



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS-ESPE
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA
CARRERA DE PETROQUÍMICA

“Obtención de celulosa, hemicelulosa y lignina a partir de los residuos de la planta de tomate, mediante una metodología experimental, para el desarrollo de biopelículas”

Autora:

Jiménez Endara, Patricia Aracely

Director:

Ing. Sayavedra Delgado, Jonathan Javier. Msc

Latacunga, 2023



1

INTRODUCCIÓN

2

OBJETIVOS

3

METODOLOGÍA

4

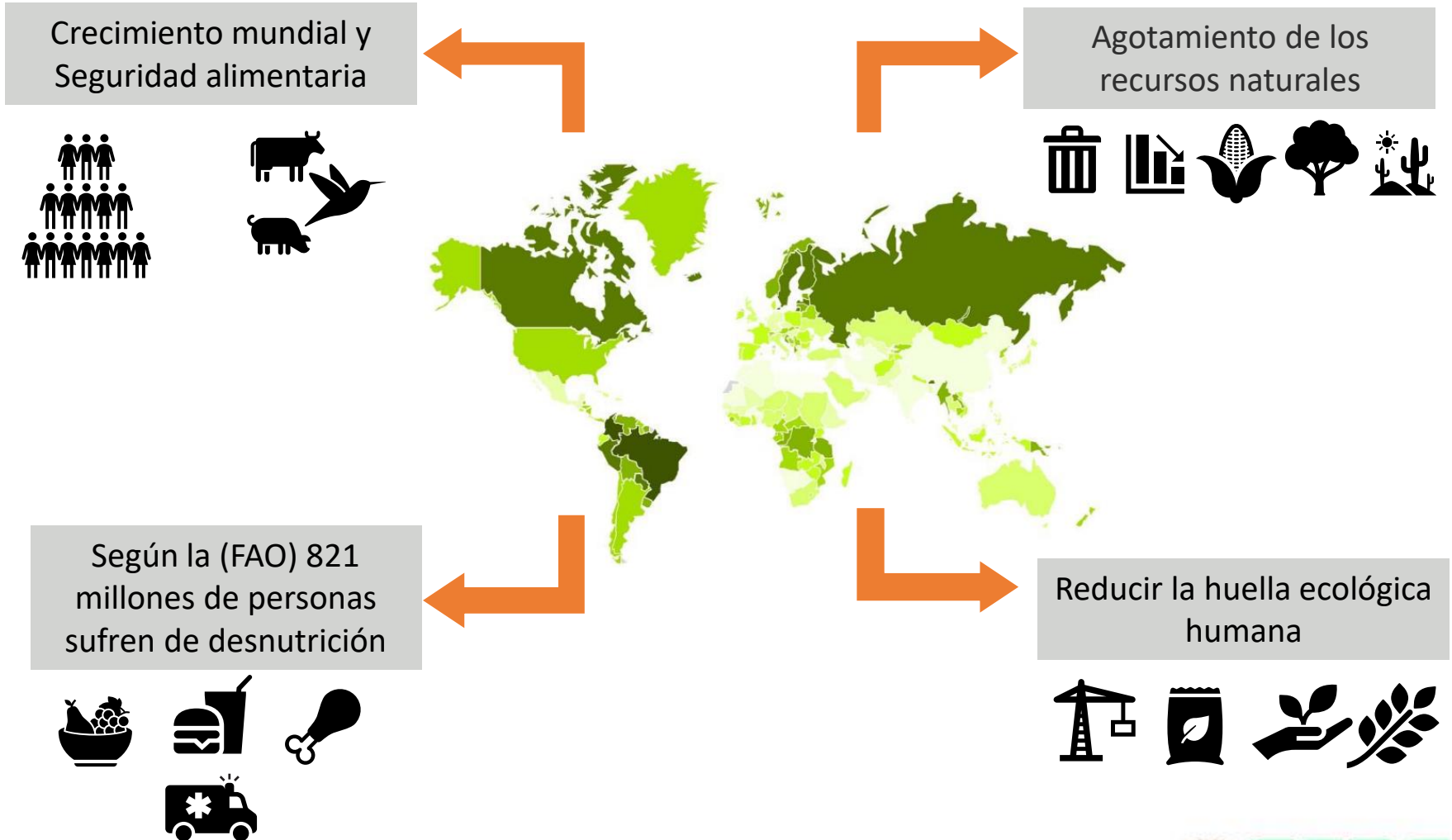
RESULTADOS

5

**CONCLUSIONES Y
RECOMENDACIONES**



INTRODUCCIÓN



INTRODUCCIÓN

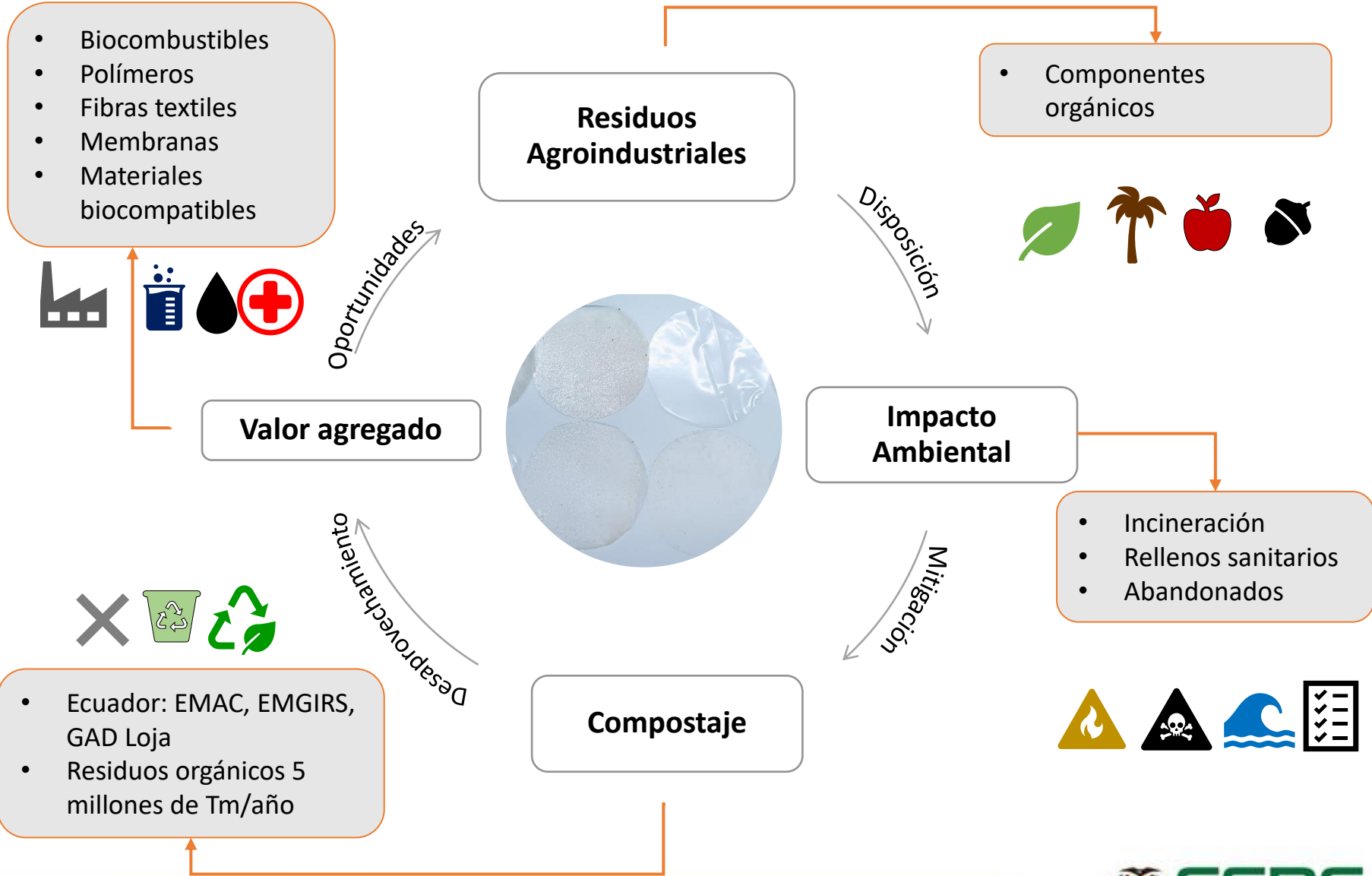
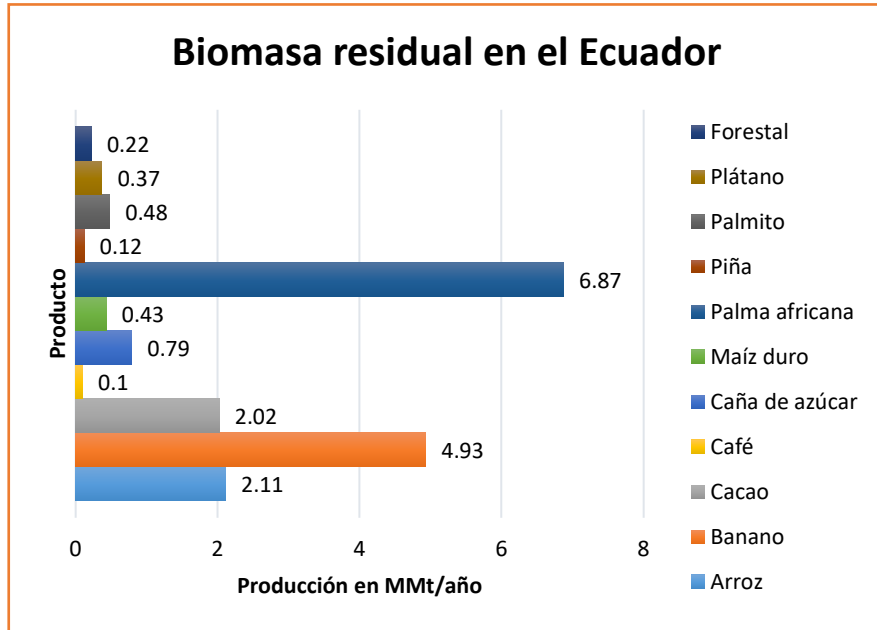


Figura 1

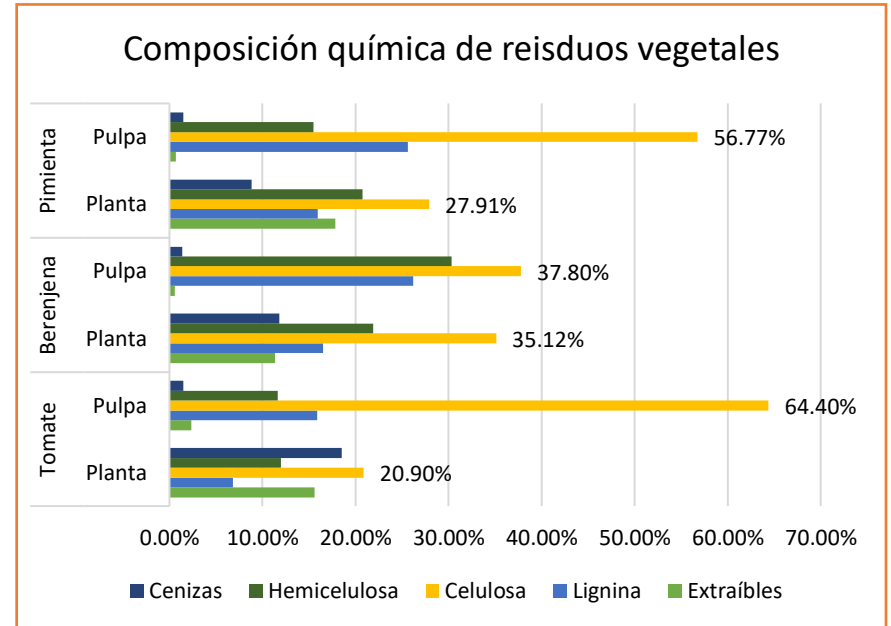
Biomasa residual en el Ecuador



Nota. El gráfico representa la producción de biomasa en el Ecuador. Tomado de *Potencial de Biomasa en América del Sur para la Producción de Bioplásticos* (p.11) por Vargas et al., 2021, Instituto Superior Tecnológico Crecer más.

Figura 2

Composición química de residuos del tomate y otras hortalizas celulósicas



Nota. La figura representa la variación de componentes lignocelulósicos. Tomado Residuos de plantas hortícolas como nueva fuente de moléculas Aislamiento de Nanofibras de Lignocelulosa: Aplicación en el Proceso de Reciclado de Cartón (p. 3), por Villegas, I. Bascón, et al., 2020, Published by MDPI.

Planta de tomate



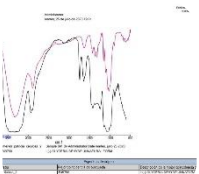
Importadores:
China, EEUU
Exportador:
México



Cultivos: Tungurahua, Chimborazo,
Imbabura
Área sembrada: 3054 ha
Residuos: 61426 Tm/año



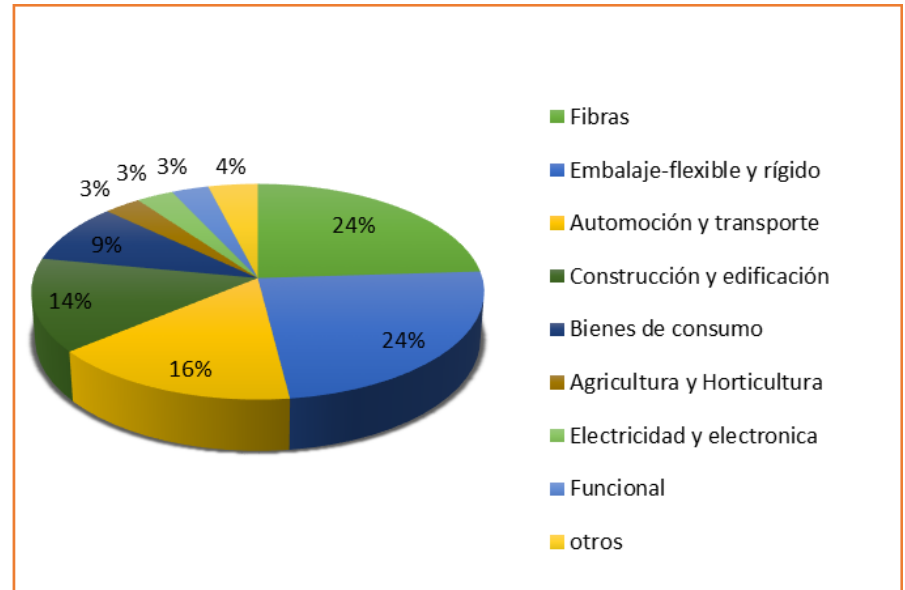
Poda:
Formación, mantenimiento, aclareo



Insecticidas, Fungicidas
Material lignocelulósico

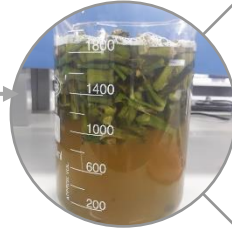
Figura 3

Representación de los segmentos de mercado para polímeros de base biológica

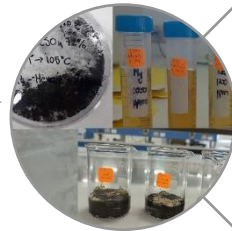


Nota. Segmentos de mercado. Tomado de Bio-based products: Green premium prices and consumer perception of different biomass feedstocks (p.11) por Partanen et al., 2020, Renewable Carbon

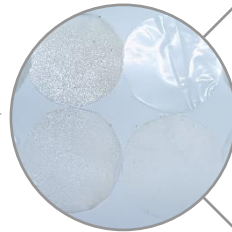
Obtener celulosa, hemicelulosa y lignina a partir de los residuos de la planta de tomate, mediante una metodología experimental, para el desarrollo de biopelículas



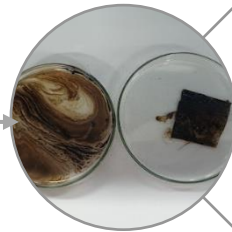
Identificar componentes útiles en la fabricación de biopelículas a partir de residuos generados por la planta de tomate, según la investigación bibliográfica correspondiente.



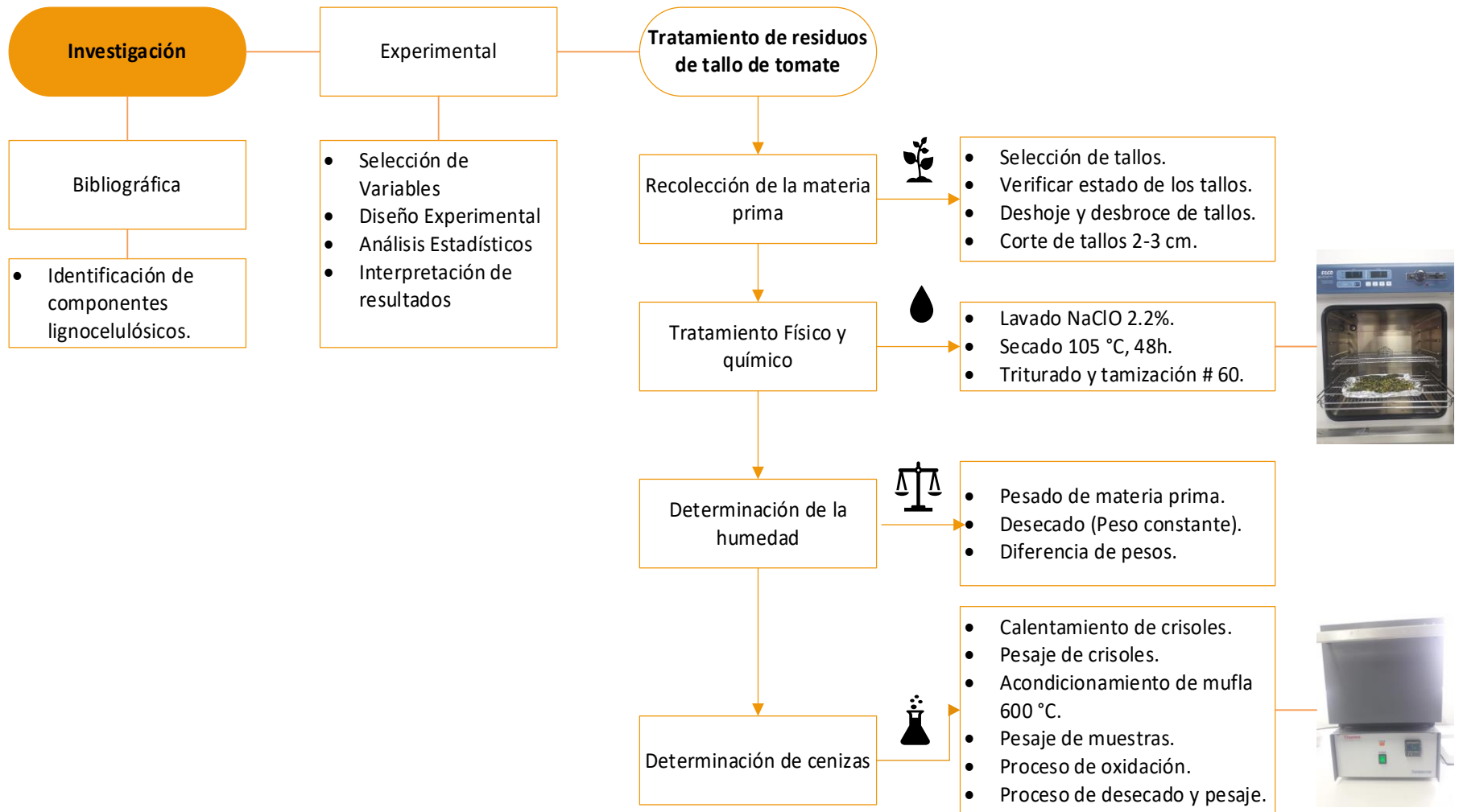
Extraer celulosa, hemicelulosa y lignina de los residuos mediante trabajo experimental para su posterior análisis.



Obtener subproductos con valor agregado a través de la modificación de la celulosa, hemicelulosa y lignina, por transformación química



Demostrar la importancia de los componentes obtenidos, con base en el análisis de las características y propiedades empleados en el diseño de una aplicación orientada a diferentes sectores



Extracción de componentes lignocelulósicos

Eliminación de extraíbles



- Pesaje
- Selección del solvente Etanol 96%.
- Extracción soxhlet, 4h.
- Lavado y filtrado.
- Secado y pesaje, 2h a 105 °C.



Extracción de hemicelulosa

- Preparación de solución de NaOH 0.5M.
- Calentamiento y agitación.
- Ajuste de pH 0.6M con HCl.
- Refrigeración 4 °C durante 24h.
- Centrifugación 15min a 4000 rpm.
- Filtrado y secado 23°C durante 24h.



Extracción de lignina



- Tratamiento con ácido sulfúrico 72% p/V.
- Baño maría 20 °C.
- Reposo 12 h
- Filtración y lavado.
- Secado y desecado 105 °C.



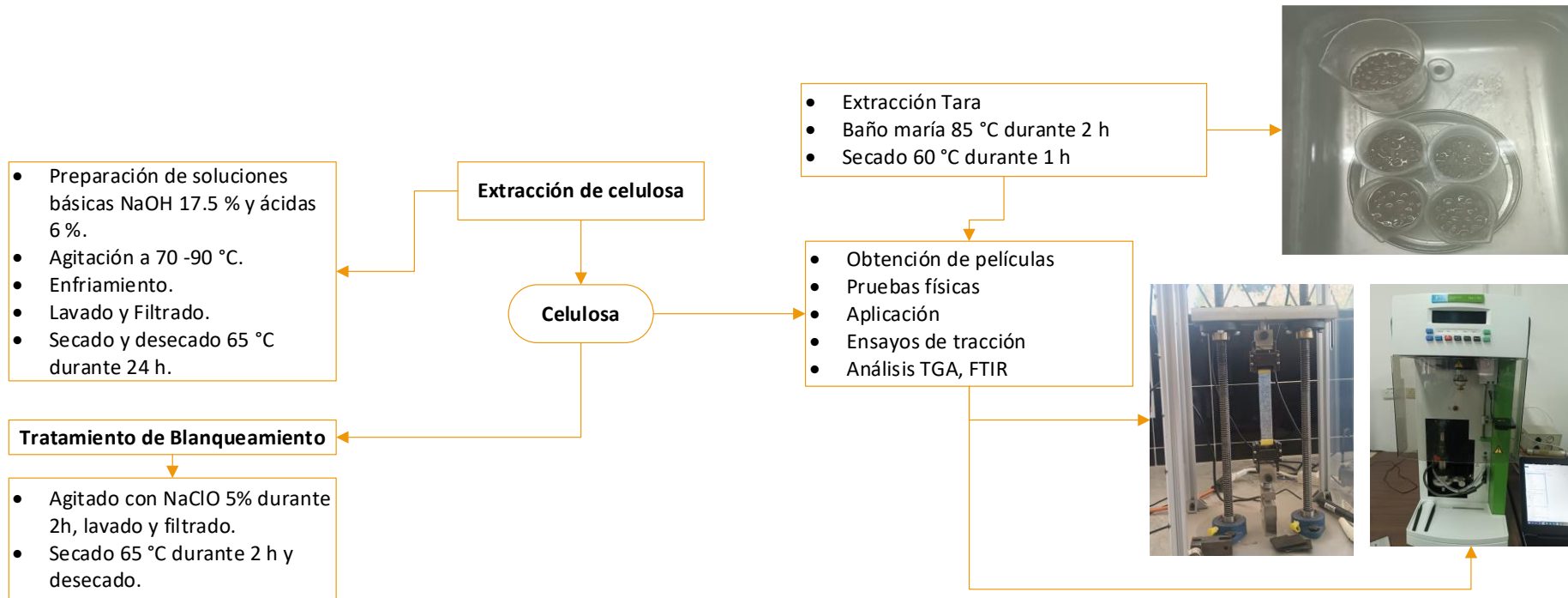


Tabla 1

Composición de los residuos de la planta de tomate

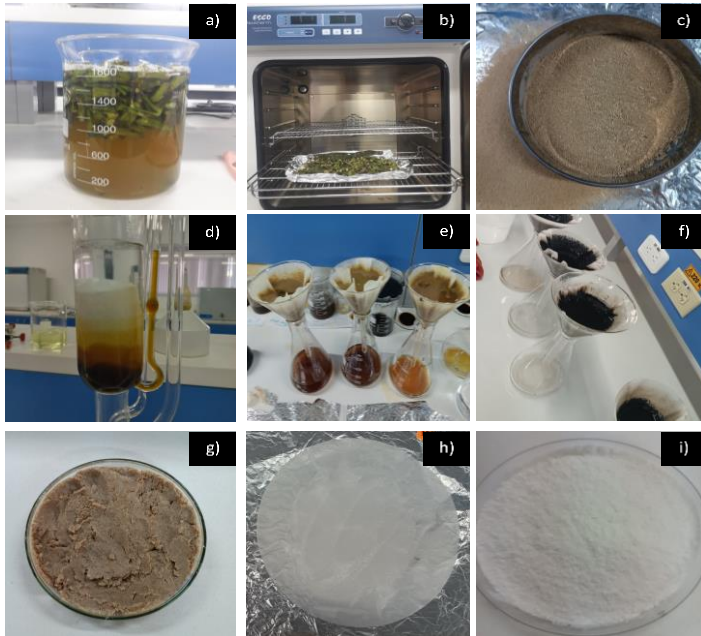
Tipo de residuo	Lignina	Celulosa	Hemicelulosa	Cenizas	Bibliografía
Planta tomate	6.85%	20.90%	11.98%	18.50%	(Bascón et al., 2020)
Pulpa	15.90%	64.90%	11.65%	1.49%	(Bascón et al., 2020)
orujo tomate	7.50%	70%	17.00%	5.50%	(Benítez et al., 2018)
tallos de tomate	8.00%	33.00%	11.00%	-	(Manríquez et al., 2021)
bio residuos de tomate	6.69%	26.86%	9.90%	-	(Szilágyi et al., 2021)
Tallos y hojas	7.50%	28.60%	8.40%	-	(Camarena et al., 2020)
Promedio	8.74%	40.71%	11.66%	8.50%	-

Nota. La tabla describe las características sobre la extracción, usos y aplicaciones de los componentes lignocelulósicos encontradas en diferentes investigaciones.

RESULTADOS

Figura 3

Cambios de apariencia en los diferentes procesos



Nota. Apariencia de los residuos de tallo de tomate, a) lavado, b) secado, c) tamizaje, d) extraíbles, e) precipitación de hemicelulosas, f) lignina, g) celulosa, h) celulosa blanqueada, i) celulosa triturada.

Tabla 2

Rendimiento de la materia prima en los diferentes procesos

Materia prima	Cantidad (g)	Cantidad materia pérdida (g)	Porcentaje perdido	Rendimiento
Cantidad inicial	2000			
Triturada	960	1040	52.00%	48.00%
Al inicio de Extracción Soxhlet	810.54			
Libres de extraíbles	553.36	257.18	31.73%	68.27%
Usados en extracción de lignina	63			
Empleados en extracción de Hemicelulosa y Celulosa	437	53.36	9.64%	90.36%

Tabla 3

Rendimiento de la materia prima en los diferentes procesos

Componente	Cantidad Inicial (g)	Cantidad Final (g)	Rendimiento
Celulosa	293.23	92.31	31.48%
Hemicelulosa	90.41	10.02	11.08%
Lignina	63.00	3.57	5.66%

Nota. Alrededor del 2.7-23.32 % corresponden a extractivos (Cabrera & Chamba, 2022).

Tabla 5

Comparación de tratamientos por Tukey a un nivel de confianza del 95%

F1*F2*F3	N	Media	Agrupación
16.01 300 ET	3	11.9867	A
14.01 280 ET	3	9.3067	I
14.01 180 ET+H2O	3	9.2767	I
14.01 180 ET	3	9.1667	I

Nota. Comparación de tratamientos.

Tabla 6

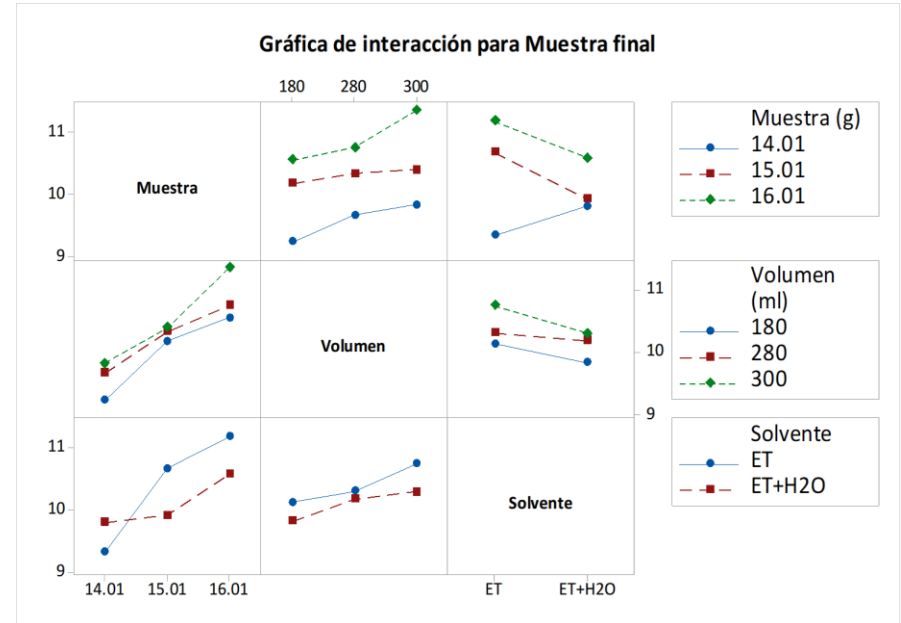
Comparación datos experimentales con el bibliográfico

Muestra inicial (g)	Muestra final (g)	Extractivos	Bibliografía
16.01	11.98	25.17%	29.20% (Cabrera & Chamba, 2022)
15.01	10.73	28.51%	
14.01	9.5	32.19%	

Nota. Descripción de cantidades libres de extraíbles y porcentajes de compuestos grasos.

Figura 4

Interacción de Factores



Nota. Representación gráfica de la interacción de valores medios entre factores principales.

Tabla 7

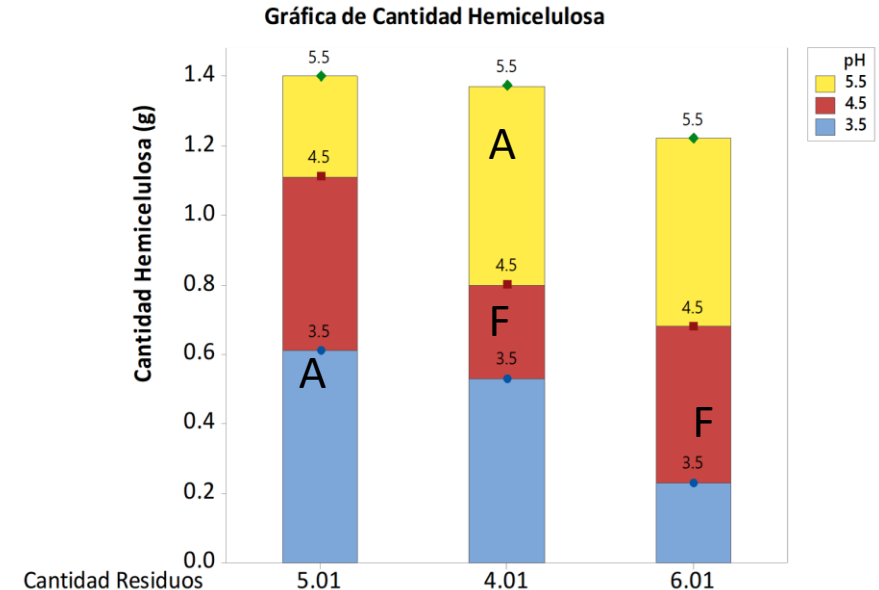
Comparaciones de tratamientos en la obtención de hemicelulosa al 95%

Muestra Inicial (g)*Valor de pH	N	Media	Agrupación		
5.01 3.5	2	0.305	A		
4.01 5.5	2	0.285	A	B	
6.01 5.5	2	0.270	B	C	
4.01 3.5	2	0.265	B	C	
5.01 4.5	2	0.250	C		
6.01 4.5	2	0.225	D		
5.01 5.5	2	0.145	E		
4.01 4.5	2	0.135	E	F	
6.01 3.5	2	0.115	F		

Nota. La tabla describe las comparaciones de tratamientos en la obtención de hemicelulosa al 95% de confianza según la agrupación de factores y niveles.

Figura 5

Representación gráfica del contenido la hemicelulosa



Nota. Representación gráfica de la hemicelulosa obtenida en función del pH.

Tabla 8

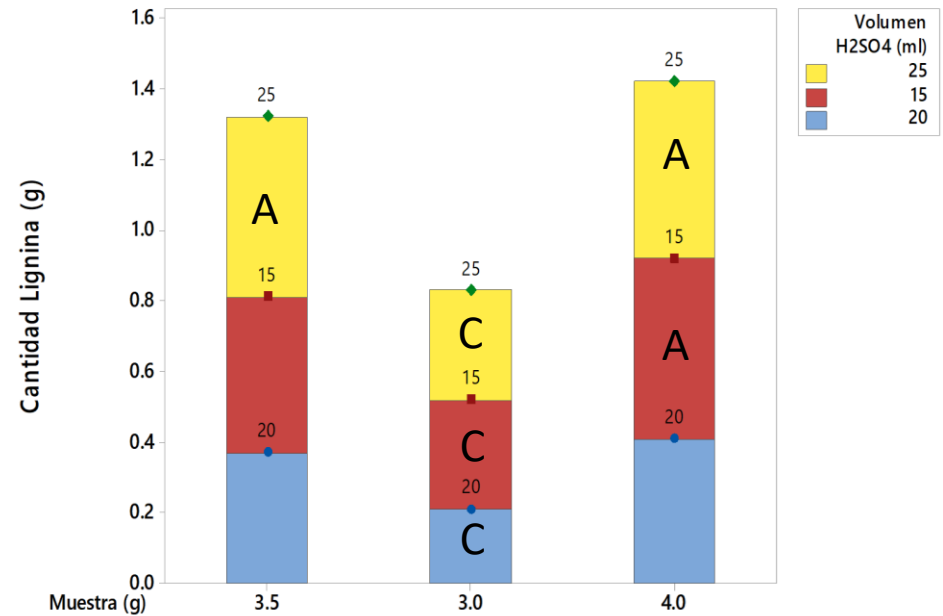
Comparación de tratamientos en la extracción de lignina

Tiempo (h)*Volumen					
H2O4 (ml)	N	Media	Agrupación		
3.5 25	2	0.255	A		
4.0 15	2	0.255	A		
4.0 25	2	0.250	A	B	
3.5 15	2	0.220	A	B	
4.0 20	2	0.205	A	B	
3.5 20	2	0.185	A	B	C
3.0 15	2	0.155		B	C
3.0 25	2	0.155		B	C
3.0 20	2	0.105			C

Nota. La tabla describe las comparaciones de tratamientos según Tukey en la obtención de lignina.

Figura 6

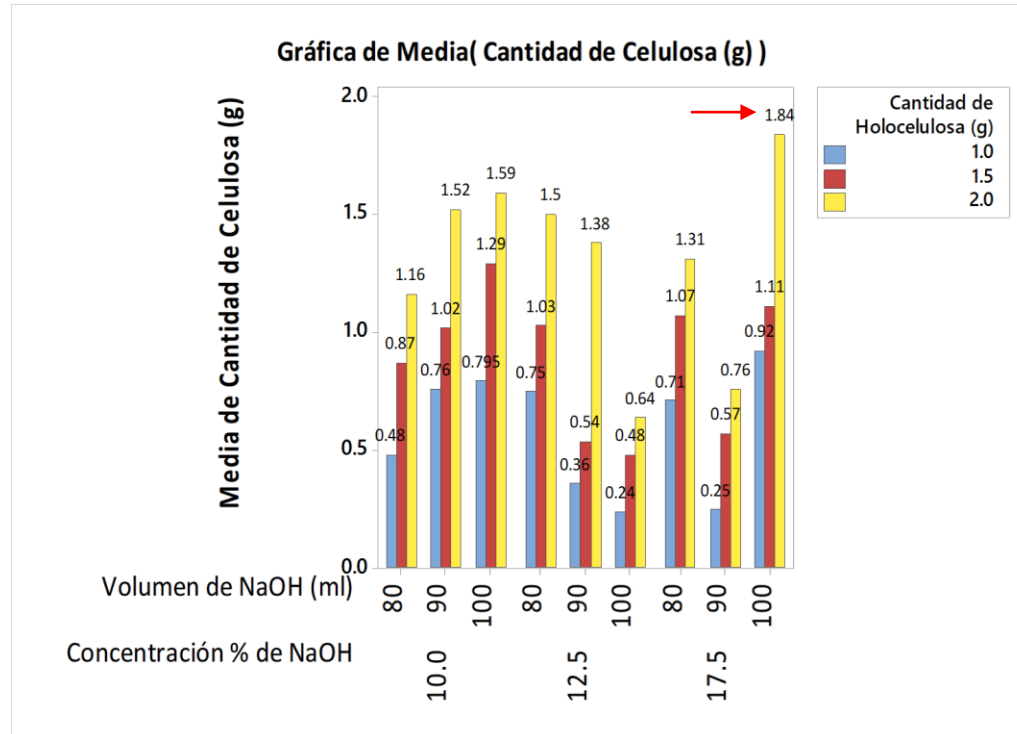
Representación gráfica de la cantidad de lignina



Nota. La Figura representa la cantidad de lignina que se obtiene según los tratamientos empleados en la extracción de lignina.

Figura 7

Representación gráfica de la cantidad de celulosa extraída



Nota. Representación gráfica de la cantidad de celulosa obtenida en función de los factores y niveles representativos.

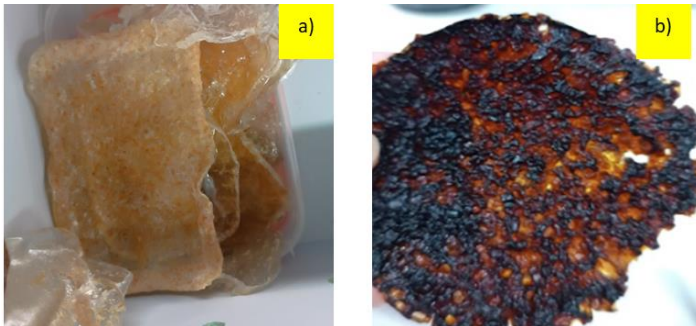
Tabla 9

Pruebas obtención de películas previas al diseño experimental

Tiempo de agitación (h)	Temperatura de calentamiento (°C)	Volumen de Agua (ml)	Cantidad de PVA (g)	Cantidad de Celulosa (g)	Cantidad de Tara (g)
1	70	150	5	0.5	1.5
1	70	150	2.5	0.5	1
2	70	150	5	0.75	1.5
2	70	150	2.5	0.75	1

Figura 10

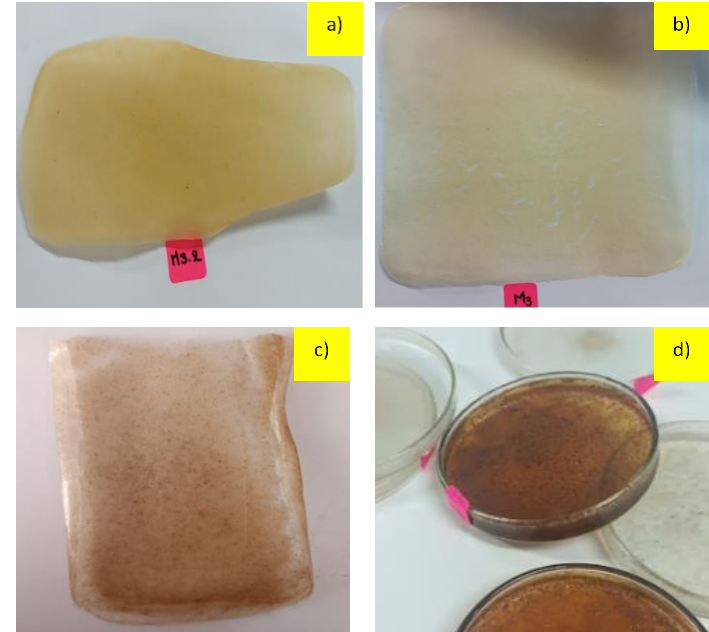
Representación gráfica de la apariencia de las películas previas



Nota. Apariencia de las películas según con 2 ml glicerol a) 2.5 g PVA + 0.75 Celulosa + 1 g Tara, b) 5 g PVA + 0.75 Celulosa + 1.5 g Tara.

Figura 9

Representación gráfica de las películas obtenidas



Nota. Apariencia de las películas según la composición, a) 5 g PVA + 0.5 Celulosa+ 1.5 g Tara, b) 2.5 g PVA + 0.5 Celulosa+ 1 g Tara, c) 5 g PVA + 0.75 Celulosa+ 1.5 g Tara, d) 2.5 g PVA + 0.75 Celulosa+ 1 g Tara.

Tabla 10

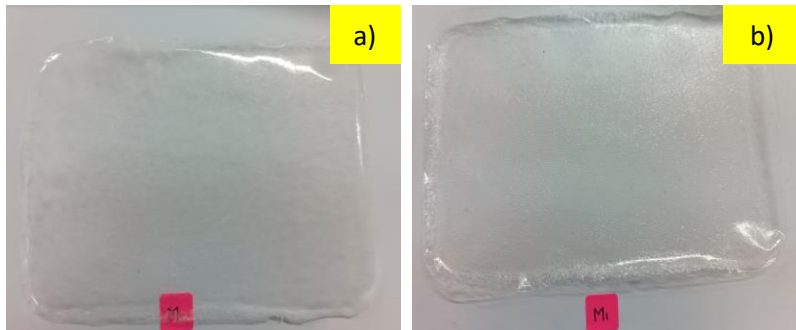
Información del factor en la fabricación de películas mejoradas

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Cantidad PVA (g)	Fijo	2	2.5; 5.0
Cantidad Celulosa (g)	Fijo	2	0.50; 0.75
tiempo secado (días)	Fijo	2	1; 2

Nota. Factores y niveles aplicados en el diseño experimental, para obtener películas en mejores condiciones.

Figura 11

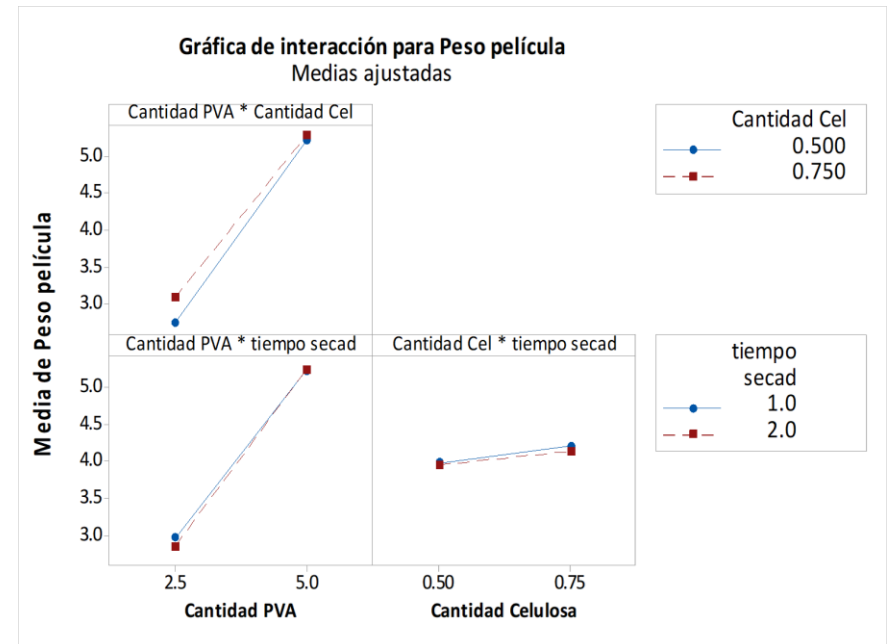
Representación gráfica de la apariencia de las películas mejoradas



Nota. Apariencia física según el diseño de la Tabla 22, a) película con 0.5 g celulosa y b) película con 0.75 g celulosa.

Figura 12

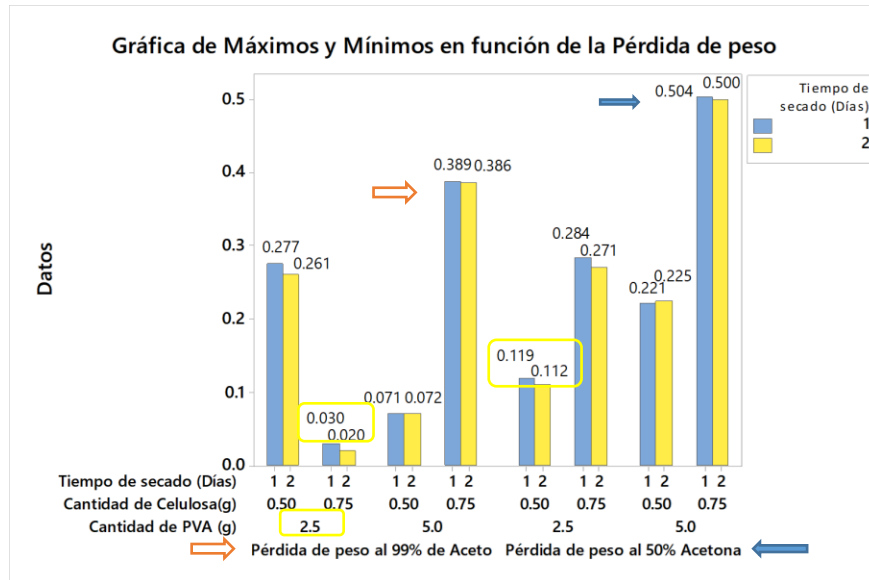
Gráfica de interacción entre el PVA y la celulosa



Nota. Representación gráfica de la interacción de PVA y celulosa en las películas, según el tiempo de secado.

Figura 13

Representación gráfica de la pérdida de peso por la solubilización en acetona al 99%



Nota. La tabla 29 indica los porcentajes de solubilidad para películas recortadas en áreas de 2 cm², las cuales se dejan reposar en acetona al 99 % y 50 % durante 24 h

Tabla 11

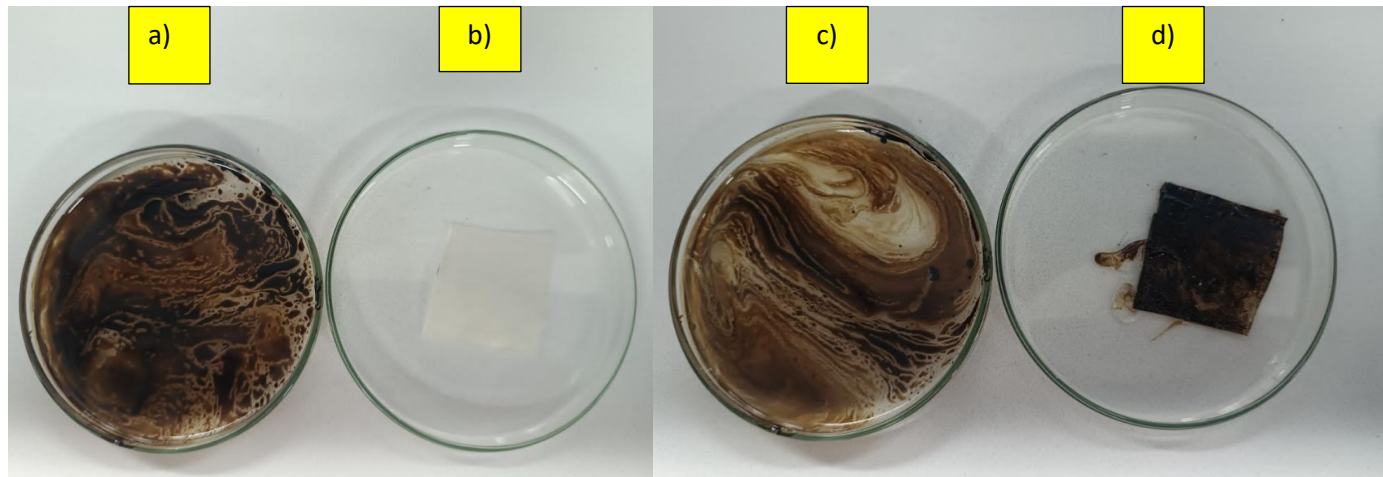
Permeabilidad en función de los tratamientos y humedades relativas controladas

Muestra	Tratamiento	Ensayo HR a 100%	Ensayo a HR 70%	Unidades
M1	2.5+0.5	3.06325E-20	1.02108E-19	Kg/Pa*m*s
M2	2.5+0.5	3.06325E-20	1.02108E-19	Kg/Pa*m*s
M3	5+0.75	2.68034E-20	8.93448E-20 ↓	Kg/Pa*m*s
M4	5+0.75	↓ 2.29744E-20	7.65812E-20	Kg/Pa*m*s
M5	2.5+0.75	↓ 2.29744E-20	7.65812E-20	Kg/Pa*m*s
M6	5+0.5	↓ 2.29744E-20	7.65812E-20	Kg/Pa*m*s
M7	5+0.5	↑ 3.44616E-20	1.14872E-19 ↑	Kg/Pa*m*s
M8	2.5+0.75	2.68034E-20	8.93448E-20 ↓	Kg/Pa*m*s
M9	2.5Pva	3.06325E-20	1.02108E-19	Kg/Pa*m*s

Nota. Descripción de la permeabilidad en función de los tratamientos y humedades relativas controladas.

Figura 14

Ensayo posible aplicación de la película como membrana de adsorción



Nota. a) agua contaminada con petróleo, b) fragmento de película antes de la prueba, c) agua contaminada después del ensayo, d) fragmento de película después del ensayo.

RESULTADOS

Tabla 12

Resultados de las propiedades de tracción de las películas de PVA y celulosa

# películas	# Tratamiento	Especificación	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Área de la probeta (mm^2)	Esfuerzo máximo (Mpa)	%Elongación
P1	2	2.5 g PVA +0.75 g celulosa	0.47	20.02	9.41	5.43	40
P2	16	2.5 g PVA +0.5 g celulosa	0.46	20.01	9.20	4.60	35
P3	20	5 g PVA + 0.5 g celulosa	0.51	20.02	9.43	5.94	45
P4	1	5 g PVA+ 0.75 g celulosa	0.48	20.01	9.30	8.01	47

Nota. Descripción del esfuerzo máximo soportado respecto al ensayo de tracción.

Figura 15

Representación gráfica de la Fuerza vs desplazamiento en P2, P3 y P4

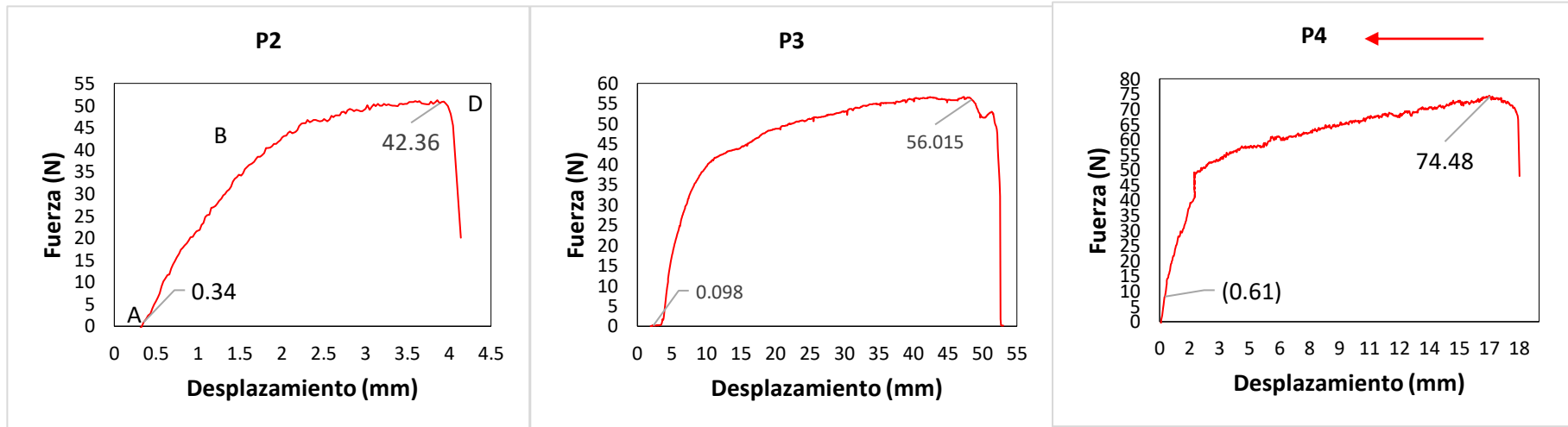
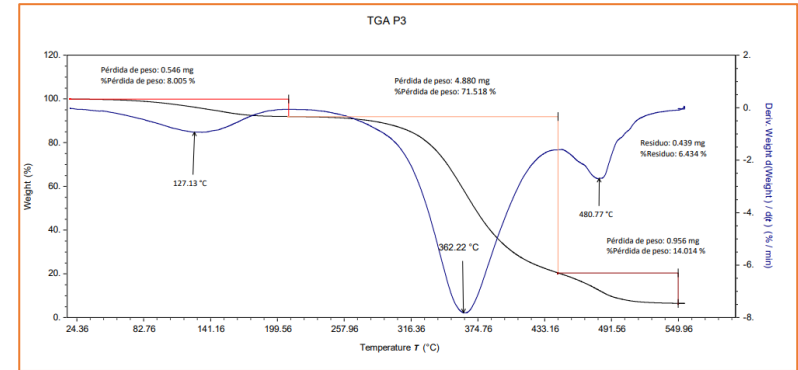
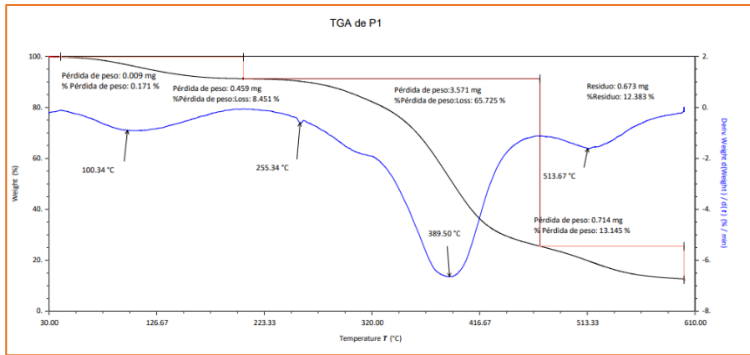


Figura 16

Termograma de P1, P3, Película de control

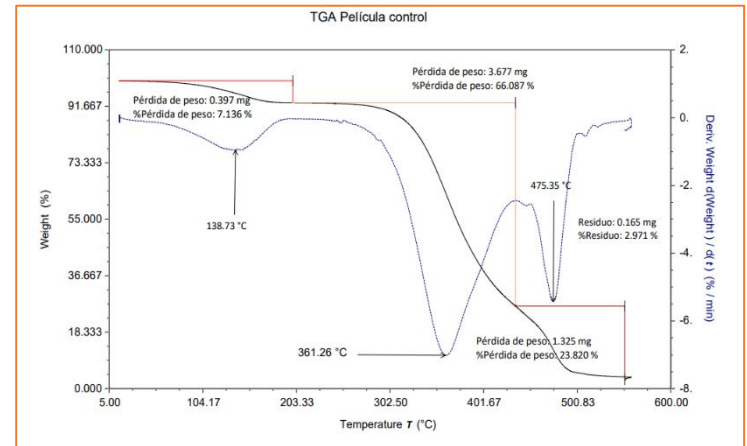


Nota. Análisis de termogravimetría para la película P1 correspondiente a 2.5 g PVA +0.75 g celulosa, P3 a 5 g de PVA+ 0.5 g celulosa , película de control 5 g PVA.

Tabla 13

Porcentajes de pérdida de masa en función de la temperatura

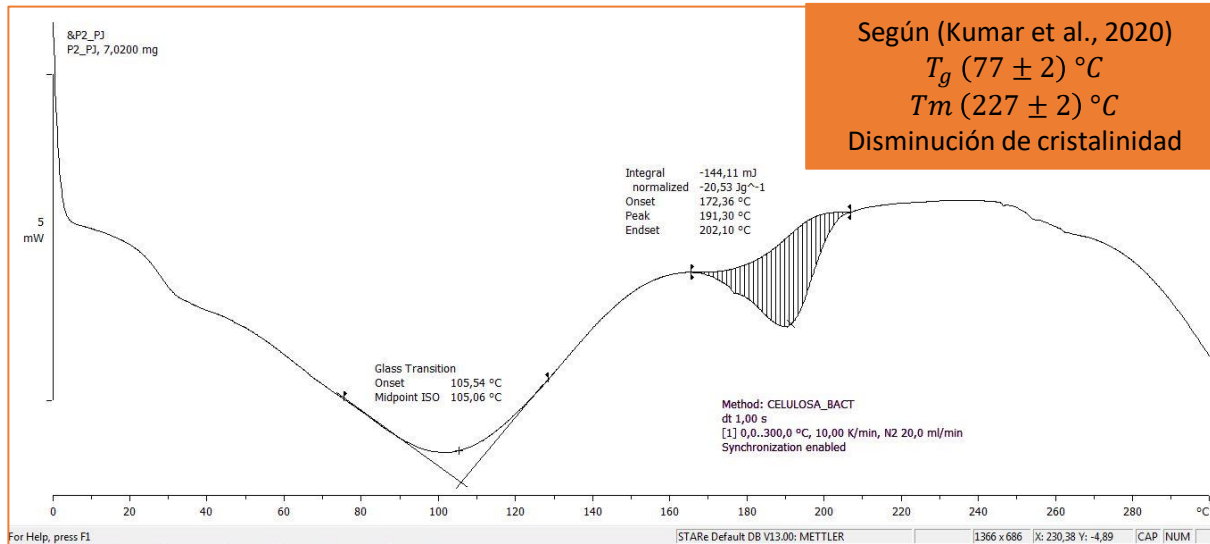
Película	ΔT °C	Pérdida de masa %	Cenizas %	Descripción
P1	30-100.34	0.0171	12.383	Evaporación de agua
	220-255.34	8.451		Ruptura de enlaces hidrógeno
	300-389.50	65.725		Descomposición
	450-513.67	13.145		Volatilización
P3	24.36-127.13	8.01	6.43	Evaporación
	200-362.22	71.51		Descomposición
	410-480.77	14.014		Carbonización
P control	16-138.73	7.13	2.97	Absorción de agua
	200-361.26	66.08		Ruptura de cadenas
	400-475.35	23.82		Descomposición polisacáridos



Según (Luzi et al., 2019) las películas con nano rellenos reflejan un primer pérdida de masa a temperaturas menores a 120 °C, la zona de inicio de degradación se genera en un rango de 192-216 °C, mientras la máxima está entre 322-329°C.

Figura 17

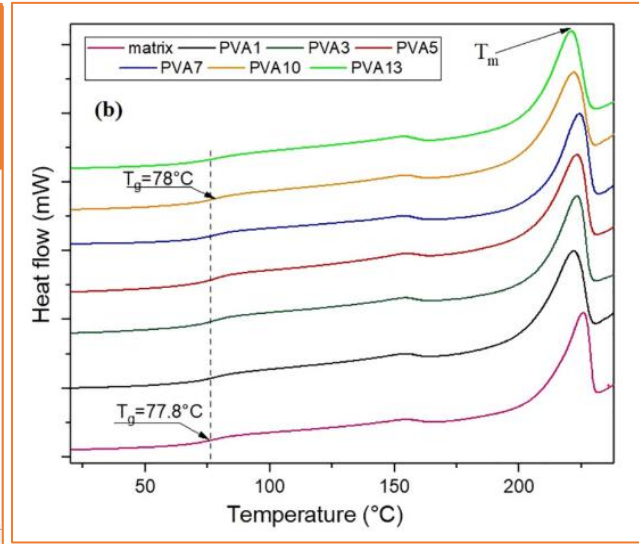
Termograma DSC de P2



Nota. Temperatura de transición vítrea y máximo punto de fusión para P2 compuesta por 2.5 g PVA +0.5 g celulosa.

Figura 18

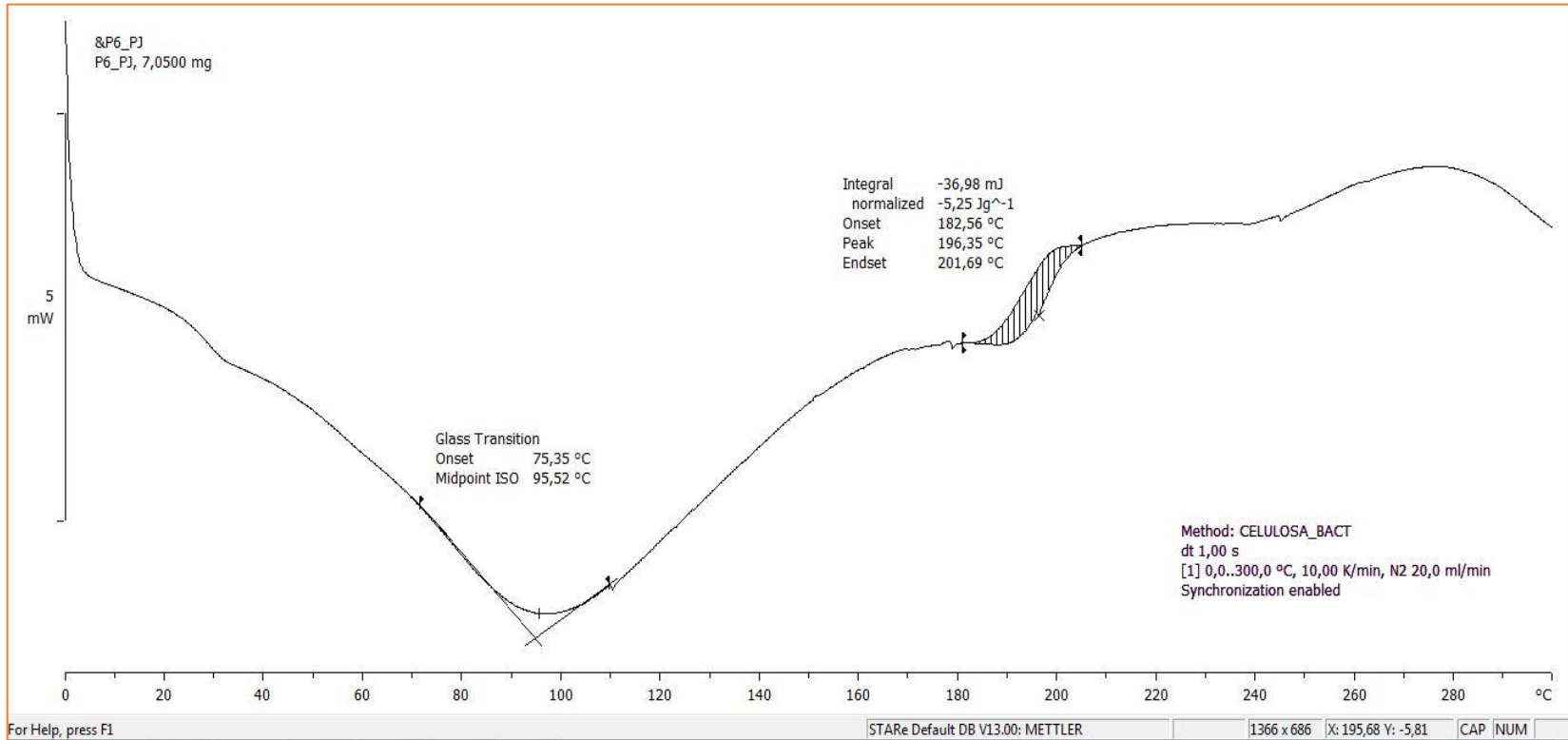
Termograma DSC de PVA



Nota. Temperatura de transición vítrea y máximo punto de fusión para PVA Tomado de Experimental Study of Polyvinyl Alcohol Nanocomposite Film Reinforced by Cellulose Nanofibers from Agave Cantala por (Yudhanto et al., 2021).

Figura 19

Termograma DSC de P6



Nota. Temperatura de transición vítrea y máximo punto de fusión para P6 compuesta por 2.5 g PVA +0.5 g celulosa+ 1 g Tara.

RESULTADOS

Tabla 14

Picos característicos de los componentes lignocelulósicos

Componente	Enlaces	Picos obtenidos cm^{-1}	Picos referenciales cm^{-1}
Celulosa	-OH	3344	3334
	=CH2	2904	-
	C-H	2848	2919
	-OH (H2O)	1632	1636
	Cadenas aromáticas	1368-1376	-
	=CH2, C-H	1422	1428
	C-O-C	1026	1023
	C-H	890	-
	C-OH	656	-
	Hemicelulosa	C-O-C	1038
-CH3		1462	-
=CH2		1462	-
C=O		1608	1716-1507
C-O		1200	1234
Lignina	N-glicosídico	1558	1155
	C=O	1706	1735
	C=C	1500	1507
	C-O	1222	1234
	C-H	2932	-

Nota. Comparación de picos obtenidos y picos referenciales por (Abdul Rahman et al., 2017), (Risite et al., 2022), (Kumar et al., 2020).

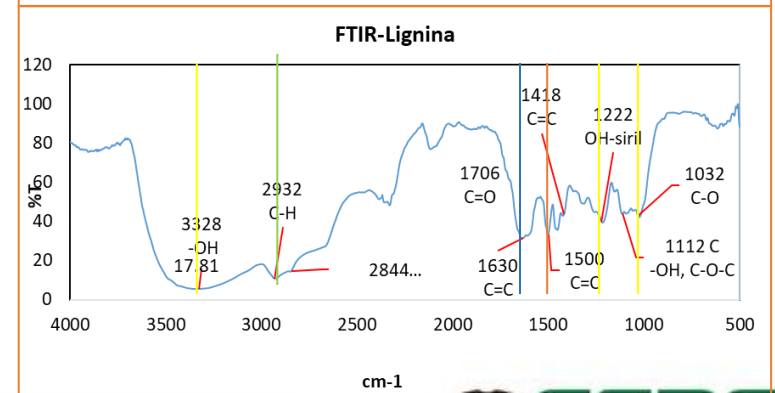
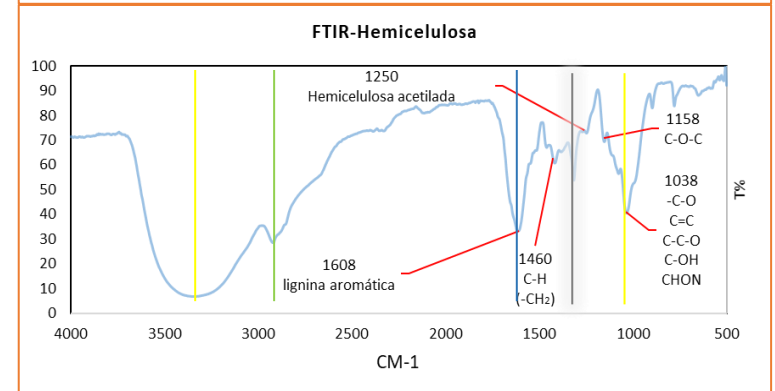
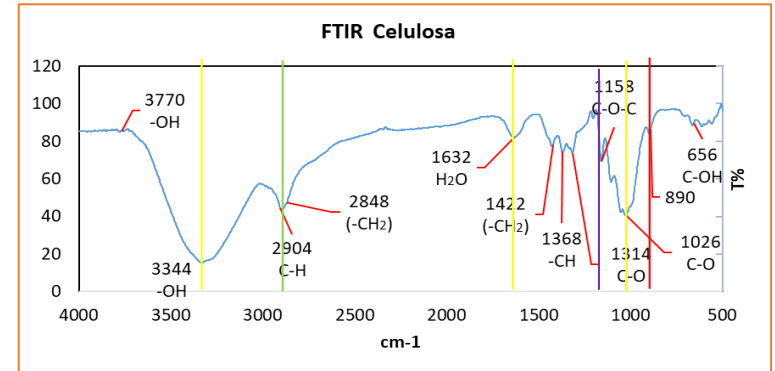
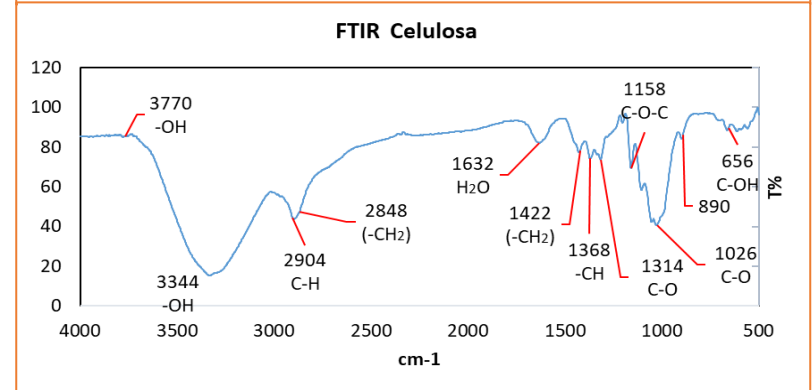
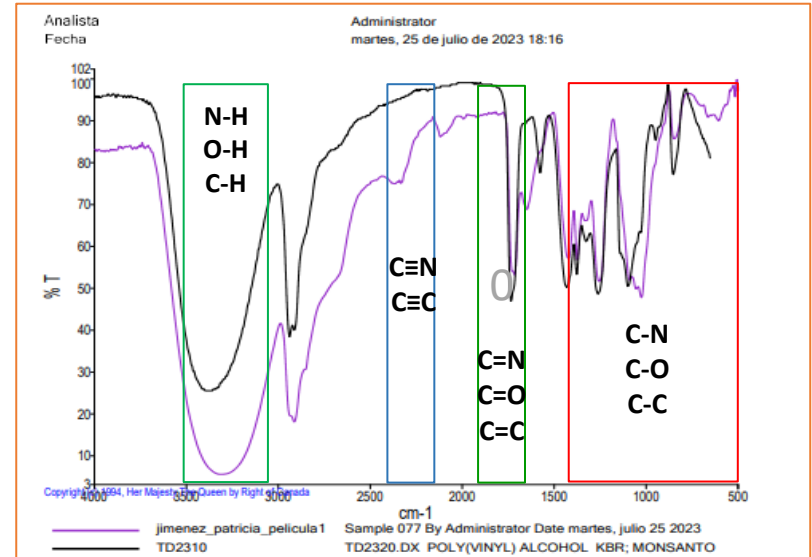
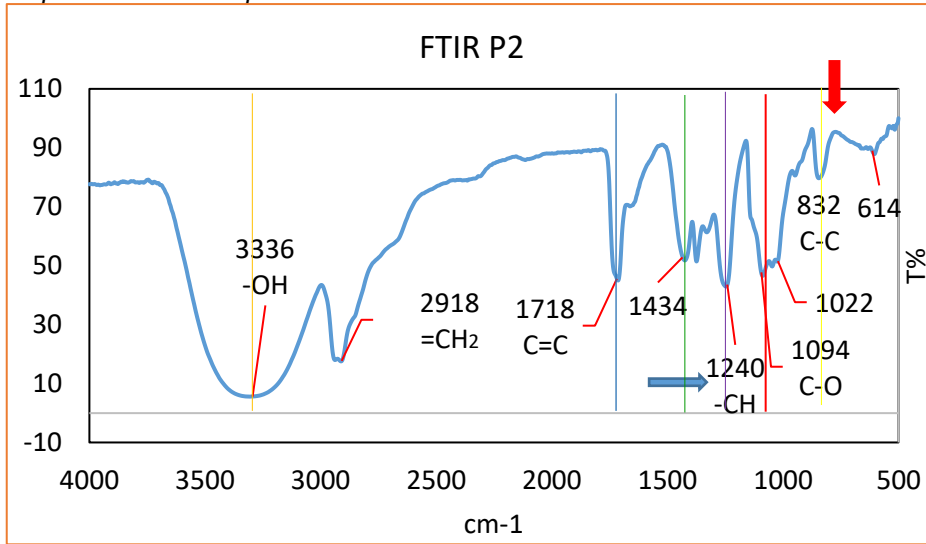


Figura 20

Espectro FTIR de la película P2



Enlaces	Picos obtenidos en Celulosa cm-1	Picos referenciales PVA cm-1	Picos obtenidos P2 cm-1
-OH	3344	3280	3336
=CH2	2904	2917	2918
C=O, C=C	-	1718	178
H2O	1632	-	-
Cadenas aromáticas	1368-1376	-	1372
=CH2, C-H	1422-1368	1430	1434
C-O-C	1158	-	-
C-O	1026	1081	1094
C-H	890	839	-
C-C	-	-	832
C-OH	656	-	614

CONCLUSIONES

- Conforme los resultados recolectados por investigación bibliográfica acerca de los componentes útiles presentes en los residuos de la planta de tomate, **la celulosa** es el material lignocelulósico en mayor proporción, generando un valor promedio de **40.71 %**, mientras que para la **hemicelulosa y la lignina** los porcentajes promedio son **11.66 % y 8.74 % respectivamente**.
- El desarrollo del trabajo permite identificar el aprovechamiento de los componentes en función de los tratamientos, usos y aplicaciones, después de su extracción, seleccionando a **la celulosa como el componente principal** a causa de ser la materia principal para ser **usada como material de refuerzo y nanorelleno en películas poliméricas**.
- La selección de materia prima, seguido de tratamientos físicos y aplicación de procesos químicos como la hidrólisis ácida y básica, permitieron la extracción de celulosa, lignina y hemicelulosa con un **rendimiento del 90.36 % referente a materia libre de extraíbles**, mientras que el rendimiento general respecto a la materia prima inicial es de 22.33 %, lo que indica **una pérdida de 77.66 %** de materia, a causa de los procesos de deshidratación en la primera fase, lavado, triturado y filtrado.

CONCLUSIONES

- El análisis de espectroscopia por infrarrojo permite evaluar los **picos característicos** de cada componente, observando las **bandas típicas**, en la celulosa se visibiliza el estiramiento de **-OH a 3344 cm^{-1}** , el estiramiento de **-CH a 2094 y 2848 cm^{-1}** ; mientras que a **890 cm^{-1}** se observó estiramiento de C-O-C de la celulosa presencia de enlaces glucosídicos, en la **hemicelulosa** se observa un pico a **1608 cm^{-1}** referente a la presencia de **lignina aromática** y a una banda de **1250 cm^{-1}** la **presencia de hemicelulosa acetilada**, finalmente el espectro de la lignina indica a grupos funcionales como OH de grupos fenólicos, además grupos de metilo, metileno a **2932 cm^{-1}** y anillos aromáticos en el rango de **$1630-1418\text{ cm}^{-1}$** .
- En cuanto al aprovechamiento de residuos como materia prima de valor agregado y contribución con el medio ambiente, **se seleccionan al PVA y a la tara** como posibles **componentes biocompatibles y biodegradables con la celulosa** en la formación de las películas como alternativa a plásticos sintéticos, aportando al buen uso de recursos y la preservación del medio ambiente.
- Teniendo en cuenta los resultados obtenidos mediante análisis bibliográfico y experimental de los residuos, se opta por la elaboración **de biopelículas a base de los componentes**, el uso de **la lignina** en disolución permitió obtener películas **de tonalidad oscura y de alta fragilidad**, mientras que el bajo rendimiento de hemicelulosa impidió ser empleado en las biopelículas, por ello se **selecciona a la celulosa como materia prima principal**.

CONCLUSIONES

- Para la obtención de películas con buen aspecto y buenas características físicas y estructurales se emplea a la **tara como componente aglutinante y al glicerol mejorando la elasticidad**, sin embargo, estas modificaciones resultan erróneas, debido a la **presencia de espuma y a la no homogeneidad de las películas**, además de **fragilidad por la textura quebradiza**.
- El análisis de varianza para los procesos de extracción de cada componente permite identificar los mejores tratamientos en base a la comparación de valores medios de pruebas físicas, mecánicas y estructurales, **obteniendo películas de PVA y celulosa con buena solubilidad, resistencia a la tracción y buenas barreras de permeabilidad al vapor**, inclusive se logra una mejor estética y homogeneidad, pudiendo ser empleadas en la fabricación de envases para alimentos de baja humedad.
- Debido a que las películas presentan **solubilidad baja** en componentes derivados de petróleo como la **acetona** y una estructura reticular por la celulosa, además de buena estabilidad térmica, **se somete a fragmentos de las películas en agua con petróleo**, en dónde se observa la **adhesión de los compuestos al área superficial**, lo que indica una posible aplicación en el tratamiento de aguas contaminadas por componentes orgánicos.

RECOMENDACIONES

- Se plantea realizar pruebas de adsorción en las películas con componentes del petróleo con la finalidad de analizar la eficiencia y retención de los compuestos en la superficie.
- Se propone emplear técnicas de ultrasonidos para mejorar la homogenización de la celulosa en la solución formadora de la película.
- Se recomienda realizar pruebas de degradación en el suelo y al ambiente con la finalidad de probar la descomposición en los diferentes ambientes.
- Es aconsejable realizar pruebas de microscopia electrónica de barrido, con el objetivo de estudiar las características estructurales de la superficie formada por la celulosa y el PVA.

GRACIAS
