. (2020, agosto 24).
<https://atriainnovation.com/blog/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>
- ²⁶Palaniappan, M., Palanisamy, S., Khan, R., H. Alrasheedi, N., Tadepalli, S., Mani, T., & Santulli, C. (2024). Synthesis and suitability characterization of microcrystalline cellulose from Citrus x sinensis sweet orange peel fruit waste-based biomass for

polymer composite applications. *Journal of Polymer Research*, 31.

<https://doi.org/10.1007/s10965-024-03946-0>

- ²⁷Sathishkumar, T. P., Shah, M. A., Panchal, H., Sharma, K., Gopinath, R., Sanjay, M. R., Siengchin, S., Rajesh Kumar, L., & Rampradheep, G. S. (2024). Characterization of new cellulose fiber extracted from second generation Bitter Albizia tree. *Scientific Reports*, 14(1), 1693. <https://doi.org/10.1038/s41598-024-51719-y>
- ²⁸Sistemas, T. (s/f). *La Prueba de Tensión*. Recuperado el 13 de junio de 2024, de <https://tecnopol.es/actualidad/la-prueba-de-tension>
- ²⁹Ahmad E. and Luyt A., *Polym. Composite.*, 2012; 33: 1025-1032. DOI 10.1002/ pc.22236.
- ³⁰ Bolio-López G., Valadez-González A., Veleza L. and Andreeva A., *Rev. Mex. Ing. Quim.*, 2011; 10: 291-299.
- ³¹ Valadez-Gonzalez A., Cervantes-Uc J., Olayo R. and Herrera-Franco P., *Compos. Part B-Eng*, 1999; 30: 309-320.
- ³² Yang H., Yan R., Chen H., Lee D. H. and Zheng C., *Fuel*, 2007; 86: 1781-1788.
- ³² Balaji A., Karthikeyan M. and Vignesh V., *Int. J. Polym. Anal. Ch.*, 2016; 21: 599-605
- ³³ Mayandi K., Rajini N., Pitchipoo P., Sreenivasan V., Jappes J. W. and Alavudeen A., *J. Reinf. Plast. Comp.*, 2015; 34: 269-280.
- ³⁴ Das K., Ray D., Bandyopadhyay N. and Sengupta S., *J. Polym. Environ.*, 2010; 18: 355-363.
- ³⁵ Yan L., Zhao Y., Gu Q and Li W., *Front. Chem. Sci. Eng.*, 2012; 6: 282-291. 10.1007/s11705-012-0901-5.