

## NANOCELULOSA OBTENIDA DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES DEL CULTIVO DE PLÁTANO MACHO (*Musa paradisiaca* L.)

González-Soto R. A.<sup>a\*</sup>, Reyes-Atrizco, J. N.<sup>a</sup>, Gutiérrez-Meráz, F.<sup>a</sup>, Pacheco-Vargas, G.<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Centro de Desarrollo de Productos Bióticos (Ceprobi-IPN), Departamento de Desarrollo Tecnológico, Carretera Yautepec-Jojutla, Km. 6, Calle Ceprobi No. 8, Col. San Isidro, C.P. 62731, Morelos, México. \* [rsoto@ipn.mx](mailto:rsoto@ipn.mx)

### RESUMEN:

Se obtuvieron muestras de celulosa a partir del pseudotallo, raquis y cáscara, los cuales son residuos agroindustriales de la producción y procesamiento del plátano macho (*Musa Paradisiaca* L). Se midió la pureza y se observó el patrón de difracción de rayos X de las muestras aisladas, éstas fueron sometidas a una hidrólisis ácida para obtener nanocelulosa. A partir del pseudotallo se pudo obtener celulosa con un pureza del 79% y del 68% y 63% para cáscara y raquis, respectivamente. Las fibras de celulosa aisladas muestran un patrón de difracción de rayos X característico, asociado a las regiones cristalinas reportadas para la celulosa I. Las observaciones por MEB indican que con el procedimiento realizado, se puede obtener nanocelulosa a partir del raquis y pseudotallo del plátano macho con una morfología diferente para cada fuente, observándose para la muestra de pseudotallo fibras largas con un grosor entre 14 y 72 nm, y un largo que no es posible determinar, ya que las fibras se enredan imposibilitando la observación de los extremos. En la muestra de raquis se pueden observar estructuras en forma de aguja, con un largo aproximado entre 1 y 2 micras y un grosor entre 31 y 175 nm.

### ABSTRACT:

Cellulose samples were obtained from pseudostem, rachis and peel, which are agro-industrial waste from the production and processing of plantain (*Musa Paradisiaca* L). Purity was measured and the X-ray diffraction pattern of the isolated samples was observed; after the samples were subjected to acid hydrolysis to obtain nanocellulose. It was possible to obtain cellulose from the pseudostem with a purity of 79%, and for peel and rachis 68 and 63% of purity, respectively. SEM observations indicate that with the procedure used is possible to obtain nanocellulose from the rachis and plantain pseudostem with a X-ray diffraction pattern associated with the crystalline regions reported for cellulose I. The morphology of nanocelluloses is different for each source; for the sample from the pseudostem, long fibers with a thickness between 14 and 72 nm and a length that is not possible to determine, since the fibers are entangled and it is not possible to see the edges. In the rachis sample can be observed needle-shaped structures with an average length between 1 and 2 microns and a thickness between 31 and 175 nm.

### Palabras clave:

Nanocelulosa, plátano macho, residuos agroindustriales.

### Keyword:

Cellulose nanowhiskers, banana, agroindustrial waste.

**Área:** Frutas y Hortalizas

### INTRODUCCIÓN

La celulosa es el principal componente de la pared celular de las plantas superiores y por lo tanto el compuesto orgánico e hidrato de carbono más abundante en la Tierra (Cuamatzi & Melo, 2004). Es de un homopolímero lineal e insoluble de alto peso molecular, de repetidas unidades de  $\beta$ -D-glucopiranosas unidas por enlaces glicosídicos  $\beta$  (1–4). Debido a su linealidad y su naturaleza estereorregular, las moléculas de celulosa se asocian sobre regiones extendidas, formando policristales y haces fibrosos, en el que las cadenas moleculares en

regiones cristalinas se mantienen juntas por numerosos enlaces de hidrógeno (Whistler & BeMiller, 1999). La nanocelulosa es un material celulósico que tiene al menos una dimensión en el intervalo de nanómetros y es la forma estructural más básica de este polisacárido; es posible obtener nanofibras y nanocristales de celulosa a través de distintos procesos mecánicos, químicos, enzimáticos o biológicos. Recientemente estas nano-estructuras han ganado atención científica, debido a su aplicación en nano-materiales de fuentes renovables. En este contexto la obtención de nanocelulosa a partir de fibras vegetales ofrece un gran atractivo, y se ha buscado la manera de aislar nanocelulosa mediante la aplicación de diferentes métodos a partir del aprovechamiento de diversos residuos agroindustriales generados en el mundo. Estas nanocelulosas poseen diversas ventajas en la ingeniería de materiales, tales como su bajo costo y densidad, además de ser renovables, biodegradables, y no tóxicas; además se pueden usar como refuerzo en distintos polímeros y en aplicaciones en las que se requiera una alta transparencia y baja expansión térmica, entre otras.

En México el cultivo de plátano es una de las principales fuentes de fibras vegetales, ya que sólo se aprovecha una fracción de su biomasa, quedando una gran parte de la planta sin utilizar, constituida principalmente por el pseudotallo, raquis, hojas y cáscara del fruto (Valencia & Lozada, 1991). Estos recursos residuales son ricos en celulosa por lo que pueden ser aprovechados para la extracción de la misma y su posterior conversión a nanocelulosa. Sin embargo dependiendo del método de obtención y de la materia prima empleada, el grado de polimerización, la morfología y la relación de aspecto de las nanofibras será diferente (Wang, et al., 2007). En esta investigación se aislaron nanofibras de celulosa obtenidas de los principales residuos agroindustriales de plátano macho: cáscara, pseudotallo y raquis y se realizó una caracterización parcial de sus propiedades fisicoquímicas y morfológicas.

### **MATERIALES Y MÉTODOS**

Se utilizaron la cáscara, pseudotallo y raquis de plátano macho, los cuales fueron previamente sometidos a un proceso de secado a 45°C y una posterior molienda.

#### **Extracción de celulosa**

Se utilizó un proceso adaptado por Abraham, *et al.* (2011) y Cherian, *et al.* (2008), que consistió en un tratamiento alcalino con 2% de hidróxido de sodio por 6 h a una temperatura de 30°C. Posteriormente la fibra mercerizada se procesó en una autoclave a una presión de 150 Pa por 1.5 h, a una temperatura de 125 °C. Finalmente la fibra se blanqueó con clorito de sodio al 1% a 75°C por 2 h, a un pH de 4. Posteriormente, la celulosa se sometió a una hidrólisis parcial, utilizando ácido oxálico al 5% y seguido de un segundo paso en autoclave a 150 Pa por 1.5 h a una temperatura de 125 °C. Una vez terminado el tratamiento se lavó con agua destilada y se centrifugó a 2500 rpm por 20 min.

#### **Cuantificación de celulosa**

Para la cuantificación de celulosa se empleó el método de Kurschner & Hoffer de la Technical Association for the Pulp and Paper Industries (1998), utilizando celulosa micro cristalina Sigma 435244 como control.

#### **Obtención de nanocelulosa mediante hidrólisis ácida**

La celulosa parcialmente hidrolizada se mezcló con una solución al 15% p/p de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 45°C, con agitación continua durante 30 minutos. Pasado el tiempo la muestra se centrifugo a 6000 rpm durante 30 min a 12°C. Se lavó hasta retirar los residuos de ácido.

### Microscopía electrónica de barrido

Se empleó un microscopio electrónico de barrido (SEM) marca Carl Zeiss, modelo Evo LS10 (Alemania) con un voltaje de 10 kV. La muestra fue montada sobre un portamuestras de aluminio utilizando una cinta de doble cara.

### Difracción de Rayos X

Se utilizó un difractómetro de la marca PANalytical modelo X Pert PRO MRD (Holanda) con un Tubo de Rayos X con radiación de Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$ ) con foco lineal, con 45 kV y 40 mA de potencia. Se realizaron mediciones en geometría simétrica o de polvos ( $\theta-2\theta$ ) realizando el barrido de 10 a 50 grados con un tamaño de paso de 0.05 y un tiempo por paso de 500 s.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Determinación del porcentaje de celulosa

En la Tabla I se muestra el contenido de celulosa de las muestras sin tratamiento y la celulosa aislada de pseudotallo, raquis y cáscara de plátano macho. En las muestras no tratadas se observa que el pseudotallo es el que tiene un mayor porcentaje de celulosa, mientras que las muestras de raquis y cáscara presentan un valor similar y menor al del pseudotallo, mostrando una diferencia estadística significativa. Esto se refleja también en las muestras de celulosa aislada ya que presentan la misma tendencia que las muestras originales, siendo la muestra de pseudotallo la que tiene el valor más alto de pureza.

Tabla I.- Contenido de celulosa en muestras de raquis, pseudotallo y cáscara de plátano macho sin tratamiento y muestras aisladas.

Muestra	Muestra	Celulosa (%)
Sin tratamiento	Raquis	18.8 ± 2.43 <sup>a</sup>
	Pseudotallo	28.5 ± 3.06 <sup>b</sup>
	Cáscara	17.9 ± 2.84 <sup>a</sup>
Celulosa	Raquis	68.8 ± 2.89 <sup>c</sup>
	Pseudotallo	79.0 ± 3.67 <sup>d</sup>
	Cáscara	63.6 ± 2.75 <sup>c</sup>

Letras iguales indican que no existe diferencia estadística significativa.

### Estudio morfológico de la celulosa y nanocelulosa

En la Figura 1 se pueden observar las fotomicrografías de las celulosas aisladas a partir de cáscara, pseudotallo y raquis de plátano macho y son comparadas con un control de celulosa comercial marca Sigma-Aldrich 435236 (USA). Al observar al microscopio la celulosa comercial (Figura 1A), podemos distinguir estructuras fibrosas con un heterogéneo perfil de tamaños que pueden alcanzar desde un par de micras hasta estructuras de 20 micras de ancho x 65 micras de largo aproximadamente. En la Figura 1B, se muestra la fotomicrografía de la celulosa aislada a partir de cáscara de plátano, en esta imagen podemos observar algunas estructuras fibrosas

de menor tamaño que parecen estar embebidas dentro de otros materiales gomosos, los cuales podrían ser gomas o pectinas que se encuentran abundantemente en esta muestra. Esto coincide con los porcentajes de pureza que se determinaron con el método químico, los cuáles fueron menores para la muestra de cáscara.

En la Figura 1C, observamos estructuras fibrosas las cuales fueron obtenidas a partir de pseudotallo de plátano macho; estas estructuras presentan un mayor tamaño que las de la muestra de control comercial, tanto en el grosor, como en lo largo. En la Figura 1D, se muestran la celulosa obtenida a partir de raquis de plátano, donde se observan estructuras fibrosas de diversos grosores y largos, que conforman una intrincada y densa red que no permite distinguir en donde comienzan y terminan las fibras.

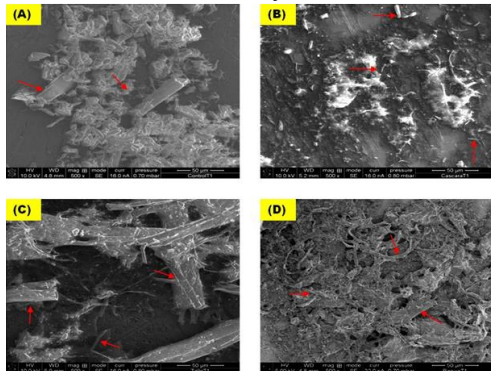


Figura 1.- Fotomicrografías de celulosa aislada (A) celulosa comercial, (B) celulosa de Cáscara, (C) celulosa de Pseudotallo y (D) celulosa de raquis, con un aumento de 500x.

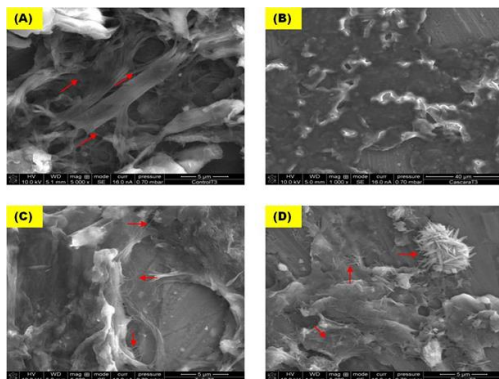


Figura 2.- Microfotomicrografías de nanocelulosa aislada de (A) Celulosa comercial, (B) Cáscara, (C) Pseudotallo y (D) Raquis de plátano macho; tratadas con ácido sulfúrico al 15%; con un aumento de 5,000x.

En la Figura 2 observamos las microfotografías de la nanocelulosas obtenidas en por hidrólisis ácida. En la muestra control (Figura 2A) el tratamiento con ácido sulfúrico permite el rompimiento parcial de las fibras en hebras de menor diámetro. La Figura 2B muestra la celulosa hidrolizada de cáscara de plátano, sin embargo no se alcanzan a distinguir fibras, probablemente al ser reducidas de tamaño, las fibras de celulosa quedan embebidas en la matriz de polímeros (gomas o pectinas), presentes en ésta muestra. En las Figuras 2C y 2D se observan las estructuras fibrosas de escala nanométrica que fueron obtenidas de pseudotallo y raquis respectivamente. En las muestras de nanocelulosa control (comercial) y del pseudotallo sólo se pudo medir el grosor de las fibras que varía entre 18 y 91 nm para la el control y entre 14 y 72 nm para la muestra de pseudotallo, el largo de las fibras no es posible determinarlo, ya que se trata de fibras largas las cuales se enredan y no es posible determinar sus extremos. En la muestra de raquis se pueden observar estructuras en forma de aguja con un largo aproximado entre 1 y 2 micras y un grosor entre 31 y 175 nm.

### Difracción de Rayos X

Con el objetivo de hacer una caracterización de la estructura de las nanofibras de celulosa provenientes de los residuos de plátano, fueron analizadas mediante XRD y comparados con una muestra comercial de celulosa. En el difractograma de la celulosa comercial que se muestra en la Figura 3A, se puede observar un hombro o salto en el rango de  $2\theta = 14^\circ$ - $16^\circ$  asociados a una parte amorfa propia de un polímero y un pico cercano a  $2\theta = 22^\circ$  que representa una fase estructural cristalina característica de la celulosa, al igual otro pico en  $2\theta = 34^\circ$ . Este mismo comportamiento se puede observar en la nanocelulosa obtenida por hidrólisis ácida. El mismo patrón de difracción lo presentaron los difractogramas de las celulosas y nanocelulosas obtenidas de los residuos de plátano: cáscara (Fig. 3B), pseudotallo (Fig. 3C) y raquis (Fig. 3D); donde se aprecia claramente la zona amorfa en  $15^\circ$  y  $34^\circ$ , y picos bien definidos en  $22^\circ$  asociados a las regiones cristalinas que han sido reportadas para la estructura de la celulosa I (Isogai, *et al.*, 1989 y Visakh & Thomas, 2010).

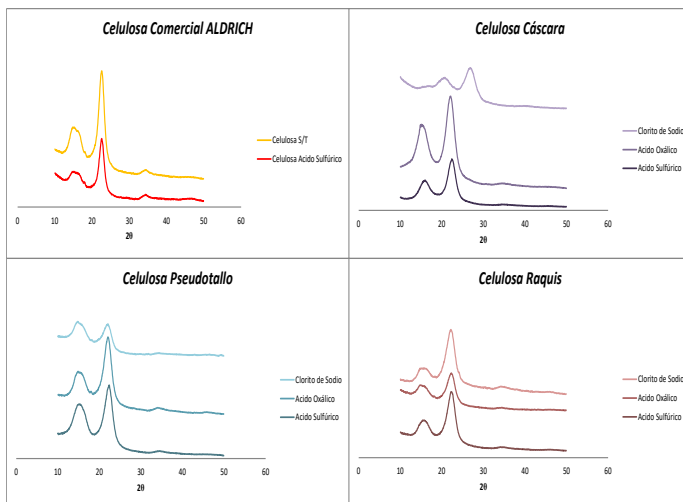


Figura 3.- Difractogramas de muestras de celulosa y nanocelulosa obtenidas de (A) muestra comercial, (B) cáscara, (C) pseudotallo y (D) raquis de plátano macho.

### CONCLUSIONES

Se aisló celulosa a partir de los desechos agroindustriales del plátano macho (*Musa paradisiaca* L.). Los patrones de difracción de rayos X de la celulosa de cáscara, pseudotallo y raquis permitieron confirmar que el tipo de celulosa presente era de tipo I, aunque se obtuvo una mayor pureza en la celulosa aislada de pseudotallo. Se obtuvieron fibras de celulosa a escala nanométrica a partir del pseudotallo y raquis observándose que la morfología y dimensiones de las nanofibras de celulosa son diferentes para cada fuente.

### BIBLIOGRAFÍA

- Abraham, E., Deepa, B., Pothan, L., Jacob, M., Thomas, S., Cvelbar, U., y otros. (2011). Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach. *Carbohydrate Polymers Vol. 86* , 1468– 1475.
- Cuamatzi, Ó., & Melo, V. (2004). *Bioquímica de los Procesos Metabólicos*. México, D.F.: Reverte.
- Isogai, A., Usuda, M., Kato, T., Uryu, T., & Atalla, R. H. (1989). Solid-state CP/MAS <sup>13</sup>C NMR Study of Cellulose Polymorphs. *Macromolecules Vol. 22* , 3168-3172.
- Valencia, J., & Lozada, J. (1991). La planta y el fruto. En S. L. Belalcázar, *Manual de Asistencia Técnica No. 50 ICA, El cultivo del plátano en el trópico* (págs. 45-89,379). Armenia, Quindío: INIBAP.
- Visakh, P. M., & Thomas, S. (2010). Preparation of Bionanomaterials and their Polymer Nanocomposites from Waste and Biomass. *Waste Biomass Valor Vol. 1* , 121-134.
- Wang, B., Sain, M., & Oksman, K. (2007). Study of Structural Morphology of Hemp Fiber from the Micro to the Nanoscale. *Appl Compos Mater Vol. 14* , 89-103.
- Whistler, R. L., & BeMiller, J. N. (1999). *Carbohydrate Chemistry for Food Scientists*. St. Paul, Minnesota: eagan press.

“Se reconoce el apoyo experimental del CNMN-IPN en la realización de los trabajos presentados.”