

INSTITUTO TECNOLÓGICO SUPERIOR DE CALKINI

**“ELABORACION DE BIOPELICULAS A PARTIR DE ALMIDON DE MAIZ
(ZEA MAYS) Y CELULOSA EXTRAIDA DE LA CASCARA DE LA
NARANJA”**

TESIS PARA TITULACIÓN INTEGRAL

INGENIERÍA EN MATERIALES

**EGRESADO:
JULIA JENNIFER COOX AKE**

**DIRECTOR: DR. MARIO ADRIÁN DE ATOCHA DZUL CERVANTES
CO-DIRECTORA: DRA. SARA LUZ NAHUAT DZIB**

Calkiní, Campeche, México 2024



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



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 45463
P/06/24/556
INGENIERÍA EN MATERIALES

CONSTANCIA DE NO INCONVENIENCIA

MODALIDAD: TESIS

C. JULIA JENNIFER COOX AKE 7035
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 DRA. SARA LUZ NAHUAT DZIB, respectivamente, este Instituto consta de no tener inconveniencia para la realización del acto protocolario de titulación integral de su trabajo profesional titulado: **"ELABORACIÓN DE BIOPELICULAS A PARTIR DE CELULOSA EXTRAIDA DE LA CASCARA DE LA NARANJA Y REFORZADA CON ALMIDON DE MAIZ (ZAE MAYS)"**.

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



Dedicatoria

Quiero expresar con grata sinceridad, la dedicación a aquellos cuyas contribuciones, apoyo y perseverancia han sido fundamentales en este camino hacia la innovación y el sustento de esta obra.

Le dedico este proyecto a mí misma por el esfuerzo y aprendizaje, a mi mamá, a mis hermanos menores, a mis gatos por hacerme feliz, dándome fuerzas para seguir adelante, a mi compañera Lizzie, quien me acompañó a la planeación, desarrollo y conclusión de este logro; al Dr. Mario Adrián De Atocha Dzul Cervantes por su ayuda a mi progreso hacia la que inicio siendo una idea a un proyecto con el fin de contribuir a mi carrera en Ingeniería en materiales, le estoy agradecida.

A cada persona que realizo aportaciones, con sus ideas, ánimos, y experiencia a esta obra es un testimonio de lo que podemos lograr para mejorar nuestro entorno.

Agradecimientos.

Le estoy agradecida en primer lugar a mi Universidad, por sus instalaciones donde se desarrolló y concluyó la creación de las biopelículas a base de celulosa extraída de la cascara de la naranja, donde además por el desarrollo de mis capacidades, al Doctor Mario Adrián De Atocha Dzul Cervantes, por permitirme aprender, desarrollarme y evaluarme, ya que, sin sus consejos y dudas con dudas fui aprendiendo que primero hay que buscar las respuestas a los problemas por nosotros mismos, buscando conocimiento a través de la teoría y la práctica, logrando que se comprendan los temas que queremos aprender. Gracias de todo corazón, gracias por todo sus cuidados, todas sus ayudas, gracias por la experiencia dada, sus consejos y más... Gracias.

Agradezco a mi familia, a mi abuelita Tomasa, a mi mamá, mis hermanos menores por los que quiero demostrarles que todo se puede en la vida, lo que cuenta no es llegar primero, si no saber cómo llegar primero. Agradezco a mis pequeños mininos gatunos, esas hermosas criaturas que quisiera cuidarlos para siempre, que tengan una buena vida.

Gracias... y gracias a mí por darlo todo.

Indice

Resumen	9
Abstract	10
Introducción	11
Justificación	12
Objetivos generales y específicos	13
CAPITULO 1	14
1.1 Antecedentes	14
1.2 Marco teórico	16
1.2.1 Importancia de los plásticos biodegradables	16
1.2.2 Biopolímeros	17
1.2.3 Composición de los biopolímeros	17
1.2.4 Plásticos “Uso humano”	18
1.2.4.1 Plásticos “Ambiente y seguridad”	18
1.2.4.2 Compostaje	18
1.2.5 La química y física de los polímeros biodegradables	19
1.2.6 Clasificación de los polímeros	19
1.2.7 Propiedades físicas	21
1.2.8 Propiedades mecánicas	22
1.2.9 Procesamiento del biopolímero	22
1.3.0 Obtención de la celulosa de la cascara de la naranja	22
1.3.1 Propiedades del material procesado	23
1.3.2 Celulosa	23
1.3.2.1 Propiedades físicas y químicas de la Celulosa	24
1.3.3 Árbol de naranja	24
1.3.4 Apariencia	26
1.3.5 Métodos de elaboración de películas	26
1.3.6 Glicerina	27
1.3.7 Caracterización microestructural	28
1.3.8 FTIR	28
1.3.8 TGA	29
1.3.9 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	29
CAPITULO 2	31
Metodología	31

2.1. Materiales	31
2.2 Extracción de celulosa	31
2.3 Elaboración de películas de celulosa y almidón	31
2.4 Caracterización de Materiales	34
2.4.1 Celulosa.....	34
2.4.2 Biopelículas	35
CAPITULO 3.....	36
Resultados	36
3.1 Caracterización de las películas.....	36
3.2 Análisis de termogravimetría (TGA).....	38
3.3 Microscopía Electrónica de Barrido	40
CAPITULO 4.....	43
Conclusiones	43
Referencias bibliográficas	44

Índice de figuras

Figura 1.1.....	19
Figura 1.2.....	21
Figura 1.3.....	23
Figura 1.4.....	28
Figura 1.5.....	29
Figura 1.6.....	30
Figura 2.1.....	31
Figura 2.2.....	32
Figura 2.3.....	32
Figura 2.4.....	33
Figura 2.5.....	33
Figura 3.1.....	34
Figura 3.2.....	36
Figura 3.3.....	38
Figura 3.4.....	40

Índice de tablas

Tabla 1.1.....	25
-----------------------	-----------

Resumen

La presente investigación tuvo como objetivo realizar bioplásticos a partir de celulosa extraída de la cascara de la naranja (*Citrus x sinensis*) y almidón de maíz (*Zea mays*) para su posible uso en embalaje de alimentos. Se utilizó Celulosa como materia prima que se extrajo por la técnica de hidrólisis ácida, se obtuvo en rendimiento el 25% de celulosa de la cascara de la naranja.

En este trabajo se estudiaron las propiedades de una película biopelícula elaborada con celulosa extraída de la cascara de la naranja, almidón de maíz y glicerina. La caracterización mediante FTIR mostró que el proceso de extracción de la celulosa a partir de las cáscaras de naranja fue exitoso. Del mismo modo, esta técnica sobre las biopelículas elaboradas con TPS y celulosa, mostraron bandas de absorción atribuibles a la interacción de los grupos funcionales entre la celulosa y el almidón de maíz. La técnica de TGA, demostró que la incorporación de la celulosa a diferentes porcentajes (1%, 3% y 5%) mejoró la estabilidad térmica del almidón. La caracterización morfológica mediante micrografías SEM, mostraron una adecuada dispersión de la celulosa en las biopelículas de almidón, lo cual demuestra que la elaboración de las mismas mediante la técnica de mezclado en fundido puede dispersar estos refuerzos en la matriz adecuadamente.

Abstract

The objective of this research was to develop biofilms from cellulose extracted from orange peel (*Citrus x sinensis*) and corn starch (*Zea mays*) for possible use in food packaging. Cellulose was used as a raw material that was extracted by the acid hydrolysis technique, 25% of cellulose was obtained from the orange peel.

In this work, biofilm properties were studied. FTIR characterization showed that the cellulose extraction process from orange peels was successful. Similarly, this technique on biofilms made with TPS and cellulose showed absorption bands attributable to the interaction of the functional groups between cellulose and corn starch. TGA technique demonstrated that the incorporation of cellulose in different percentages (1%, 3% and 5%) improved the thermal stability of the starch. Morphological characterization using SEM micrographs showed an adequate dispersion of cellulose in the starch biofilms, which demonstrates that their preparation using the melt mixing technique can disperse these reinforcements in the matrix adequately.

Introducción

A través del tiempo, la demanda, y por ende, la producción de materiales plásticos ha incrementado exponencialmente, siendo elaborados principalmente con materias primas que se derivan del petróleo, y que tienen múltiples aplicaciones, desde el ámbito doméstico hasta el industrial, considerando áreas de la construcción, transporte, empaques, muebles y fabricación de envases para bebidas y alimentos. A pesar de sus múltiples aplicaciones, el uso de todos los materiales plásticos ha traído consecuencias negativas para el medio ambiente, debido a que su “tiempo de vida útil” (1-72 horas) es muy corto en comparación a su proceso de degradación, que puede superar los 100 años, lo que los ha catalogado como una de las principales fuentes de contaminación a nivel mundial. Con el fin de disminuir el impacto negativo que ha causado el uso de plásticos derivados de hidrocarburos, se han implementado estudios donde se ha logrado la producción de polímeros biodegradables; a partir, de fuentes naturales renovables y que son amigables con el medio ambiente cuyos procesos de producción no son tóxicos y que se pueden sacar provecho de sus residuos.

Por lo anterior existe la necesidad de crear nuevos materiales biodegradables mediante fuentes naturales y no convencionales, y que tengan propiedades similares a los tradicionales. En este trabajo, se realizaron biopelículas de almidón de maíz (*Zea mays*), reforzadas con celulosa extraída de la cáscara de la naranja (*Citrus x sinensis*), mediante el proceso de mezclado en fundido y se caracterizaron fisicoquímicamente.

Justificación

El uso insensato de polímeros sintéticos en la protección de alimentos presenta un problema a escala mundial, debido a que sus tiempos de degradación son muy elevados. En la actualidad existe una creciente demanda en la producción de productos biodegradables usando materiales naturales como los polímeros obtenidos de fuentes no convencionales. La naranja (*Citrus x sinensis*) es una fruta altamente utilizada en el Estado de Campeche, incluso, son industrializadas por industrias locales como “Casa Reca”, por lo que su consumo, y, por ende, sus residuos como las cáscaras pudieran representar un problema de contaminación. A partir de dichas cáscaras, puede obtenerse la celulosa, el biopolímero natural más abundante sobre la tierra, cuyas características funcionales, lo hacen un excelente candidato como refuerzo en materiales cuya aplicación potencial sería el embalaje de alimentos.

Por otro lado, el almidón de maíz (*Zea mays*), es otro polímero natural cuyas propiedades derivadas de su configuración molecular, son las mejores en comparación a otros. Por lo anterior, la celulosa extraída de las cáscaras de naranja, modificarán las propiedades fisicoquímicas de las biopelículas elaboradas con almidón de maíz, para ser utilizadas como embalaje de alimentos.

Objetivos generales y específicos

Objetivo general

Elaborar y caracterizar películas biodegradables a partir de almidón de maíz (*Zea mays*), reforzadas con celulosa extraída de la cascara de la naranja (*Citrus X sinensis*), para su posible aplicación como embalaje para alimentos.

Objetivos Específicos

- Extraer la celulosa a partir de la cascara de naranja (*Citrus X sinensis*).
- Elaborar películas biodegradables con celulosa de la cascara de naranja, almidón de maíz y glicerina.
- Caracterizar fisicoquímicamente las biopelículas.

CAPITULO 1

1.1 Antecedentes

Números estudios han explorado la variabilidad del desarrollo de los distintos materiales que se comportan o tienen las funciones básicas de películas procesadas a partir de diferentes fuentes.

En un trabajo realizaron películas de almidón de papa adicionando proteínas y estudiaron su efecto como antioxidante y antimicrobiano encontrando que tuvo un impacto en las propiedades estructurales y físicas de las películas de almidón de papa y afectó su comportamiento térmico mediante el aumento de la temperatura de transición vítrea. Ambas proteínas mostraron un cierto grado de compatibilidad con cadenas de almidón, mientras que una parte separa y migra a la superficie de la película. La incorporación de proteínas, especialmente la lactoferrina (proteína en leche) aumentó en gran medida la fragilidad de la película, independientemente del contenido de agua de la película, a pesar de que mejoro las propiedades de barrera de vapor de agua y el oxígeno; sin embargo, todas las películas fueron eficaces para reducir la oxidación de manteca de cerdo después de largos tiempos de almacenamiento. (Aguilar M.M.A. 2016).^[1]

Otro estudio tuvo por objetivo la elaboración de películas de almidón de palma de azúcar (*Arenga pinnata*) con refuerzo de sorbitol (es un polialcohol (alcohol de azúcar) que se utiliza como edulcorante, además de otorgar dulzura, es un excelente agente humectante y texturizado), este trabajo se utilizó celulosa derivada de esa planta, en mezcla de 1 a 10 % sobre la base del almidón como material para reforzar (películas compuestas y con combinación de glicerol y sorbitol, un incremento en la resistencia a la tensión y el módulo de Young, como también, la disminución en la elongación a la rotura fue observado; y la adición de 1 % de celulosa mejoró la permeabilidad al vapor de agua de las películas compuestas en un 63,53 % en comparación a las películas sin celulosa. Como se comentó previamente, una disminución en la resistencia a la tensión y un incremento en la elongación ocurre cuando se incrementa la concentración del plastificante; con la inclusión de celulosa sucedió lo contrario. (ALEMAN, María. MORALES, Lilia 2016)

En un estudio, los autores procesaron biopelículas elaboradas con cáscara de naranja y reforzadas con celulosa bacteriana, incorporando pectina y glicerina como plastificante. El contenido de pectina afectó significativamente las propiedades de las biopelículas, debido a su interacción con el glicerol. La celulosa bacteriana contribuyó a incrementar la resistencia a la tensión de las biopelículas, pero redujo su elongación, y permeabilidad, Por ello se constituye en un agente reforzante efectivo cuya producción es sencilla y segura (Alata, Huamani, Zanardi 2019).^[3]

En otra investigación, los autores elaboraron biopelículas a base de pectina de cáscara de naranja (*Citrus x sinensis*) y la caracterizaron física, química y estructuralmente (Ramos-Alvarado, M. M. 2020). Realizaron la extracción de la pectina mediante hidrólisis ácida, utilizando ácido cítrico al 0,1% y como agente plastificante glicerol a concentraciones de 3%, 4% y 5% para determinar la resistencia y rigidez óptima de la biopelícula. Se obtuvieron biopelículas flexibles, libres de poros y espacios intersticiales en la superficie del material. La biopelícula con composición de glicerol al 5% presentó características uniformes, con mejor flexibilidad y apariencia física en comparación con los de 3% y 4% (Alvarado, Cadenas, Zanardi 2020).^[4]

Otros autores (Sierra, K. S. (2021), elaboraron y caracterizaron películas biodegradables utilizando cáscara de naranja (*Citrus X sinensis*). Las películas fueron caracterizadas de acuerdo con sus propiedades fisicoquímicas. Se utilizó la metodología superficie de respuesta definiendo como variables independientes el % de almidón y de cáscara de naranja. Las variables dependientes fueron grosor, perforación, solubilidad y color. El polvo de cáscara de naranja tuvo una humedad de 7.19%, un contenido de fibra cruda de 16.92%, un índice de solubilidad de 14.90%, y un índice de absorción de agua de 15.02. Se determinó una proporción de 5.36% de almidón de maíz, 1.52% de cáscara de naranja, 87.76% de agua, 5.36% de glicerol y 0.09% de sorbato de potasio, el cual, optimiza los valores de las variables dependientes. La biopelícula desarrollada se puede utilizar para manufacturar empaques amigables con el medio ambiente para diferentes productos (Sierra, K.S. 2021).^[5]

1.2 Marco teórico

1.2.1 Importancia de los plásticos biodegradables

Las entidades gubernamentales y la sociedad han empezado a invertir en alternativas más sustentables a los problemas de contaminación por plásticos que enfrenta la población. Sin embargo, ¿sabías que los bioplásticos no son recientes en la historia de la industria plástica? Los bioplásticos actuales no son más que el regreso de 200 años de investigación e innovación.

Los plásticos son materiales orgánicos que pueden ser producidos a partir de fuentes naturales renovables (vegetales o animales) o no renovables (petróleo). Aunque erróneamente se definen a los plásticos como materiales sintéticos o semisintéticos, el término plástico en realidad hace referencia a aquel material que se puede fundir y moldear para lograr las aplicaciones deseadas.

En el siglo XV, los egipcios fabricaron pegamento a partir de la albúmina. En la Edad Media se utilizaban los cuernos de bovino tratados para la producción de diseño para linternas. Los mesoamericanos utilizaron el látex natural y caucho para hacer pelotas, contenedores y ropa a prueba de agua. En 1869, Hyatt crea el celuloide y con ello, la industria del cine y fotografía. En 1912, se obtiene el celofán, un producto que es ampliamente utilizado en la actualidad. Por otro lado, Henry Ford en los años 20 utiliza bioplásticos de soya para la fabricación de piezas de automóviles (volantes, molduras interiores y tableros).

A partir de 1926 comienza la producción de los plásticos derivados del petróleo. Esto desplazó en gran medida el empleo de los bioplásticos, ya que eran más económicos y presentaban mejores propiedades mecánicas. Para el año de 1980, se retoma la búsqueda de nuevos bioplásticos biobasados, como los polihidroxialcanoatos, compuestos de almidón termoplástico, ácido poliláctico y la producción a partir de fuentes renovables de PTT, PET, PDO y PE.

Debido a la problemática ambiental y a la decisión del consumidor por optar por materiales más sustentables, el regreso de los bioplásticos es el centro de atención, pero esta vez apoyado por iniciativas tanto políticas como económicas.

Actualmente, la comunidad científica ha reconocido tres clases de bioplásticos biobasados o biodegradables y aquellos que son tanto biobasados como biodegradables. Sus aplicaciones dependerán del propósito del producto final o el mercado al que se quiera llegar (Penko 2021). [6]

1.2.2 Biopolímeros

Son polímeros capaces de desarrollar una descomposición aeróbica o anaeróbica por acción de microorganismos tales como bacterias, hongos y algas bajo condiciones que naturalmente ocurren en el medio ambiente denominado biosfera. Además, los plásticos biodegradables que se biodegradan en condiciones de una planta de compost se denominan compostables, definiéndolos como biodegradables. Sin embargo, no todos los plásticos biodegradables son compostables. Esto depende de las condiciones del compost, del tiempo y de si se trata de plantas de compost industriales o domésticas. A diferencia de los plásticos biodegradables, el plástico convencional solo se degrada por la acción de los rayos ultravioletas del sol. Con el paso del tiempo, se fragmenta en pequeñas partículas, los micro plásticos, que no experimentan cambios en su composición y que, por tanto, no pueden ser digeridas por los seres vivos (Penko 2021).^[6]

Bioplásticos basados en almidón

En la industria, actualmente encontramos plásticos fabricados con almidón proveniente de distintas materias primas vegetales como la yuca, el maíz, el aguacate y la papa, los cuales se empezaron a desarrollar en búsqueda de disminuir el impacto ambiental que están generando los plásticos de un solo uso.

Bioplásticos basados en celulosa

Los plásticos basados en la celulosa sacan provecho del principal constituyente de las paredes celulares de las plantas, el cual es el polímero natural más abundante de la Tierra y constituye una fuente casi inagotable de materia prima, por medio del proceso llamado hidrossetting. La celulosa se forma por la unión de moléculas de β -D-glucosa mediante enlaces β -1,4-Oglucosídico, la cual, al hidrolizarse totalmente se convierte en glucosa. La celulosa es una larga cadena polimérica de peso molecular variable. En la ilustración 3 se muestra la molécula correspondiente a la celulosa (Penko 2021).^[6]

1.2.3 Composición de los biopolímeros

El polímero común es una macromolécula formada por repeticiones de pequeñas unidades estructurales, conocidas como monómeros. En el polímero biodegradable producido por seres vivos, tales como péptidos, polisacáridos, ARN y ADN, las unidades monoméricas son nucleótidos, aminoácidos y azúcares. El maíz, que produce almidón, y la caña de azúcar, que produce celulosa, son fuentes que originan tipos de polímeros

biodegradables. Además, hay otras fuentes que tienen una vida más corta que los fósiles, como el petróleo, que tarda muchos años en formarse (Penko 2021).^[6]

1.2.4 Plásticos “Uso humano”

En los últimos tiempos, muchos países han optado por buscar alternativas que reemplacen a los plásticos comunes, un claro ejemplo es USA, que ha realizado alianzas sobre realizar plásticos a partir de cultivos agrícolas, ya que éstos representan un costo menor que a los obtenidos de derivados de petróleo. Revisando la historia, el bioplástico inicial fue descubierto en 1925, que fue creado por microorganismos como reserva de carbono y energía, los cuales, al ser alejados de la célula brindan características muy parecidas a los creados con petróleo. Los bioplásticos son materiales que en la actualidad se utilizan en diversos campos como son: envases alimenticios, cosméticos, bolsas, bandejas, botellas; en el mercado del mundo de los bioplásticos se destacan los envases rígidos principalmente y en el ámbito de salud, no han sido muy utilizados. En la presente investigación, se pretende dar una nueva idea, para empaques farmacéuticos, que brinden las condiciones necesarias para medicina y también que ayude al medio ambiente con su fácil y rápida degradación.

1.2.4.1 Plásticos “Ambiente y seguridad”

La contaminación ambiental es la presencia de componentes nocivos, ya sean químicos, físicos o biológicos, en el medio ambiente, que supongan un perjuicio para los seres vivos que lo habitan, incluyendo a los seres humanos. La contaminación ambiental está originada principalmente por causas antropogénicas, por lo que ha aumentado considerablemente con el aumento de la población humana y el incontrolable avance del desarrollo industrial, provocando un desequilibrio en el medio ambiente ante distintos contaminantes físicos, químicos y biológicos (Penko 2021).^[6]

1.2.4.2 Compostaje

El compostaje (Figura 1.1) es una técnica mediante la cual se crean las condiciones necesarias para las que a partir de residuos orgánicos los organismos descomponedores fabriquen un abono de elevada calidad. Este proceso ayuda a reducir la cantidad de basura que acaba en vertedero o incineradora cerrando el ciclo de la

materia orgánica, obteniendo un abono de elevada calidad para las plantas, sin ningún tipo de producto químico (Penko 2021).^[6]



Figura 1.1: Compostaje en espacios reducidos. (s/f). fuente: <https://www.educ.ar/recursos/155338/compostaje-en-espacios-reducidos>.

1.2.5 La química y física de los polímeros biodegradables

Los biopolímeros y polímeros sintéticos biodegradables presentan buenas propiedades fisicoquímicas que les confieren un sin fin de aplicaciones; sin embargo, estas propiedades no son lo suficientemente buenas como las que tienen los polímeros convencionales. Es por lo que la mezcla o la copolimerización de estos sistemas produce sensibles mejoras de las propiedades mecánicas y biodegradabilidad. Los principales biopolímeros utilizados comercialmente son: celulosa, almidón, ácido poliláctico y quitina-quitosano. Las mezclas más usadas son las obtenidas entre polisacáridos y poliésteres alifáticos (PCL, PLA). Entre sus aplicaciones sobresalen las áreas de ingeniería de tejidos, liberación controlada de medicamentos, empaques y han tomado un papel importante en ciertas aplicaciones tecnológicas (Moreno, N. 2023).^[7]

1.2.6 Clasificación de los polímeros

Los polímeros biodegradables se clasifican en dos grupos principales: polímeros naturales y polímeros sintéticos, y se pueden describir 4 categorías distintas:

- 1- Los polímeros naturales que son extraídos de la naturaleza, como la celulosa, almidón y proteínas. El almidón es un termoplástico altamente hidrofílico que es utilizado comúnmente como aditivo para mejorar la biodegradabilidad.
- 2- Los Polímeros naturales modificados como el acetato de celulosa el cual se emplea para aplicaciones más específicas como la fabricación de explosivos, propulsores para cohete y como materia prima en la elaboración de pinturas, barnices, lacas, tintas, selladores, etc.

- 3- Polímeros sintéticos, que son representados por la familia de plásticos comunes en la industria actual.
- 4- Los materiales compuestos, que combinan partículas biodegradables y se usan para aquellas aplicaciones donde se busca aumentar el grado de biodegradabilidad de un polímero sintético.

A continuación, describiremos algunos de los polímeros biodegradables naturales y sintéticos más representativos.

Polímeros naturales (biopolímeros)

Los polímeros naturales son todos aquellos cuyos monómeros son derivados de productos de origen natural, Puesto que los polímeros naturales son producto de reacciones enzimáticas llevadas a cabo por seres vivos, estos son susceptibles a la degradación por sistemas biológicos o químicos (siendo perfectamente compostables). Debido a la alta demanda de los polímeros y al incremento de la conciencia ambiental alrededor del mundo, los polímeros naturales han despertado el interés de muchos científicos. Entre las clasificaciones más generales de los polímeros naturales se encuentran los derivados de polisacáridos y de proteínas tanto de origen animal como vegetal. Entre los polímeros naturales derivados de polisacáridos más importantes se encuentra la celulosa, el almidón, la quitina y el quitosano y entre los derivados de proteínas se encuentra el colágeno.

Polímeros sintéticos biodegradables

Mientras que los polímeros naturales poseen ventajas en cuanto a bioactividad, capacidad de unión de ligandos a receptores de células, mayor degradación proteolítica desencadenada por las células, entre otras; los polímeros sintéticos son en su mayoría, biológicamente inertes, poseen propiedades predecibles, son uniformes y pueden ser elaborados con propiedades únicas para aplicaciones específicas, superando así las ventajas de los polímeros naturales. Las características descritas anteriormente pueden ser contempladas en las estructuras de algunos de los polímeros biodegradables que se utilizan actualmente.

Dentro de los polímeros sintéticos biodegradables, los más representativos son los poliésteres, polianhídridos, poliuretanos, poliésteramidas, entre otros.

Ácido poliláctico (PLA)

El PLA (Figura 1.2) pertenece a los poliésteres alifáticos; se obtiene a partir de ácido láctico (ácido 2- hidroxipropanóico) mediante polimerización por apertura de anillo del

dímero cíclico del ácido láctico y por policondensación, sin embargo con este último método se obtienen polímeros de bajo peso molecular; la polimerización de los isómeros L-D del ácido láctico producen polímeros con un 40% de cristalinidad, mientras que la polimerización de mezclas racémicas produce polímeros amorfos con menor resistencia mecánica (Moreno, N. 2023).^[7]

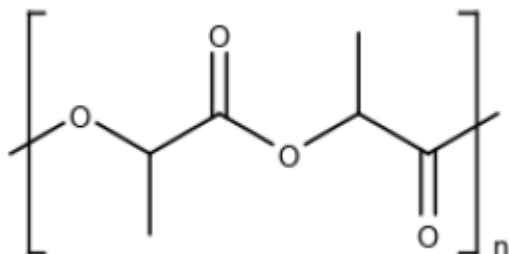


Figura 1.2: Acido poliláctico, fuente: Rodríguez-Alba

De los materiales sintéticos biodegradables, el PLA es uno de los que presentan mayor potencial para sustituir a los polímeros convencionales por sus excelentes propiedades físicas y mecánicas ya que puede ser utilizado como material rígido o flexible y copolimerizarse con otros materiales; de esta forma el PLA es un material altamente versátil con el que pueden elaborarse diferentes formulaciones y por lo tanto tiene múltiples aplicaciones en medicina y en industria alimentaria, textil, cosmética y otras más; su mayor importancia está en la medicina ya que tiene la capacidad de ser asimilado por el organismo por lo que es utilizado en suturas para cirugía, ortopedia, ortodoncia, oftalmología, traumatología y funciona como soporte para el suministro controlado de numerosos medicamentos (Moreno, N. 2023).^[7]

1.2.7 Propiedades físicas

La caracterización física determina las propiedades de absorción, apariencia, forma de un material. Una de las características que más resaltan en el ámbito de los materiales plásticos y bioplásticos es la permeabilidad al vapor de agua; esta mide la transmisión del vapor de agua en los materiales, así como el índice de rendimiento de los materiales para envases.

1.2.8 Propiedades mecánicas

En muchos de los polímeros se emplea los ensayos mecánicos, como la técnica de tensión conocido como esfuerzo deformación. Las propiedades mecánicas de los polímeros son altamente sensibles a la velocidad de deformación, a la temperatura y a la naturaleza química del medio (presencia de agua, oxígeno, disolventes orgánicos, etc. Si una carga axial que cambia con el tiempo de manera relativamente lenta es aplicada uniformemente sobre una superficie transversal o sobre la superficie de una pieza, el comportamiento mecánico puede estimarse mediante un simple ensayo de esfuerzo deformación.

1.2.9 Procesamiento del biopolímero

Se puede divide en dos áreas amplias. El primero es el procesamiento del polímero en alguna forma, como gránulos o polvo. El segundo tipo describe el proceso de convertir materiales poliméricos en artículos útiles de formas deseadas.

1.3.0 Obtención de la celulosa de la cascara de la naranja

La celulosa que se usó en la elaboración de las películas biodegradables a base de cascara de la naranja, se procesó de la siguiente forma. En primer lugar, se adquirió y selecciono las cascaras de naranja para su procedimiento por la técnica de hidrolisis acida, en la que se hizo uso de pequeños porcentajes:

Se dispone el 1 % Ácido sulfúrico (7.5 ml) por cada 1000 ml de agua destilada, para luego ser hervida junto a las cascaras de naranja, con el fin de separar las fibras de la cascara. Posterior se realiza la medición de pH (neutro 7) de la pasta que se ha obtenido, para ser enjuagada con agua limpia. Por siguiente la etapa de la cloración donde se usa el 10% de hipoclorito de sodio por 1000 ml de agua destilada, con el fin eliminar los componentes innecesarios de la pasta, como lo es la lignina la cual se adhiere a la celulosa, provocando que este tenga algunos fallos en el producto final, este se sumerge y Agitan las fibras vigorosa y manualmente con ayuda de un “mazo” dentro de la solución hasta alcanzar un pH de 9.2. y posterior lavarlo y alcanzar el pH requerido. La siguiente etapa es la extracción alcalina, se Prepara una solución de hidróxido de sodio al 30% p/v. Esto es 300 gr de NaOH por cada 1000 ml de agua. Donde la pasta pierde componentes y ablanda las fibras. Al final se realiza la etapa del blanqueo de la fibra que se dio como resultado de la etapa 3. Se adquiere en peso mojado entre el 3 y 4%

de celulosa, en estado seco es el 1% de celulosa (Rodriguez, Bernal, Gaitan, Godoy).
[8]

1.3.1 Propiedades del material procesado

La celulosa extraída de la cascara de la naranja presenta fibra y polvo, la celulosa seca muestra que el polvo es de color amarillo pálido. Antes del proceso de molienda, por siguiente se realiza el tamizado por la malla no. 200, dejando polvo más fino con el que se elaboraron las películas biodegradables.

1.3.2 Celulosa

La celulosa (Figura 1.3) es un monopolisacárido compuesto (constituido por un solo monosacárido) que se encuentra formado exclusivamente por la unión de 3 moléculas de glucosa tipo D consecutivas con enlaces 1-4 piranósido, pudiendo establecerse puentes de hidrógeno en las posiciones 1 y 6 y aumentar así la resistencia. Es la biomolécula orgánica más abundante ya que constituye la mayor parte de la biomasa terrestre, se encuentra en las paredes de las células de las plantas, se lo considera como un polímero natural y cuyo peso oscila entre los varios cientos de miles.

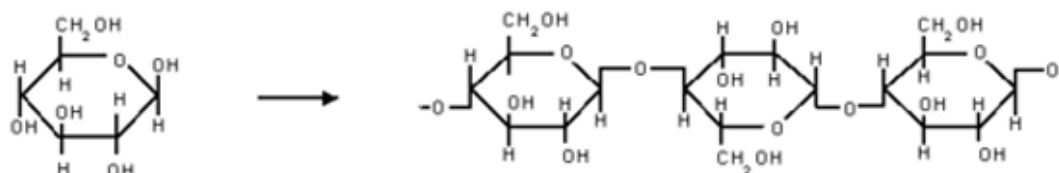


Figura 1.3: Molécula de la celulosa

La celulosa al ser un monosacárido formado por glucosa presenta propiedades o características similares a los de la amilasa del algodón (parte no ramificada), sin embargo, presenta diferencias marcadas en varias propiedades como: Solubilidad: Retiene en mínima cantidad el agua. Forma de las fibrillas: son rectas a diferencia de las espirales que forma la amilasa. No se hidroliza con la maltasa. Digestión: no la pueden digerir los mamíferos.

Estas diferencias se deben a un cambio químico que se produce en el anómero de la glucosa que forma la celulosa ya que se encuentra en posición beta, al contrario de la amilosa. Este cambio da como resultado que la celulosa posea una estructura mucho

más rígida y compacta, por lo que se pueden formar fibrillas estabilizadas por puentes de hidrógeno.

1.3.2.1 Propiedades físicas y químicas de la Celulosa

La celulosa presenta propiedades físicas y químicas relevantes en el momento en que sea utilizada como papel. Por lo cual se miden las siguientes características: Volumen específico o Bulk: Es recíproca a la densidad, es decir, el volumen en cm^3 de un gramo de celulosa, es equivalente a la densidad aparente cuando se trata de papeles voluminosos donde se utiliza el término BULK, están estrechamente relacionadas entre sí. En general se escogen fibras con alto volumen específico ya que así se puede obtener una hoja de igual espesor con menor peso. Índice de Tensión. Se realiza en el papel elaborado con el tipo de celulosa estudiada, para medir la resistencia a la tracción o la oposición al corte que presenta el papel. Contenido de finos: Se refiere a la cantidad de elementos que no son fibra en la celulosa. Viscosidad: Es la fricción interna que presenta una mezcla de agua con fibras de celulosa. Indica el grado de polimerización o largo de las cadenas de fibra de celulosa (Rodríguez, Bernal, Gaitan, Godoy) ^[8]

Entre otras propiedades podemos encontrar:

- Índice de Rasgado
- Drenabilidad
- Cenizas
- Penetración o absorción
- Refinado y Escuadrado
- Largo de fibras
- Contenido de Distribución
- Porosidad
- Flexibilidad y Dureza

1.3.3 Árbol de naranja

Árbol

La naranja es el fruto del árbol de naranjo, tanto dulce como amargo perteneciente a la familia de las Rutáceas, género Citrus, especie *Citrus x sinensis*. Un árbol de tamaño pequeño sensible a las bajas temperaturas y con un alto requerimiento de agua y luz, para poder florecer y madurar sus frutos. En las grandes plantaciones se recorta los tallos y se deja ramificar en tres alturas desde los 50 cm y 80 cm. Posee hojas perennes de limbo grande, alas pequeñas y espinas no muy acusadas por lo general en los meses de marzo empieza la brotación y floración en concordancia con los periodos de mayor incremento de temperatura. Las flores también llamadas “Azahar” son muy conocidas por su agradable aroma y se pueden encontrar tanto solas como en grupos, rodeadas

o no por hojas y en particular las que presentan forma acampanada son las que mejores frutos producen.

Fruto

La naranja es un fruto redondo, de color amarillo anaranjado excepto en las especies de pulpa roja, se lo consume de forma mayoritaria en invierno, aunque se la puede encontrar durante todo el año. El fruto está constituido por sacos llenos de zumo. El cual se extrae para ser consumido en fresco, además se utiliza para consumirla cruda y para realizar compotas o mermeladas en incluso para consumirla deshidratada, etc. En la industria se extrae principalmente el zumo de naranja, plátano y manzana como los productos más consumidos a nivel mundial. En los últimos tiempos se ha dado impulso a la extracción de sus aceites naturales para varias aplicaciones en industrias como: cosmética y de perfumería.

Corteza

La corteza o piel de la naranja se conforma principalmente de componentes con naturaleza terpénica (monóterpenos y aldehídos), el componente más abundante es el Limoneno que varía entre 76% y 94.5%. El linanol y mirceno también se encuentran en concentraciones elevadas, seguido de éstos se encuentra otro monoterpeno carbonilo-carbona que es producto de la oxidación ácida del limoneno, α -terpineol y valanceno, contenidos en la cera cuticular. Entre los aldehídos podemos encontrar: octanal, decanal y nonanal. Cuyas concentraciones aumentan con el estado de madurez. En la naranja, los sólidos solubles se componen principalmente de azúcares. A medida que la naranja madura, el contenido de azúcares en la fruta se incrementa y el contenido ácido disminuye. En consecuencia, la relación (SST/AT) tiende a incrementarse durante la madurez del fruto. El contenido de azúcares en la maduración de la naranja puede variar entre 7 y 12 %. maneja una variación de contenido de azúcares de 7.17 a 10.72 g por cada 100 ml de jugo. El contenido de ácido también varía gradualmente a medida que transcurre la maduración del fruto, en este caso disminuyendo de un 1.2 a un 0.7 %. En la maduración se presentan cambios debido a constantes reestructuraciones tanto químicas como metabólicas de los ácidos orgánicos y azúcares que intervienen con características como: olor, color, sabor y textura. La caracterización proximal de la corteza del fruto fresco arrojó los siguientes datos (Criollo G.P. 2018).^[9]

Tabla 1.1: Análisis Proximal de la Cáscara de naranja fresca.

Parámetro	%
Humedad	65
Proteína	1,65
Cenizas totales	1,60
Grasa cruda	4,0
Fibra cruda	10,86

1.3.4 Apariencia

Uno de los principales factores que determina la aceptabilidad de las películas por parte del consumidor son sus propiedades visuales, por lo que diferentes técnicas, tanto subjetivas como objetivas, son utilizadas para la determinación de ciertos parámetros y caracterizar de esta manera las propiedades ópticas de las películas.

Entre las propiedades visuales de las películas más importantes a destacar se encuentra: color, opacidad, brillo y grosor. El color comúnmente es medido empleando un colorímetro; por otro lado, la opacidad suele ser determinada por espectrofotometría y es una propiedad crítica para considerar si la película se va a utilizar en una superficie de los alimentos.

Las películas de polisacáridos son típicamente incoloras, en comparación con la de las películas a base de proteínas como por ejemplo de suero de leche, las cuales pueden resultar de una coloración amarillenta. Además, las películas de polisacáridos están libres de muchos de los problemas asociados con películas de proteínas y lípidos, como reacciones de Maillard y reacciones de oxidación (Casaurang, Peraza, Cruz 1990) ^[10]

1.3.5 Métodos de elaboración de películas

Existen distintos métodos para elaborar películas y recubrimientos a base de biopolímeros, entre los cuales se encuentra el método de vaciado en placa o casting, inmersión, aspersión y extrusión. El método de vaciado en placa es el más común, el vaciado puede llevarse a cabo llevando un control del espesor de la película o vertiendo la solución filogénica en la placa de la película. El método de vertido consiste en colocar la solución filmogénica en los recipientes, dentro de un área perfectamente nivelada para que posteriormente se pueda secar.

El proceso de secado es una etapa importante en la formulación de películas. Los parámetros principales que influyen en el secado son el tiempo y la temperatura, influyendo en la cristalinidad y propiedades mecánicas de la película. Un secado rápido de soluciones filmogénicas limita las asociaciones intermoleculares dentro de la estructura de la película, ya que la movilidad de las cadenas poliméricas está restringida cuando la cantidad del solvente disminuye. Un secado rápido puede causar fracturas, deformaciones u ondulaciones de la película.

Por otra parte, el proceso de inmersión consiste en sumergir el alimento a conservar en la solución filogénica por determinado tiempo, posteriormente viene el proceso de secado. Las películas generadas por el proceso de aspersión son aplicadas en capas uniformes y delgadas que las obtenidas por inmersión. La aspersión es más utilizada cuando se quiere proteger el alimento o colocar más de una capa a la superficie de éste.

La obtención de películas de almidón implica la desestructuración de los gránulos y la liberación de los polímeros, a fin de que puedan reorganizarse sus cadenas de una forma ordenada capaz de formar una matriz polimérica con adecuadas propiedades mecánicas y funcionales. Esto puede conseguirse mediante procesado en húmedo (extensión y secado de dispersiones formadoras de película: casting) o termoprocesado de almidón en presencia de plastificantes, principalmente glicerol (procesado termoplástico) (Solis, S.I. 2016).^[11]

1.3.6 Glicerina

La glicerina, también conocida como glicerol, es un tipo de alcohol que se encuentra en las grasas animales y aceites vegetales junto con otros ácidos grasos, como el palmítico, oleico, esteárico, entre otros que, en combinación, forman moléculas de triglicéridos y fosfolípidos, sustancias que intervienen en los procesos de transferencia de tejido adiposo y glucosa entre diversos aparatos del organismo y que forman parte de las membranas celulares, por lo que son indispensables en los procesos metabólicos.

Se trata de un compuesto químico dulce y viscoso cuyo nombre proviene del griego “glykos” que significa dulce. Su fórmula química es $C_3H_8O_3$, es un compuesto que ha sido utilizado desde la antigüedad como ingrediente fundamental del jabón, cuando los fenicios difundieron la fabricación de este producto alrededor del año 600 a.C.

1.3.7 Caracterización microestructural

Las microestructuras de los materiales modernos son cada vez más complejas y no muy uniformes. Por lo que es necesario el desarrollo de nuevas herramientas que permitan realizar una caracterización más profunda y fiables de la estructura de los materiales. Es necesario el uso de algunas de las técnicas microscópicas si deseamos estudiar la gran variedad de morfologías y estructuras de materiales poliméricos, es decir, desde los tamaños y formas hasta su estructura cristalina.

Las técnicas que son usualmente empleadas en investigación de biopelículas para la caracterización de su microestructura y topografía, entre las cuales destacan:

Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

1.3.8 FTIR.

Es una de las herramientas más usadas en los laboratorios de análisis de aceite. Su principal valor reside principalmente en que es una prueba donde el instrumento es la base de toda la prueba (no se requiere de una preparación de la muestra o química húmeda), se ejecuta rápidamente y es capaz de detectar simultáneamente varios parámetros, incluyendo agua, combustible, glicol, oxidación, hollín y algunos aditivos. De hecho, desde el punto de vista de su valor, parece la solución ideal para proporcionar análisis rápidos y económicos (Noria, C. 2014) ^[12]



Figura 1.4 Equipo de espectro de infrarrojo por transformada de Fourier.

1.3.8 TGA.

El análisis termogravimétrico (TGA) (Figura 2.8) se usa para caracterizar las propiedades físicas y químicas de los materiales, en función de la temperatura en una atmósfera controlada de forma precisa. Este método proporciona información valiosa para el control de calidad, el desarrollo y la investigación. Las áreas de aplicación incluyen los termoplásticos, elastómeros, termoestables, metales y cerámica, así como una amplia gama de análisis en las industrias química, alimentaria, farmacéutica y de la construcción. Un instrumento de TGA/DSC es aún más versátil porque combina un TGA con una DSC. El sistema puede acoplarse en línea a un espectrómetro de masas o FTIR para identificar la naturaleza de productos gaseosos desprendidos. En combinación con un generador de humedad, también puede utilizarse para estudiar los procesos de sorción (Mettler-Toledo 2022).^[13]



Figura 1.5. Instrumento para análisis termogravimétrico.

1.3.9 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Microscopio de barrido de electrones (SEM) permite observar y caracterizar materiales orgánicos e inorgánicos a escala nanométrica (nm) o micrométrica (μm). Debido a que esta técnica posee la característica de obtener imágenes en tres dimensiones de las superficies de una muy amplia gama de materiales ha obtenido gran popularidad en los últimos años. Su principal uso es para obtener imágenes topográficas del rango de 10x-10000x de aumento (Goldstein et al., 2012).

En SEM, el área a ser examinado (el microvolumen a analizar) se irradian con un haz de electrones finamente enfocado, que puede ser barrido en una trama a través de la superficie de la muestra para formar imágenes o puede ser estático para obtener un análisis en una posición (Goldstein et al., 2012).

El SEM es un instrumento versátil para el análisis de las características microestructurales en películas muy finas, pues una de las razones más importante para emplear esta técnica, es la alta resolución que puede obtenerse cuando se examinan las muestras, ya que pueden proporcionar una resolución instrumental del orden de 1-5

nm (10-50Å). Otra característica importante de este instrumento es la gran profundidad de campo, que es responsable del aspecto tridimensional de la imagen de la muestra. Mientras mayor profundidad de campo se posea, se proporciona mayor información sobre la muestra (Criollo, G.P. 2018).^[9]

Utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Es un instrumento (Figura 2.7) que permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos y orgánicos. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra (Mansour, Tzetzis 2020) ^[19]

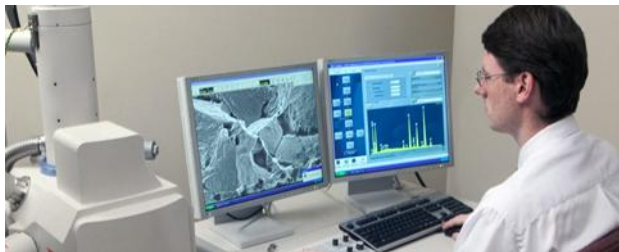


Figura 1.6 Realización de prueba SEM

CAPITULO 2

Metodología

2.1. Materiales

2.2 Extracción de celulosa

Para la obtención de las fibras de celulosa a partir de la cáscara de naranja, se utilizó el método de hidrólisis ácida (Casaurang, Peraza, Cruz 1990) ^[10] y otros (Muñoz, E.J. 2017) ^[22]; (Dzul-Cervantes, Herrera, Tabi 2017) ^[23] y que consta de cuatro etapas: hidrólisis ácida, cloración, extracción alcalina, blanqueo. Cortar las cáscaras en forma longitudinal, en filamentos que sean de aproximadamente 2 mm de ancho se cortan los filamentos desfibrados en segmentos de 1 cm de longitud para posteriormente pesar 50 gramos de la cáscara.

Para la primera etapa, se preparó una solución de ácido sulfúrico al 1% y se sumergieron los 50 gramos de las cáscaras en la solución de ácido sulfúrico para después calentar hasta que comience a ebullición y esperar durante una hora. Para la segunda etapa, se preparó una solución de hipoclorito de sodio (CLORALEX) al 10% para posteriormente sumergir las fibras que se lavaron. Se agitaron las fibras vigorosa y manualmente hasta alcanzar un pH de 9.2. Para la etapa 3, se preparó una solución de hidróxido de sodio al 30% p/v y en esta solución se sumergieron las fibras tratadas en la segunda etapa, durante tres horas con agitación mecánica constante en un reactor batch a 1200 rpm. En la etapa cuatro, se preparó una solución de hipoclorito de sodio (CLORALEX) al 5% para sumergir las fibras durante una hora con agitación mecánica constante en un reactor batch a 1200 rpm. Entre cada etapa se lavaron las cáscaras y las fibras con la finalidad de eliminar el reactivo residual.

Posterior a la extracción de las fibras de celulosa por el método de extracción alcalina, se caracterizaron fisicoquímicamente por medio de la técnica de Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier en Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

2.3 Elaboración de películas de celulosa y almidón

Lo primero que se realizó fue pesar la celulosa, el almidón y la glicerina.

- 2 gr de almidón

- 1%, 3% y 5% de celulosa de naranja
- 1.6 de glicerina
- Seguidamente encender el equipo ultrasónico y programar la temperatura a 90 °c, una vez pesado el almidón y la glicerina con ayuda del vaso precipitado de 250 ml, se le verterá a cada vaso 100 ml de agua destilada y con ayuda del agitador de acero se mezcla hasta disolver correctamente.
- Seguidamente se vaciará la solución líquida en el matraz aforado de 100 ml llegando a su nivel indicado, se procesa agitar y se vierte nuevamente en el vaso precipitado de 250 ml.



Figura 2.1: Matraz de 100 ml conteniendo la solución de celulosa, almidón y glicerol.

- Una vez que se vació en el vaso precipitado de 250 ml se procedió a mezclar con la ayuda de la mosquita y el equipo agitador magnético. Cuando ya esté completamente mezclado las tandas de los vasos precipitados de 250 ml se procede a meter en el equipo termobañó, teniendo en cuenta que la temperatura este registrada a los 90 °c.
- Cuando ya se encuentre en el equipo termobañó, uno de los vasos precipitados de 250 con toda la solución le sumergimos el termómetro y esperamos a que la temperatura incrementé a los 90 °c.
- Una vez que la temperatura alcanzo los 90 °c se procedió a retirar cada uno de los vasos precipitados de 250 ml con la solución y se agito en el equipo agitador magnético por cada 5 min por tres veces, para que después se vuelva a introducir al equipo termobañó.



Figura 2.2: Mezcla de la solución en placa

- Cuando ya estén las tres tandas agitadas se procede a introducir los vasos precipitados de 250 ml en el equipo ultrasónico por 10 min.
- Cuando el equipo ultrasónico se detenga es decir se termine los 10 min programados, se procede a limpiar, lavar y secar las charolas de aluminio para que seguidamente se le aplique el polisil esto ayudara a que no se peguen las películas.



Figura 2.3: Matraz con la solución de celulosa y almidón, para ser introducido en el equipo ultrasónico.

- Seguidamente se procede a vaciar la solución líquida preparada en las charolas de aluminio, cuidando siempre que no tengan grumos en las charolas, si es que tiene grumos se le retira con la ayuda del agitador de acero.
- Por último se procede a introducir al horno de convección mecánica a 40 °c por 19 hrs. Y una vez seca las películas se desmolda con cuidado para después almacenarlas en las bolsas ziploc.



Figura 2.4: charolas con la solución celulosa-almidón-glicerina.



Figura 2.5: Producto final, película biodegradable.

2.4 Caracterización de Materiales

2.4.1 Celulosa

Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

La celulosa extraída de la cáscara de naranja se caracterizó mediante Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier. Los espectros FTIR se utilizaron para determinar la presencia de grupos orgánicos funcionales en la estructura de la celulosa. Se analizaron tres muestras en un equipo Nicolet 8700 bajo modo de Reflectancia Total Atenuada, en un intervalo de número de onda entre $4000\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ y 100 barridos a una resolución de 4 cm^{-1} . (Moo, Perez, Rios, Cervantes, Leon, 2019)^[24]

2.4.2 Biopelículas

Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

Las biopelículas elaboradas con almidón de maíz y celulosa fueron caracterizadas mediante Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier. Los espectros FTIR se utilizaron para determinar la interacción de grupos orgánicos funcionales entre la celulosa y el almidón. Se analizaron tres muestras en un equipo Nicolet 8700 bajo modo de Reflectancia Total Atenuada, en un intervalo de número de onda entre 4000-650 cm^{-1} y 100 barridos a una resolución de 4 cm^{-1} .

Análisis Termogravimétrico (TGA)

La estabilidad térmica de cinco muestras de las biopelículas se analizó utilizando un instrumento Perkin-Elmer TGA-7 estableciendo un intervalo de temperaturas de 30 a 700 °C en una atmósfera de nitrógeno de 50 ml/min y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La morfología de la superficie de las biopelículas se observó en tres muestras empleando un microscopio electrónico de barrido JEOL, modelo JSM-5900 LV. Las micrografías se obtuvieron utilizando un valor de voltaje entre 20 y 25 KV. (Moo, Perez, Rios, Cervantes, Leon, 2019)^[24]

CAPITULO 3

Resultados

La composición de la celulosa obtenida de las cascara de la naranja se comparó con la literatura estudiada, ya que la extracción se realizó a menor cantidad dada a la literatura. A pesar de contar con procesos con similitudes como el método de Casting y el método de Kraft, que realizaron sus procesos a mayor cantidad de productos. Donde hicieron uso de la cantidad del aproximado de 1000 gramos de cascara de naranjas y los reactivos a un porcentaje un poco más alto, obtuvieron desde el 40% al 70% de celulosa, mientras que la cantidad usada en este proyecto fue menor (70 gramos de cascara de naranja) adquiriendo el 1% de celulosa.

Se realizaron varios lotes de celulosa, los cuales fueron de utilidad para la creación de las películas biodegradables, cuales dieron los siguientes resultados:

Las películas en apariencia contaban con una colorimetría amarilla pálida, con textura fina, superficialmente porosa ligeramente, con peso de 27, 39 y 43 gramos.

3.1 Caracterización de las películas

Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

Celulosa

En el CFE se identificaron mediante espectro FTIR, como se muestra en la Figura 3.1. 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. 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 alcalino (Amior, Satha, Dubois 2022).^[14]

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 $\text{O}-\text{C}-\text{O}$ durante la deformación $\text{C}-\text{H}$ de la celulosa (Sathishkuma, Shah Panchal 2024).^[15]

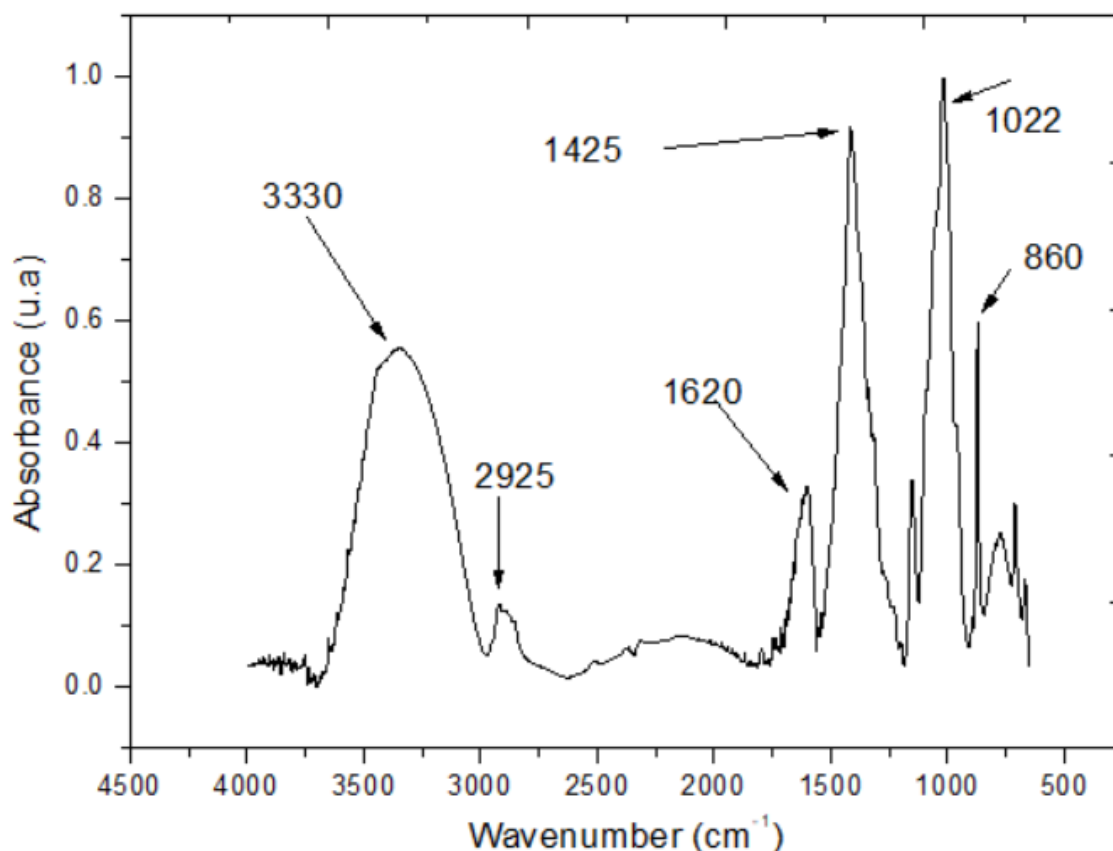


FIGURA 3.1. Espectro de Infrarrojo por Transformada de Fourier de la celulosa obtenida de la cáscara de naranja.

Biopelículas

El análisis de Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR) fue realizado para analizar las interacciones químicas estructurales dentro de las películas compuestas elaboradas con celulosa y almidón (Figura 3.2). El pico amplio observado a 3280 cm^{-1} se atribuye a los estiramientos $\text{C}-\text{H}$ y $\text{O}-\text{H}$ confirmando la presencia de la celulosa en el almidón. La presencia de los grupos hidroxios ($-\text{OH}$) dentro de la celulosa facilita los mecanismos de reforzamiento a través de las interacciones dentro de la matriz polimérica. La banda de absorción a 2900 cm^{-1} y 2940 cm^{-1} representan los estiramientos simétricos y asimétricos de los grupos metileno ($\text{C}-\text{H}$). Los picos reportados a 1200 cm^{-1} y 800 cm^{-1} indican la región de huella dactilar de los carbohidratos, en este caso, el almidón como matriz. Los picos entre 1010 cm^{-1} y 1060 cm^{-1} , representan las vibraciones del anillo de ciclohexano (Sachcha, Paddar, Hassan 2024).^[16]

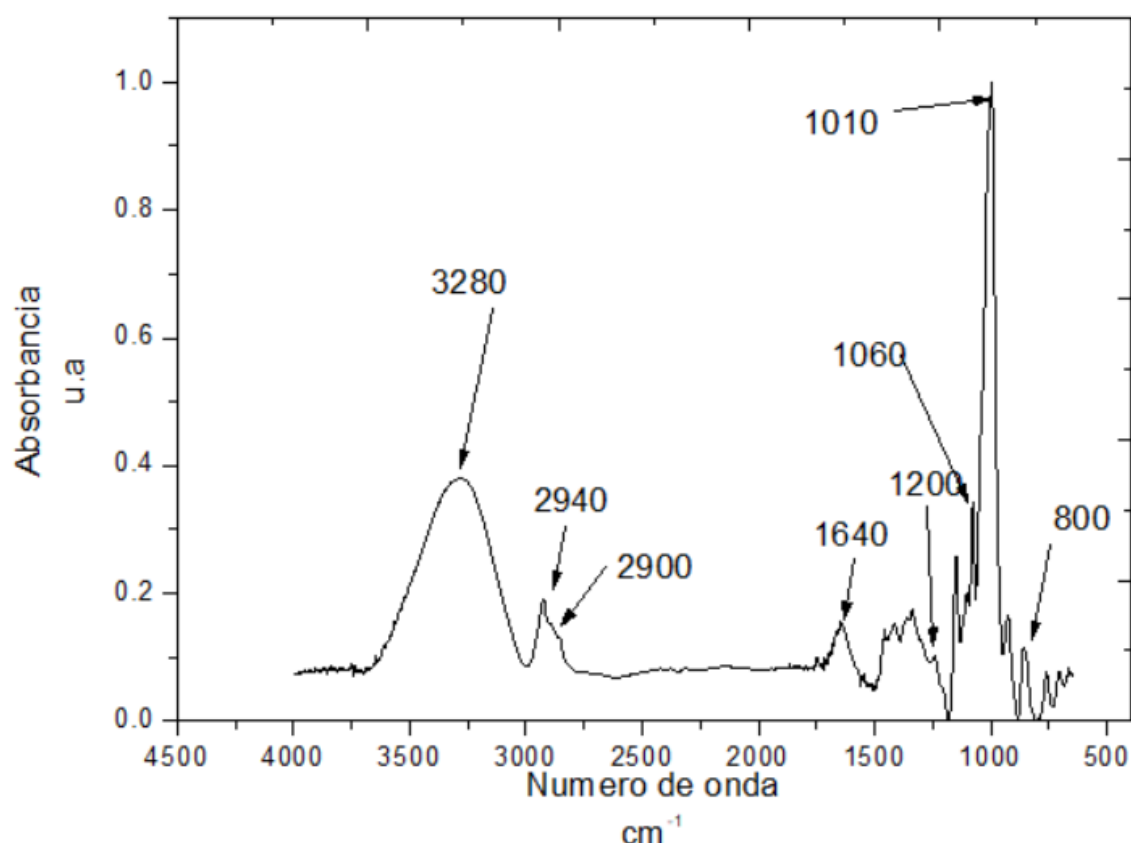


Figura 3.2. Espectro de Infrarrojo de las biopelículas de almidón reforzadas con celulosa de la cáscara de naranja

3.2 Análisis de termogravimetría (TGA)

Se llevó a cabo un análisis termogravimétrico (TGA) para evaluar la estabilidad térmica de las biopelículas termoplásticas de almidón (TPS) y la influencia de la celulosa en las biopelículas. Los termogramas de biopelículas se muestran en la Figura 3.3.

La muestra de TPS sin celulosa sigue un proceso de descomposición térmica en tres etapas. La etapa inicial y hasta 100 °C corresponde a la evaporación del agua en la muestra. La siguiente pérdida de masa comienza alrededor de 110 °C y alcanza aproximadamente 220 °C y está asociada con la pérdida parcial de glicerol y la etapa inicial de descomposición del almidón. La última etapa, que comienza alrededor de 340 °C, puede referirse a los reordenamientos de residuos de carbono en cadenas poliméricas de amilosa y amilopectina. Asimismo, se puede ver en el termograma TGA que la tasa de degradación de todas las muestras es similar. Sin embargo, el proceso de degradación comienza y termina a diferentes temperaturas. También se llevaron a cabo análisis TGA en las biopelículas de TPS/celulosa con diferentes contenidos de celulosa. La temperatura de degradación inicial no varía mucho al principio, aunque la

estabilidad térmica sí aumenta ligeramente cuando se añade y aumenta el contenido de celulosa, lo que puede atribuirse al cambio en el material y la interfaz formada entre la celulosa y el almidón. Además, las capas de celulosa podrían promover la formación de carbono (carbón) durante la degradación térmica de las biopelículas, lo que se puede observar en cambios en la estabilidad térmica cuando aumenta el contenido de celulosa.

Los termogramas TGA de bioplásticos elaborados a partir de almidón y reforzados con diferentes concentraciones de celulosa revelaron varios aspectos clave respecto a la descomposición térmica de estos materiales. Para el bioplástico sin refuerzo de celulosa, la descomposición térmica comenzó aproximadamente a 280°C, observándose una pérdida de masa significativa hasta los 380°C. Este comportamiento es típico de los biopolímeros a base de almidón, donde la degradación térmica ocurre en múltiples etapas, incluida la deshidratación, la descomposición de la cadena principal del almidón y la oxidación de los residuos carbonosos.

La incorporación de la celulosa mejoró la estabilidad térmica de los bioplásticos. Para el bioplástico con 1% de celulosa, la temperatura de inicio de la descomposición aumentó ligeramente a 290°C. Para los bioplásticos con 3% y 5% de celulosa, las temperaturas de inicio de la descomposición fueron aproximadamente 295°C y 300°C, respectivamente. Estos resultados indican que la adición de bentonita mejora la resistencia térmica del almidón, lo cual es consistente con estudios previos donde la inclusión de nanopartículas de celulosa mejoró la estabilidad térmica de los biopolímeros.

Estos hallazgos son similares a los informados por Wahab et al., quienes encontraron que la incorporación de fibras de celulosa en bioplásticos de almidón resultó en una mejor estabilidad térmica, similar a nuestros hallazgos con bentonita. Las fibras de celulosa actuaron como barreras térmicas, retrasando la degradación térmica del almidón. (Wahab, Chew, Sunarso 2023)^[17] (Pacheco, Rios, Mina, Huchin 2024)^[18]

Los resultados de TGA confirman que la incorporación de celulosa en bioplásticos de almidón de maíz mejora significativamente la estabilidad térmica del material. Este comportamiento es consistente con otros estudios reportados en la literatura científica, que respaldan la viabilidad del uso de bentonita como refuerzo para mejorar las propiedades térmicas de los bioplásticos.

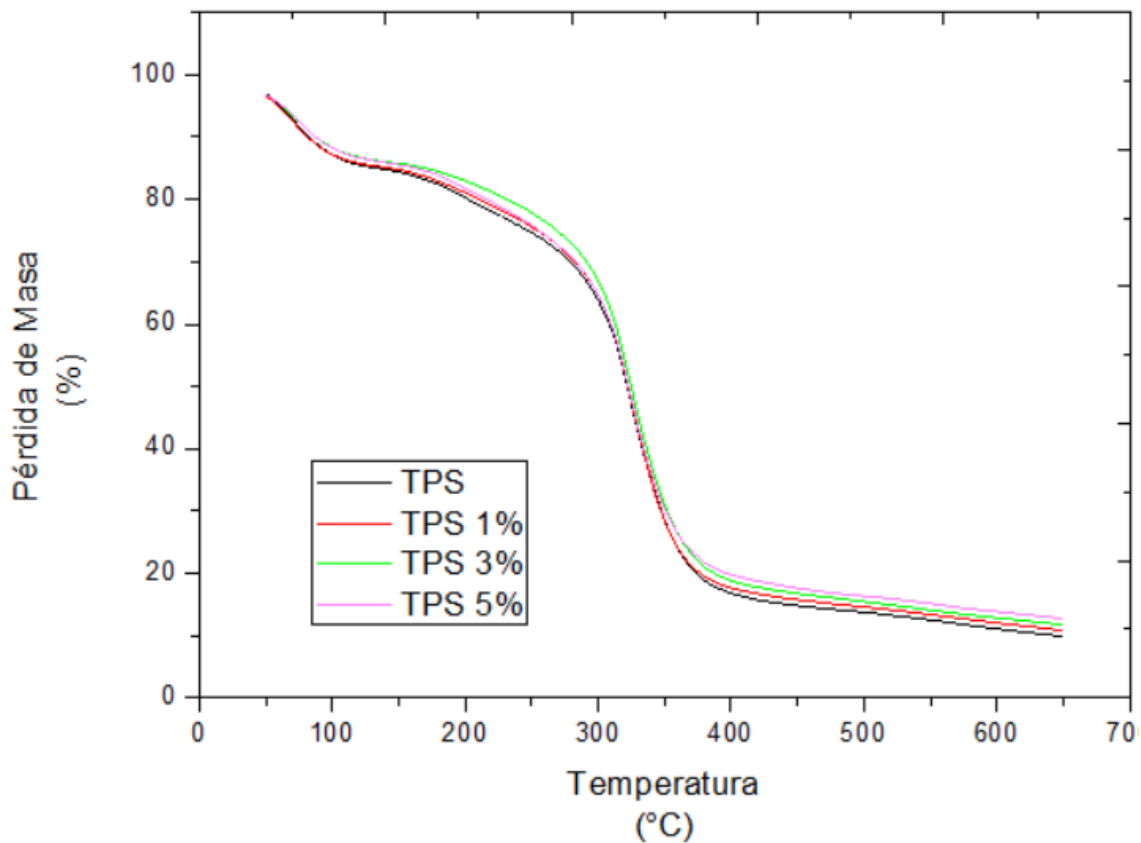


Figura 3.3. Análisis Termogravimétrico de las biopelículas de Almidón Termoplástico (TPS) y celulosa a 1%, 3% y 5%

3.3 Microscopía Electrónica de Barrido

Las imágenes SEM de bioplásticos elaborados a partir de almidón y reforzados con celulosa mostraron una superficie relativamente homogénea con una dispersión adecuada de las partículas de celulosa.

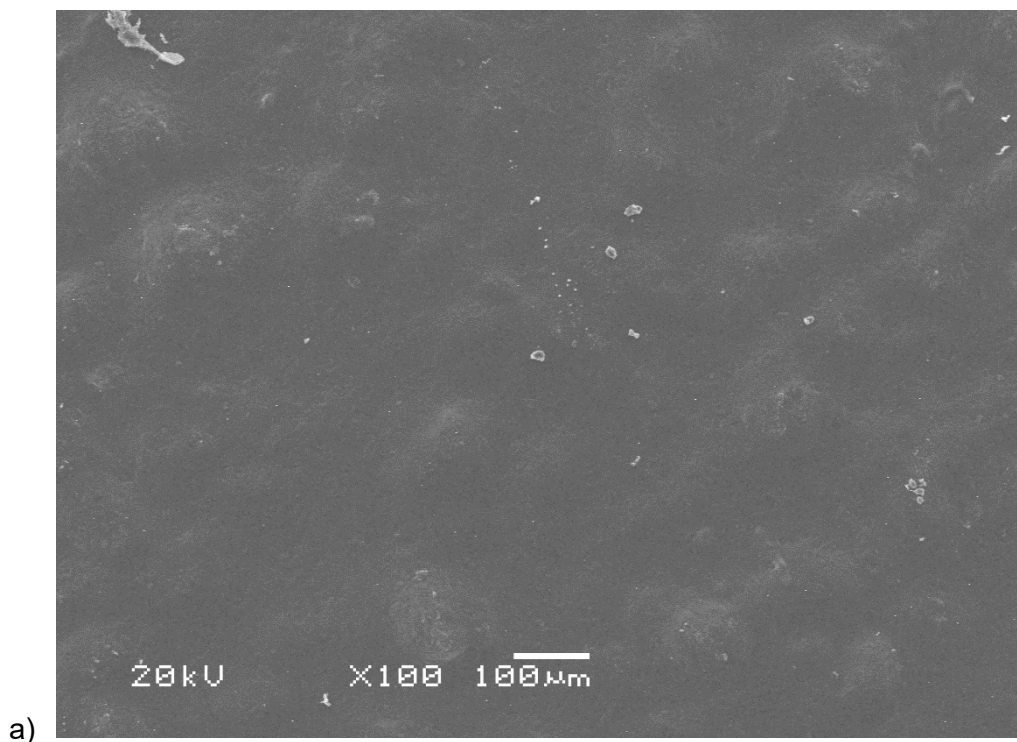
Las imágenes SEM (Figura 3.4) revelaron que a concentraciones de celulosa más bajas (1% y 3%), las partículas de celulosa se distribuyen uniformemente dentro de la matriz de almidón sin aglomeraciones significativas. Sin embargo, a una concentración del 5% se observaron algunas aglomeraciones de celulosa, lo que podría indicar saturación en la capacidad de dispersión del almidón. Este comportamiento es similar al informado por Mansour et al., quienes observaron una dispersión homogénea de nanocelulosa en bioplásticos en concentraciones bajas, pero formación de aglomerados en concentraciones más altas (Mansour, Tzetzis 2020).^[19]

La homogeneidad en la dispersión de partículas de celulosa en bajas concentraciones contribuye a mejorar las propiedades mecánicas y de barrera de los bioplásticos. Esto se debe a que las partículas de celulosa bien distribuidas actúan como barreras físicas

que impiden la permeabilidad y mejoran la resistencia mecánica. Rammak et al. informaron un comportamiento similar en sus estudios sobre películas de almidón reforzadas con nanopartículas, donde la dispersión homogénea de nanopartículas mejoró significativamente las propiedades mecánicas de las películas (Rammak, Kaewtatip 2021).^[20]

Estos resultados son similares a los informados por Zhang et al., quienes estudiaron bioplásticos reforzados con almidón y observaron una tendencia similar en la mejora de la morfología de la superficie. Zhang et al. descubrieron que la adición de fibras de celulosa daba como resultado una superficie más homogénea y estructurada, lo que mejoraba las propiedades funcionales de los bioplásticos (Zhang, Tao, Gao 2023).^[21]

Estos resultados de SEM confirman que la incorporación de celulosa en bioplásticos de almidón mejora significativamente la morfología de la superficie y la dispersión de las partículas de celulosa. Estas mejoras son consistentes con otros estudios reportados en la literatura como se mencionó anteriormente, y respaldan la viabilidad del uso de bentonita como refuerzo para optimizar las propiedades de los bioplásticos.



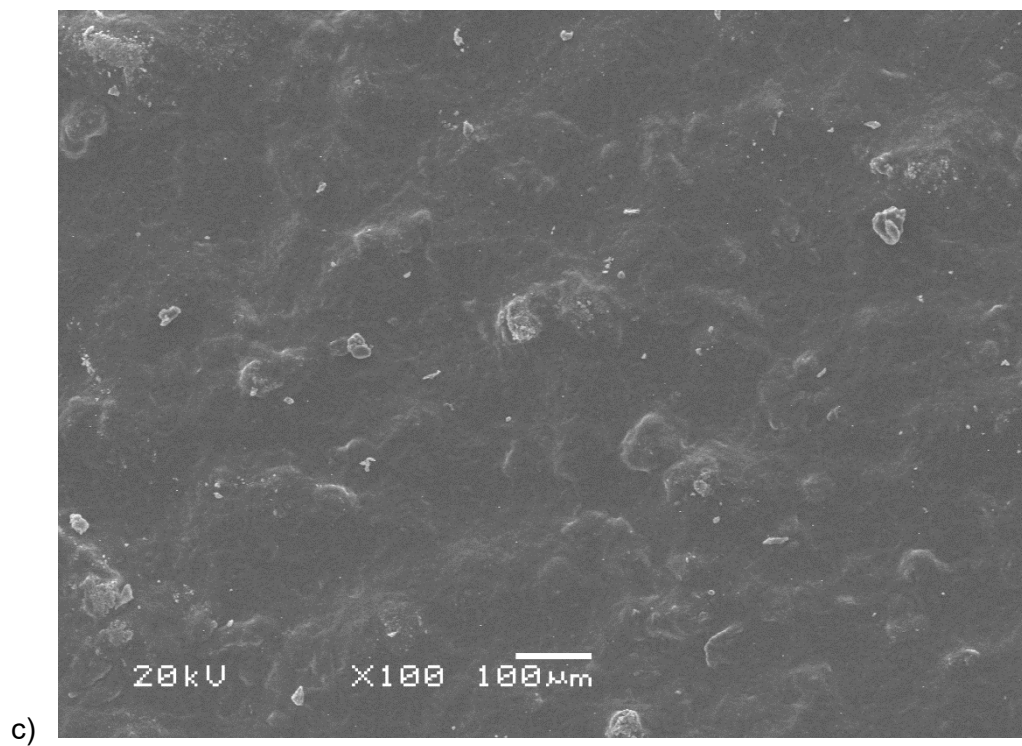
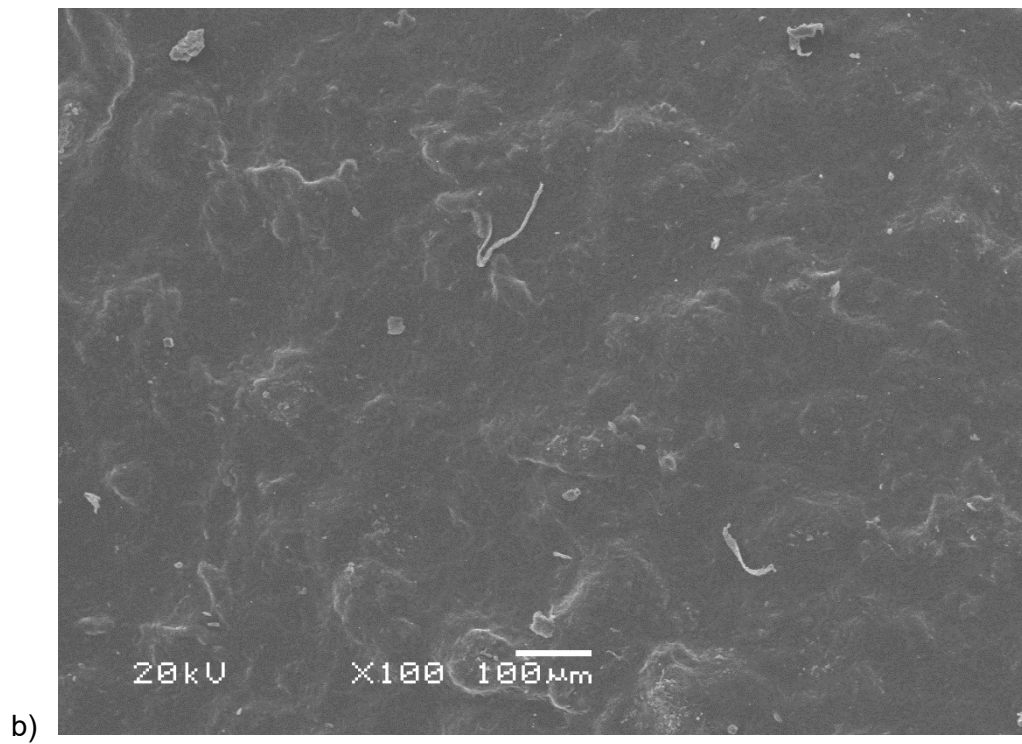


Figura 3.4. Micrograffas SEM de las biopelículas TPS con celulosa a) 1% b) 3% c) 5%

CAPITULO 4

Conclusiones

En este trabajo se estudiaron las propiedades que una biopelícula elaborada con celulosa extraída de la cascara de la naranja, almidón de maíz y glicerina.

- La caracterización mediante FTIR de la celulosa extraída a partir de la cáscara de naranja, mostró que la técnica de hidrólisis ácida logró extraerla de manera exitosa, al mostrar los grupos funcionales atribuibles a la celulosa.
- La caracterización mediante FTIR de las biopelículas elaboradas con TPS y celulosa, mostraron bandas de absorción atribuibles a la interacción de los grupos funcionales entre la celulosa y el almidón de maíz.
- El análisis termogravimétrico mediante la técnica de TGA, demostró que la incorporación de la celulosa a diferentes porcentajes (1%, 3% y 5%) mejoró la estabilidad térmica del almidón.
- Las micrografías SEM, mostraron una adecuada dispersión de la celulosa en las biopelículas de almidón, lo cual demuestra que la elaboración de las mismas mediante la técnica de mezclado en fundido puede dispersar estos refuerzos en la matriz adecuadamente.
- Se recomienda realizar pruebas de degradación y Permeabilidad al Vapor de Agua, para complementar este estudio, debido a que la primera técnica demostraría la rápida degradación de las biopelículas, y la segunda, que la incorporación de la celulosa a las biopelículas incrementaría sus propiedades de barrera.

Referencias bibliográficas

- [1] Cabrera, I. K. A. H. (2016). Formulación y caracterización de películas comestibles de almidón de papa nativo y modificado (Doctoral dissertation, UNIVERSIDAD VERACRUZANA).
- [2] Muhammed Lamin Sanyang, M. L. S., Sapuan, S. M., Mohammad Jawaid, M. J., Mohamad Ridzwan Ishak, M. R. I., & Japar Sahari, J. S. (2016). Effect of sugar palm-derived cellulose reinforcement on the mechanical and water barrier properties of sugar palm starch biocomposite films.
- [3] Alata Mayhuire, E., Cuadros Huamaní, Y., Miranda Zanardi, L., & Medina de Miranda, E. (2019). Biopelículas producidas con cáscara de naranja y reforzadas con celulosa bacteriana. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 85(2), 231-241.)
- [4] Ramos-Alvarado, M. M., Cadenas-González, M. T., Bolio-López, G. I., Leo-Avelino, G., Maciel-Cerda, A., Castañeda-Castañeda, C., & Ramos-Valencia, J. J. 2020).
- [5] Sierra, K. S. (2021). Elaboración y caracterización de una película biodegradable utilizando cáscara de naranja (*Citrus X sinensis*) (Doctoral dissertation, Zamorano: Escuela Agrícola Panamericana, 2021).
- [6] Penka. (2021, noviembre 19). HISTORIA DE LOS BIOPLÁSTICOS. Penka. <https://www.penka.eco/blog/historia-de-los-bioplasticos/>
- [7] Moreno Morales, N. (2023). Evaluación de la biodegradabilidad de película consumible de almidón de papa pastusa por casting.
- [8] Rodríguez-Alba, E., Bernal Dubón, A. E., Gaitán López, H. E., Kim Godoy, C. A., Salguero Mérida, J. B., Toledo Hernández, E. M., Vásquez Maldonado, C. L., & Martínez-Richa, y. A. (s/f). La Ciencia de los Polímeros Biodegradables. Recuperado de <https://www.jovenesenlaciencia.ugto.mx/index.php/jovenesenlaciencia/article/download/3337/2838/11009>
- [9] Criollo Llumiugsi, G. P. (2018). Extracción de celulosa de cáscara de naranja, estudio del método y aplicaciones (Bachelor's thesis, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo).
- [10] Casaurang-Martinez M., Peraza-Sanchez S. and Cruz-Ramos C., *Cell. Chem. Technol.*, 1990; 24: 629-683.

- [11] Solis Rivera, S. I. (2016). Elaboración y caracterización de películas comestibles elaboradas con hidroxipropilmetilcelulosa (HPMC).
- [12] Noria, C. (04 de agosto de 2014). Espectrometría infrarroja por transformadas de Fourier. <https://noria.mx/lube-learn/analisis-de-aceite/espectrometria-infrarroja>
- [13] Mettler-Toledo International Inc. all rights reserved. (2022, julio 11). Análisis termogravimétrico (TGA). Mettler-Toledo International Inc. all rights reserved. <https://www.mt.com/mx/es/home/library/on-demand-webinars/lab-analytical-instruments/Thermogravimetric Analysis.html>
- [14] Amior, A., Satha, H., Laoutid, F., Toncheva, A., & Dubois, P. (2022). Natural cellulose from Ziziphus jujuba fibers: extraction and characterization. *Materials*, 16(1), 385.
- [15] Sathishkumar, T. P., Shah, M. A., Panchal, H., Sharma, K., Gopinath, R., Sanjay, M. R., ... & Rampradheep, G. S. (2024). Characterization of new cellulose fiber extracted from second generation Bitter Albizia tree. *Scientific Reports*, 14(1), 1693.
- [16] Sachcha, I. H., Paddar, K., Minar, M. M., Rahman, L., Hasan, S. K., Akhtaruzzaman, M., ... & Yasmin, S. (2024). Development of eco-friendly biofilms by utilizing microcrystalline cellulose extract from banana pseudo-stem. *Heliyon*, 10(7).
- [17] Wahab, D. N. A., Siddique, M. B. M., Chew, J. J., Su, H. T., Khairuddin, N., Khaerudini, D. S., ... & Sunarso, J. (2023). Characterization of starch biofilm reinforced with cellulose microfibrils isolated from Musa Saba' midrib residue and its application as an active packaging film. *Journal of Applied Polymer Science*, 140(48), e54720.
- [18] Pérez-Pacheco, E., Rios-Soberanis, C. R., Mina-Hernández, J. H., & Moo-Huchin, V. M. (2024). Use of cellulose fiber from Jipijapa (*Carludovicapalmata*) as fillers in corn starch-based biocomposite film. *Iranian Polymer Journal*, 33(2), 157-168.
- [19] Mansour, G., Zoumaki, M., Marinopoulou, A., Tzetzis, D., Prevezanos, M., & Raphaelides, S. N. (2020). Characterization and properties of non-granular thermoplastic starch—Clay biocomposite films. *Carbohydrate polymers*, 245, 116629.
- [20] Rammak, T., Boonsuk, P., & Kaewtatip, K. (2021). Mechanical and barrier properties of starch blend films enhanced with kaolin for application in food packaging. *International Journal of Biological Macromolecules*, 192, 1013-1020.

- [21] Zhang, J., Zou, F., Tao, H., Gao, W., Guo, L., Cui, B., ... & Fang, Y. (2023). Effects of different sources of cellulose on mechanical and barrier properties of thermoplastic sweet potato starch films. *Industrial Crops and Products*, 194, 116358.
- [22] Muñoz, E. J. (2017). Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de agavaceas: potencial elaboración de papel tipo artesanal. Repositorio de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.
- [23] M. Dzul-Cervantes, PJ Herrera-Franco, T. Tabi, A. Valadez-González. (30 de abril de 2017). Uso de una metodología de diseño factorial para evaluar el contenido de celulosa microfibrilada de PLA-g-Ma y henequén en las propiedades mecánicas de compuestos de poli (ácido láctico).
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1155/2017/4046862>
- [24] 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 J Sci*, 46, 579-591.