



Universidad de Oviedo

TRABAJO FIN DE MÁSTER

**MÁSTER EN INGENIERÍA QUÍMICA**

**EXTRACCIÓN DE  
CELULOSA Y PECTINA A  
PARTIR DE RESIDUOS  
AGROALIMENTARIOS**

*Por*

Jose Bernardo Vera Canchucaja

Oviedo, julio de 2025

## RESUMEN

En el presente trabajo se han estudiado métodos sostenibles para la extracción de celulosa y pectina a partir de residuos agroalimentarios, con el objetivo de valorizar estos subproductos como fuentes renovables de biopolímeros de interés industrial. Se han utilizado cáscaras de avellana como materia prima lignocelulósica para la obtención de celulosa, y residuos frutales procedentes de naranja, manzana y pera para la extracción de pectina, promoviendo así un enfoque de economía circular que contribuya a la reducción del impacto ambiental de la industria agroalimentaria.

La extracción de celulosa se ha realizado mediante tratamientos químicos con soluciones de hidróxido de sodio (NaOH) a distintas concentraciones (1–10% w/v), temperaturas (80–130 °C) y tiempos de reacción (30–360 min), seguidos en algunos casos de un proceso de blanqueamiento con clorito de sodio (NaClO<sub>2</sub>) en condiciones controladas. A partir de estos tratamientos, se ha evaluado el rendimiento de extracción y blanqueamiento, y la pureza de la celulosa mediante un análisis estructural de la biomasa inicial y caracterizaciones de los productos finales, empleando técnicas de análisis químico como la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y el análisis termogravimétrico (TGA). Se ha encontrado que las condiciones más suaves (baja concentración de NaOH y temperaturas moderadas) permiten mayores rendimientos de extracción, mientras que las condiciones más intensas (alta concentración de NaOH) conducen a productos con mayor pureza en celulosa, pero disminuyendo el peso final del extraído con respecto al de la materia prima empleada.

Por otro lado, la pectina se ha extraído mediante un proceso de hidrólisis ácida controlada con HCl, seguida de una precipitación alcohólica mediante etanol absoluto. Para ello, se utilizaron como materia prima residuos secos y molidos de pulpa de naranja y restos de manzana y pera, aplicando un tratamiento de hidrólisis ácida a 80 °C y 0.5 M HCl. La pectina se recuperó posteriormente por precipitación en frío (5 °C), filtración y secado, obteniéndose un producto potencialmente aplicable en la industria alimentaria, cosmética y farmacéutica.

Los resultados obtenidos en ambos procesos permiten concluir que tanto la cáscara de avellana como los residuos frutales son materias primas viables para la obtención de biopolímeros como celulosa y pectina, presentando un elevado potencial de valorización. Estos resultados refuerzan la viabilidad técnica de esta estrategia y su contribución al desarrollo de procesos sostenibles en el marco de la economía circular, con un claro enfoque hacia la reutilización de residuos agrícolas, la reducción de desechos orgánicos y la transición hacia modelos industriales más sostenibles.

## ***EXECUTIVE SUMMARY***

In the present work, sustainable methods for the extraction of cellulose and pectin from agri-food waste have been studied, with the aim of valorizing these by-products as renewable sources of biopolymers of industrial interest. Hazelnut shells have been used as lignocellulosic raw material for cellulose extraction, while fruit residues from oranges, apples, and pears have been used for pectin extraction, thus promoting a circular economy approach that contributes to reducing the environmental impact of the agri-food industry.

Cellulose extraction was carried out using chemical treatments with sodium hydroxide (NaOH) solutions at different concentrations (1–10% w/v), temperatures (80–130 °C), and reaction times (30–360 min), followed in some cases by a bleaching process with sodium chlorite (NaClO<sub>2</sub>) under controlled conditions. From these treatments, the extraction and bleaching yield, as well as the cellulose purity, were evaluated through structural analysis of the initial biomass and characterization of the final products, using chemical analysis techniques such as Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Thermogravimetric Analysis (TGA). It was found that milder conditions (low NaOH concentration and moderate temperatures) allow for higher extraction yields, while more intense conditions (high NaOH concentration) result in products with higher cellulose purity, though with a reduced final yield compared to the raw material used.

On the other hand, pectin was extracted through a controlled acid hydrolysis process using HCl, followed by alcoholic precipitation with absolute ethanol. For this purpose, dried and ground residues of orange pulp and leftover apple and pear were used as raw materials, applying acid hydrolysis treatment at 80 °C and 0.5 M HCl. The pectin was later recovered by cold precipitation (5 °C), filtration, and drying, yielding a product potentially applicable in the food, cosmetic, and pharmaceutical industries.

The results obtained from both processes allow the conclusion that hazelnut shells and fruit residues are viable raw materials for obtaining biopolymers such as cellulose and pectin, showing high valorization potential. These results reinforce the technical feasibility of this strategy and its contribution to the development of sustainable processes within the framework of the circular economy, with a clear focus on agricultural waste reuse, organic waste reduction, and the transition toward more sustainable industrial models.

# ÍNDICE

<b>1. OBJETO</b>	<b>10</b>
<b>2. CONSIDERACIONES BÁSICAS</b>	<b>13</b>
<b>2.1. Introducción a la extracción de celulosa</b>	<b>14</b>
2.1.1. Generación de residuos de frutos secos	14
2.1.2. Composición química de las cáscaras de frutos secos	15
2.1.3. Aplicaciones de la celulosa	16
2.1.4. Método de extracción de celulosa empleado	17
<b>2.2. Introducción a la extracción de pectina</b>	<b>19</b>
2.2.1. Estructura química de la pectina	19
2.2.2. Aplicaciones de la pectina	20
2.2.3. Métodos de extracción de pectina	21
<b>3. MATERIALES Y MÉTODOS</b>	<b>22</b>
<b>3.1. Análisis estructural de la biomasa (cáscara de avellana)</b>	<b>23</b>
3.1.1. Preparación de la biomasa	24
3.1.2. Eliminación de extraíbles	24
3.1.3. Determinación de humedad	26
3.1.4. Determinación de cenizas	27
3.1.5. Determinación de holocelulosa	27
3.1.6. Determinación de celulosa y hemicelulosa	28
3.1.7. Determinación de lignina	29
<b>3.2. Extracción de celulosa y optimización de parámetros</b>	<b>30</b>
<b>3.3. Análisis químico de la celulosa obtenida</b>	<b>34</b>
3.3.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	34

3.3.2. Análisis termogravimétrico (TGA)	36
<b>3.4. Extracción de pectina a partir de residuos naranja, manzana y pera</b>	<b>37</b>
3.4.1. Preparación de la materia prima	38
3.4.2. Hidrólisis ácida	38
3.4.3. Precipitación de la pectina	39
<b>4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>40</b>
<b>4.1. Resultados del análisis estructural de la biomasa (cáscara de avellana)</b>	<b>41</b>
<b>4.2. Efecto de las condiciones de extracción de celulosa</b>	<b>43</b>
<b>4.3. Resultados de los análisis químicos de las muestras de celulosa</b>	<b>46</b>
4.3.1. Análisis por FTIR	46
4.3.2. Análisis TGA	48
<b>4.4. Resultados de la extracción de pectina a partir de residuos frutales</b>	<b>50</b>
<b>5. CONCLUSIONES</b>	<b>53</b>
<b>6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>56</b>
<b>APÉNDICES</b>	<b>61</b>
<b>A. Lista de símbolos</b>	<b>62</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla I. Especificaciones de los métodos de determinación de holocelulosa, estandarizado y novedoso respectivamente (Álvarez et al., 2018).	28
Tabla II. Condiciones de extracción del primer procedimiento.	31
Tabla III. Condiciones de extracción del segundo procedimiento.	32
Tabla IV. Principales grupos funcionales de hemicelulosa, celulosa y lignina (Yang et al., 2007).	35
Tabla V. Rangos de temperatura típicos para residuos lignocelulósicos (Yang et al., 2007).	36
Tabla VI. Porcentaje de extraíbles en la biomasa de partida.	41
Tabla VII. Porcentaje de humedad en la biomasa libre de extraíbles.	41
Tabla VIII. Porcentaje de cenizas en la biomasa libre de extraíbles.	41
Tabla IX. Porcentaje de holocelulosa en la biomasa libre de extraíbles.	41
Tabla X. Porcentaje de celulosa en la biomasa libre de extraíbles.	42
Tabla XI. Porcentaje de lignina insoluble en la biomasa libre de extraíbles.	42
Tabla XII. Porcentaje de lignina soluble en la biomasa libre de extraíbles.	42
Tabla XIII. Análisis de la composición de muestras de biomasa no leñosa (Álvarez et al., 2018).	43
Tabla XIV. Resultados de las condiciones de extracción preliminares.	43
Tabla XV. Condiciones de hidrólisis para 25 g de cascarilla molida, tamizada a 0.5 mm y en un volumen de reacción de 625 ml.	45
Tabla XVI. Resultados de las extracciones de pectina a partir de residuos de fruta.	51

## ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1. Volumen de las principales producciones de frutos secos en España en 2022, por tipo (en miles de toneladas) (Orús, 2024).	15
Fig. 2. Fórmula química de la celulosa (Universidad de Valladolid, s.f.).	16
Fig. 3. Representación esquemática del proceso de extracción de microfibras de celulosa (CMF) y del proceso de preparación del composite CMF/alcohol polivinílico (PVA) (Chanthavong et al., 2023).	18
Fig. 4. Molécula de Pectina con grupos metoxilo (Todo en polímeros, 2018).	20
Fig. 5. Moléculas de pectina unidas por enlaces de calcio (Voragen et al., 2009).	20
Fig. 6. Esquema de la determinación del análisis estructural de la biomasa (Álvarez et al., 2018).	23
Fig. 7. Molienda y tamizado de la biomasa inicial (cáscara de avellana).	24
Fig. 8. Eliminación de extraíbles empleando un extractor Soxhlet.	25
Fig. 9. Proceso de extracción de extraíbles. A. Lavado y filtrado de la biomasa extraída. B. Extracción con agua destilada. C. Muestra de biomasa seca libre de extraíbles.	26
Fig. 10. Medición de la humedad en la biomasa libre de extraíbles.	26
Fig. 11. Mufla utilizada en el análisis.	27
Fig. 12. Esquema del primer método de extracción empleado (Sogut y Cakmak, 2020).	31
Fig. 13. Esquema del segundo método de extracción empleado (Susi et al., 2022).	32
Fig. 14. Muestra seca después del blanqueamiento del experimento 14.	33
Fig. 15. Muestras obtenidas de lignina (izquierda) y mezcla de lignina y celulosa (derecha) para un extraído sin blanquear.	34

Fig. 16. Espectros FTIR de los tres componentes típicos de la biomasa (Yang et al., 2007).	35
Fig. 17. Esquema del proceso de extracción de pectina (Iriarte, 2024).	37
Fig. 18. Residuo de pulpa de naranja utilizado como materia prima.	38
Fig. 19. Residuos sólidos generados tras la hidrólisis ácida.	38
Fig. 20. Precipitación del gel pectínico a partir de residuos de manzana.	39
Fig. 21. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 13.	47
Fig. 22. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 14.	47
Fig. 23. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 16, junto con celulosa comercial.	48
Fig. 24. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 13.	49
Fig. 25. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 14.	49
Fig. 26. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 15.	50
Fig. 27. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 16.	50

## **1. OBJETO**

La producción masiva de alimentos y bebidas genera anualmente millones de toneladas de residuos agroalimentarios. Estos subproductos, tradicionalmente considerados como desechos, representan en realidad una fuente rica y versátil de compuestos de alto valor añadido. En un contexto de creciente preocupación por la sostenibilidad ambiental, el cambio climático y la sobreexplotación de los recursos naturales, la valorización de residuos orgánicos emerge como una vía clave para fomentar la economía circular y reducir la dependencia de materiales de origen fósil.

En este escenario, el presente Trabajo Fin de Máster se enmarca en el ámbito de la ingeniería química verde y tiene como finalidad principal el estudio, desarrollo y optimización de métodos de extracción de celulosa y pectina a partir de residuos agroalimentarios. En concreto, se plantea la utilización de cáscaras de avellana como fuente lignocelulósica para la obtención de celulosa, y de residuos frutales procedentes de naranja, manzana y pera para la recuperación de pectina. Ambos compuestos son biopolímeros de amplio interés industrial, cuyas aplicaciones abarcan desde el sector alimentario y farmacéutico hasta la elaboración de bioplásticos y materiales compuestos.

La celulosa, el polisacárido estructural más abundante de la biosfera, constituye un material biodegradable, renovable y con gran capacidad de modificación química. Su extracción desde fuentes residuales como la cáscara de avellana requiere procesos capaces de eliminar eficazmente los componentes no deseados, como la lignina y la hemicelulosa. Para ello, se emplean tratamientos alcalinos con hidróxido sódico (NaOH), escalables a nivel industrial, cuyas condiciones se han evaluado y ajustado en este trabajo en términos de concentración, temperatura y tiempo de reacción. Posteriormente, se aplican procesos de blanqueamiento con clorito de sodio (NaClO<sub>2</sub>) para mejorar la pureza del producto final. El impacto de estas variables sobre el rendimiento de extracción y de blanqueamiento, y la calidad de la celulosa se ha analizado cuantitativamente y mediante técnicas de caracterización como la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y el análisis termogravimétrico (TGA).

Por otro lado, la pectina es un polisacárido complejo presente en las paredes celulares de frutas y verduras, ampliamente utilizado como agente gelificante, espesante y estabilizante. Su recuperación a partir de subproductos del procesado de frutas, en particular, pulpa de naranja, corazones y tallos de manzana y pera, permite reducir la cantidad de residuos orgánicos generados, además de abrir nuevas oportunidades económicas para la industria agroalimentaria. La extracción de pectina en este trabajo se lleva a cabo mediante hidrólisis ácida controlada, seguida de precipitación alcohólica y secado.

Así, el presente TFM persigue varios objetivos interrelacionados: evaluar la viabilidad técnica de extraer celulosa y pectina a partir de residuos agroindustriales; optimizar las condiciones experimentales para maximizar el rendimiento y la pureza de los productos obtenidos; y caracterizar los productos resultantes para comprobar su calidad y adecuación a posibles aplicaciones industriales. Todo ello con el fin último de contribuir al desarrollo de procesos sostenibles que fomenten la valorización de residuos agrícolas, disminuyan la carga ambiental del sector agroalimentario y refuercen el papel de la ingeniería química en la transición hacia un modelo económico más verde, circular y resiliente.

## **2. CONSIDERACIONES BÁSICAS**

## **2.1. INTRODUCCIÓN A LA EXTRACCIÓN DE CELULOSA**

La creciente preocupación por el impacto ambiental y la necesidad de desarrollar alternativas sostenibles han impulsado el interés en el aprovechamiento de residuos agroindustriales. Entre estos residuos, las cáscaras de frutos secos, como las de avellana, se destacan por su alta disponibilidad y su potencial para convertirse en materias primas valiosas. Estos subproductos, que suelen ser desechados o subutilizados, contienen componentes como la celulosa, que pueden ser extraídos y empleados en diversas aplicaciones industriales.

La celulosa es el principal polisacárido estructural en las plantas y constituye una de las biomoléculas más abundantes y versátiles. Sus propiedades, como la biodegradabilidad, el bajo costo y la capacidad de modificación química, la hacen una candidata ideal para aplicaciones en la fabricación de bioplásticos, papel, productos farmacéuticos, materiales compuestos y producción de biocombustibles.

En el caso de la cáscara de avellana, su composición lignocelulósica la convierte en un recurso atractivo para la extracción de celulosa. Este proceso implica la separación de los componentes principales de la biomasa: celulosa, hemicelulosa y lignina. Para ello, se emplean tratamientos químicos y físicos que buscan optimizar la recuperación de celulosa con una pureza adecuada, minimizando el impacto ambiental y maximizando la eficiencia.

### **2.1.1. Generación de residuos de frutos secos**

En 2022, las almendras con cáscara fueron, por séptimo año consecutivo, el fruto seco más producido en España, con un volumen de casi 200.000 toneladas. Las castañas ocuparon la segunda posición, con un volumen de producción de 113.500 toneladas (Fig. 1) (Orús, 2024).

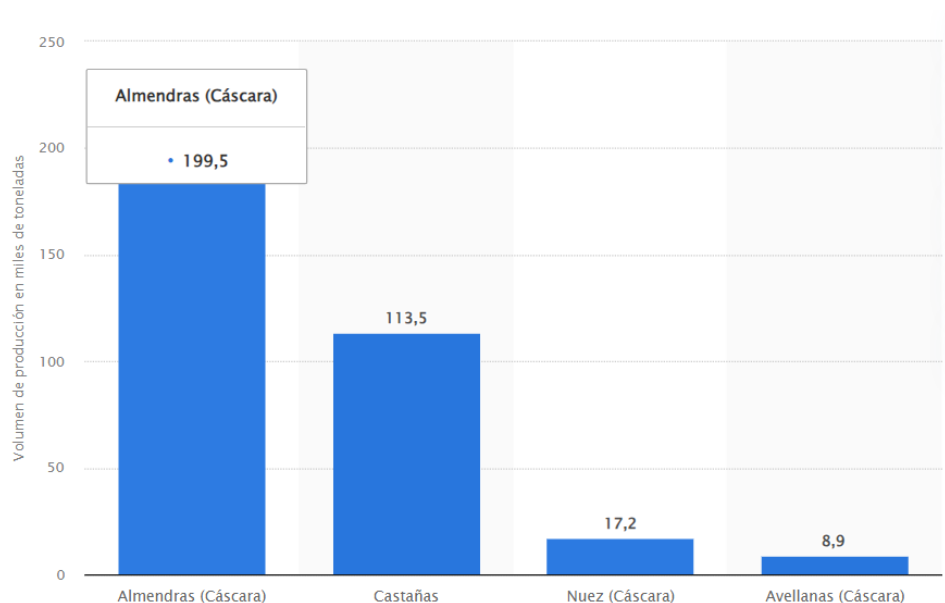


Fig. 1. Volumen de las principales producciones de frutos secos en España en 2022, por tipo (en miles de toneladas) (Orús, 2024).

La generación de residuos derivados de los frutos secos es un aspecto importante dentro de la cadena de producción alimentaria, que involucra tanto el procesamiento de los frutos como el empaque y distribución de productos finales. Estos residuos incluyen cáscaras, cáscaras rotas, polvo y otros subproductos que, si no se gestionan adecuadamente, pueden contribuir a la acumulación de desechos sólidos. Sin embargo, debido a su contenido de celulosa y otros componentes biológicos, estos residuos pueden ser reciclados o transformados en productos valiosos. De esta manera, la valorización de estos residuos no solo ayuda a reducir el impacto ambiental, sino que también abre nuevas oportunidades económicas para la industria agroalimentaria.

### 2.1.2. Composición química de las cáscaras de frutos secos

Las cáscaras de frutos secos, como las de almendra, avellana y nuez, son residuos ricos en celulosa, hemicelulosa y lignina. Además, contienen una cantidad significativa de compuestos fenólicos, proteínas y aceites, aunque en menor proporción (Xavier., 2019).

La celulosa, por su parte, es un polisacárido natural compuesto por largas cadenas de glucosa, formando la principal estructura de soporte en las paredes celulares de las plantas. Es el material más abundante en la biosfera y se encuentra principalmente en las fibras vegetales, como las de la madera, el algodón y, en este caso, las cáscaras de frutos secos. La celulosa es un polímero lineal (Fig. 2), lo que significa que sus moléculas están unidas en una secuencia regular, lo que le da una estructura rígida y resistente (Benalaya *et al.*, 2024).

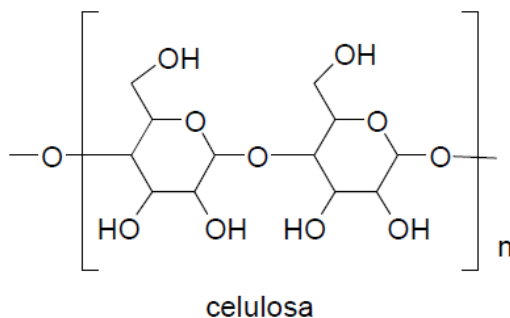


Fig. 2. Fórmula química de la celulosa (Universidad de Valladolid, s.f.).

### 2.1.3. Aplicaciones de la celulosa

La celulosa es una biomolécula clave en la naturaleza, ampliamente utilizada en múltiples sectores industriales debido a su abundancia y propiedades únicas. En la industria textil, la celulosa se convierte en fibras como el rayón, que se utilizan en la fabricación de ropa y otros productos textiles. Estas fibras son apreciadas por su suavidad y capacidad de absorción, lo que las hace ideales para la fabricación de prendas de vestir y tejidos (Sin silk, 2024).

En la industria del papel, la celulosa constituye el principal componente de la pulpa utilizada en la fabricación de diversos tipos de papel y cartón, procesos en los que se utilizan técnicas químicas y mecánicas para tratar la celulosa y transformarla en productos de uso diario (Revista Completa, 2024).

En el sector de la energía renovable, la celulosa es una materia prima fundamental para la producción de biocombustibles. A través de procesos como la hidrólisis enzimática, la celulosa puede ser convertida en etanol celulósico, un biocombustible que es considerado una alternativa más ecológica a los combustibles fósiles. Esta tecnología está siendo ampliamente investigada como una forma de reducir las emisiones de gases de efecto invernadero y la dependencia de recursos no renovables (Louime y Uckelmann, 2008).

Por su parte, la celulosa también es utilizada en la producción de bioplásticos, materiales biodegradables que, al descomponerse, no contribuyen al problema del plástico en el medio ambiente. Los bioplásticos a base de celulosa tienen aplicaciones en embalaje, productos de un solo uso y otros artículos de consumo (Nanda *et al.*, 2022).

En la industria farmacéutica, la celulosa tiene un papel fundamental en la formulación de productos como tabletas y cápsulas. Gracias a su capacidad para absorber agua y formar

geles, se utiliza como excipiente para mejorar la biodisponibilidad de los medicamentos y facilitar su dosificación y administración (Anxin Chemistry, 2024).

La celulosa también se emplea en la medicina, en especial en formas como carboximetilcelulosa (CMC) e hidrogeles de celulosa, es utilizada en aplicaciones médicas para apósitos por sus propiedades de absorción, mantenimiento de humedad y apoyo a la cicatrización (Abazari *et al.*, 2021).

La industria cosmética es otro sector que se beneficia de los derivados de celulosa. El aumento de la demanda de productos de belleza naturales y ecológicos ha visto un cambio de ingredientes sintéticos a los biodegradables. Los derivados de celulosa se utilizan como estabilizadores y emulsionantes en cremas, lociones y geles, asegurando la longevidad y la consistencia del producto sin productos químicos dañinos (Market Research Intellect, 2024).

#### **2.1.4. Método de extracción de celulosa empleado**

En el presente proyecto, el método de extracción de celulosa empleado es uno de los más comunes y establecidos en el campo investigador e industrial. Se trata de la extracción con hidróxido sódico (NaOH), la cual es un proceso químico ampliamente utilizado para extraer celulosa de materiales lignocelulósicos, como residuos agrícolas, madera, y cáscaras de frutos secos. Este proceso implica el uso de una solución alcalina que descompone la hemicelulosa y lignina presentes en las paredes celulares vegetales, dejando principalmente la celulosa, que es más resistente a la acción del hidróxido sódico. El hidróxido sódico rompe los enlaces entre la celulosa, hemicelulosa y lignina, permitiendo que la celulosa se libere de la estructura vegetal.

En la práctica, la extracción con NaOH se lleva a cabo mediante una serie de pasos. Primero, el material vegetal, como la cáscara de frutos secos, se pretrata mecánicamente, por ejemplo, triturándolo o picándolo para facilitar la penetración del hidróxido sódico. A continuación, el material triturado se mezcla con una solución alcalina de hidróxido sódico, generalmente en concentraciones que varían entre el 1% y el 10% en agua, dependiendo del tipo de material y el objetivo de la extracción. Este proceso se realiza a temperaturas elevadas, entre 60°C y 100°C, durante varias horas para garantizar la completa disolución de los componentes no celulósicos (Torres *et al.*, 2017).

Después de la reacción, el material se filtra y se lava para eliminar los restos de solución alcalina, y se obtiene una pulpa que contiene una mayor concentración de celulosa. La pulpa se puede someter a un proceso de neutralización con ácido para eliminar cualquier residuo

de base alcalina, y luego se seca o se procesa para su posterior uso en aplicaciones industriales, como la producción de bioplásticos, papel o materiales compuestos (Fig. 3).

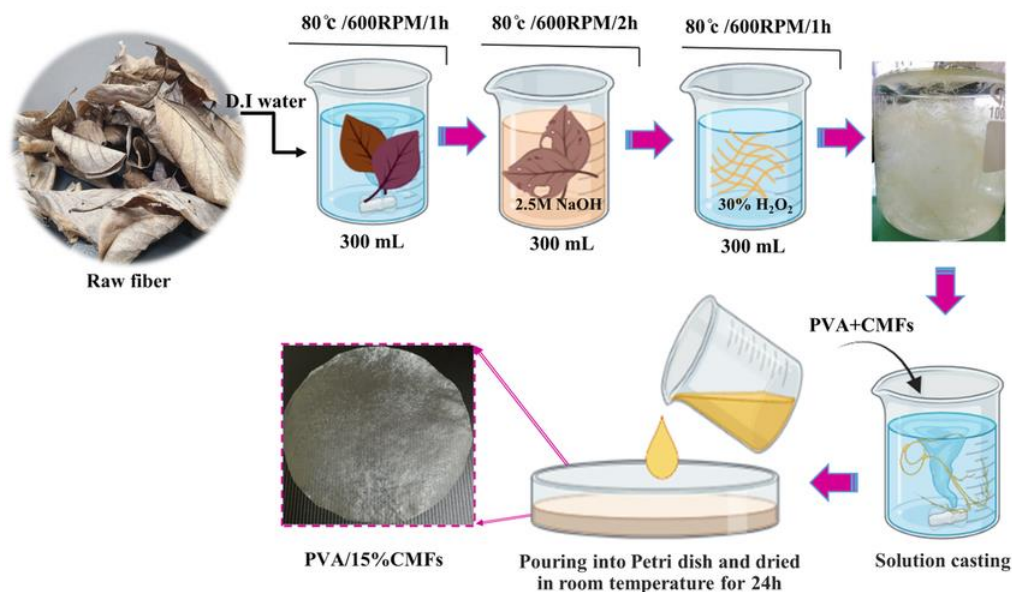


Fig. 3. Representación esquemática del proceso de extracción de microfibras de celulosa (CMF) y del proceso de preparación del composite CMF/alcohol polivinílico (PVA) (Chanthavong *et al.*, 2023).

Este método de extracción presenta una serie de ventajas, como las que se detallan a continuación:

- 1) El método de extracción de celulosa con NaOH presenta una alta eficiencia, ya que es muy efectivo para la descomposición de lignina y hemicelulosa, lo que permite obtener celulosa con alta pureza y en grandes cantidades.
- 2) El hidróxido sódico es un reactivo relativamente barato y fácil de conseguir, lo que hace que este método sea económico para aplicaciones a gran escala.
- 3) Tiene una gran versatilidad, ya que este método puede aplicarse a una amplia variedad de fuentes vegetales, incluyendo residuos de madera, cáscaras de frutos secos y otros desechos agrícolas.

Sin embargo, puede dar lugar a los siguientes inconvenientes:

- 1) En cuanto al impacto ambiental, el uso de NaOH en grandes cantidades puede generar residuos alcalinos que requieren un tratamiento adecuado para evitar la contaminación del suelo y las aguas. Además, el proceso a menudo requiere altas temperaturas, lo que puede implicar un consumo elevado de energía.

2) El hidróxido sódico es altamente corrosivo, lo que puede generar problemas en el equipo utilizado para la extracción, aumentando los costos operativos y de mantenimiento.

3) Puede ocurrir la descomposición de la celulosa si las condiciones del proceso no se controlan adecuadamente, como la concentración de NaOH o el tiempo de extracción, por lo que pueden producirse reacciones no deseadas que afecten la calidad de la celulosa extraída, reduciendo su rendimiento y su utilidad en ciertas aplicaciones (Kumar *et al.*, 2009).

## **2.2. INTRODUCCIÓN A LA EXTRACCIÓN DE PECTINA**

La pectina es un polisacárido natural que se encuentra en las paredes celulares de las plantas, especialmente en frutas como las manzanas, las naranjas y las limas. Es ampliamente utilizada en la industria alimentaria como agente gelificante, espesante y estabilizante en productos como mermeladas, jaleas y yogures. Sin embargo, la extracción de pectina no solo se limita a las frutas frescas, sino que también se puede realizar a partir de subproductos de la industria alimentaria, como pulpa y semillas de naranja y residuos (semillas, tallos, piel, restos de pulpa) de manzana y pera, tal y como se experimentó en el presente trabajo.

### **2.2.1. Estructura química de la pectina**

La pectina es un polisacárido natural que se encuentra predominantemente en las paredes celulares de las plantas, especialmente en las frutas. Su estructura química está compuesta principalmente por unidades de ácido galacturónico, un monosacárido derivado de la galactosa, que se encuentra en su forma ácida. La pectina es conocida por ser un heteropolisacárido, ya que su cadena no está formada únicamente por ácido galacturónico, sino también por otros azúcares como ramnosa, arabinosa, galactosa y xilosa.

La unidad básica del ácido galacturónico está enlazada mediante enlaces  $\alpha$ -(1→4) glicosídicos, formando cadenas lineales (Fig. 4) que pueden estar parcialmente metiladas. Esta metilación del ácido galacturónico se da principalmente en los grupos carboxilo del ácido, y determina en gran medida las propiedades de la pectina, como su capacidad gelificante. La pectina se clasifica en función de su grado de metilación (DM), lo que influye en su capacidad para formar geles en presencia de azúcares y ácidos, una propiedad que la hace ampliamente utilizada en la industria alimentaria, especialmente en la elaboración de mermeladas, jaleas y gominolas.

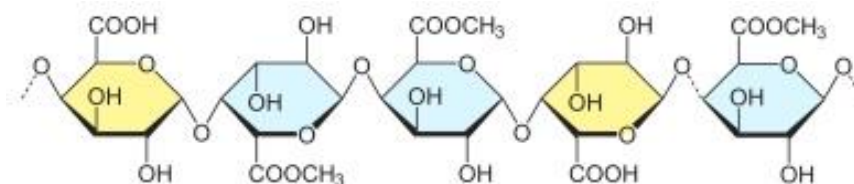


Fig. 4. Molécula de Pectina con grupos metoxilo (Todo en polímeros, 2018).

Además de la metilación, la pectina también puede contener unidades de ácido galacturónico desmetilado, que permiten la formación de puentes de calcio (Fig. 5), lo que favorece la gelificación en condiciones específicas. En su estado natural, la pectina es una macromolécula compleja, cuya estructura y propiedades varían según la fuente de origen y el proceso de extracción (Voragen *et al.*, 2009).

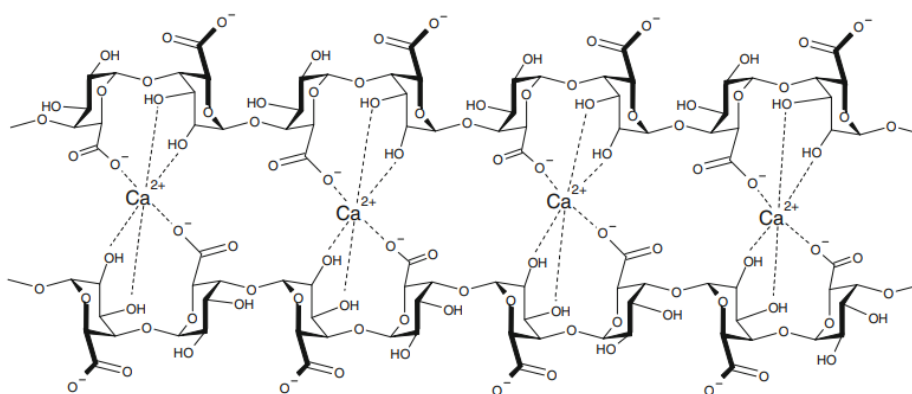


Fig. 5. Moléculas de pectina unidas por enlaces de calcio (Voragen *et al.*, 2009).

### 2.2.2. Aplicaciones de la pectina

La pectina es un polisacárido con una amplia variedad de aplicaciones industriales debido a sus propiedades gelificantes, espesantes y estabilizantes. Estas propiedades hacen que la pectina sea especialmente útil en la industria alimentaria, pero también se encuentra en otras áreas como la farmacéutica y la cosmética.

La pectina es mayormente conocida por su uso como agente gelificante en la producción de mermeladas, jaleas, confituras y gomitas. Además, la pectina también se utiliza como espesante en productos lácteos, aderezos y salsas, mejorando la viscosidad sin alterar el sabor o el color.

Asimismo, en la cosmética, la pectina se emplea como estabilizante en productos como cremas, lociones y champús. En la farmacología, la pectina es utilizada como excipiente en la

fabricación de tabletas y cápsulas debido a su capacidad para formar geles y su biocompatibilidad (Report Prime, 2025).

### **2.2.3. Métodos de extracción de pectina**

La pectina se encuentra principalmente en las paredes celulares de frutas y otros vegetales y puede ser extraída mediante diversos métodos que afectan su rendimiento, estructura y funcionalidad. Generalmente, la extracción de pectina implica la disolución del polisacárido en un medio acuoso, seguido de su purificación y secado. Los métodos más utilizados incluyen la extracción ácida, enzimática y asistida por tecnologías emergentes (Rubiano *et al.*, 2022).

La extracción ácida es el método más común para obtener pectina, en el cual se emplean soluciones de ácidos minerales como ácido clorhídrico (HCl), ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) o ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) en un rango de pH de 1.0 a 3.0 y temperaturas entre 60 y 100 °C. Este método permite la solubilización de la pectina, separándola de otros componentes de la matriz vegetal. Sin embargo, el uso de condiciones ácidas agresivas puede degradar la estructura de la pectina y reducir su peso molecular, afectando sus propiedades gelificantes.

Por otro lado, la extracción enzimática utiliza enzimas como celulasas, hemicelulasas y pectinasa para romper la estructura de la pared celular y liberar la pectina. Este método es más selectivo y menos agresivo que la extracción ácida, permitiendo la obtención de pectina con características mejor conservadas. No obstante, su principal limitación es el alto costo de las enzimas y la dificultad de escalar el proceso a nivel industrial.

Se han desarrollado métodos alternativos para la extracción de pectina que mejoran la eficiencia del proceso y reducen el impacto ambiental. Como la extracción asistida por ultrasonido, el cual emplea ondas ultrasónicas para romper la estructura celular y facilitar la liberación de pectina en un tiempo más corto y con menor uso de solventes. Además de la extracción asistida por microondas, donde la radiación genera calor localizado que acelera la hidrólisis de la pared celular y aumenta el rendimiento de la pectina sin degradarla significativamente. También surge la extracción con líquidos supercríticos, que usa dióxido de carbono en estado supercrítico como solvente, logrando una extracción más eficiente y sostenible (Diez, 2021).

### **3. MATERIALES Y MÉTODOS**

### 3.1. ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE LA BIOMASA (CÁSCARA DE AVELLANA)

Se realizaron las extracciones de acuerdo con Álvarez et al., (2018). A continuación, se muestra en la Figura 6 un esquema en el cual se resume el procedimiento experimental llevado a cabo.

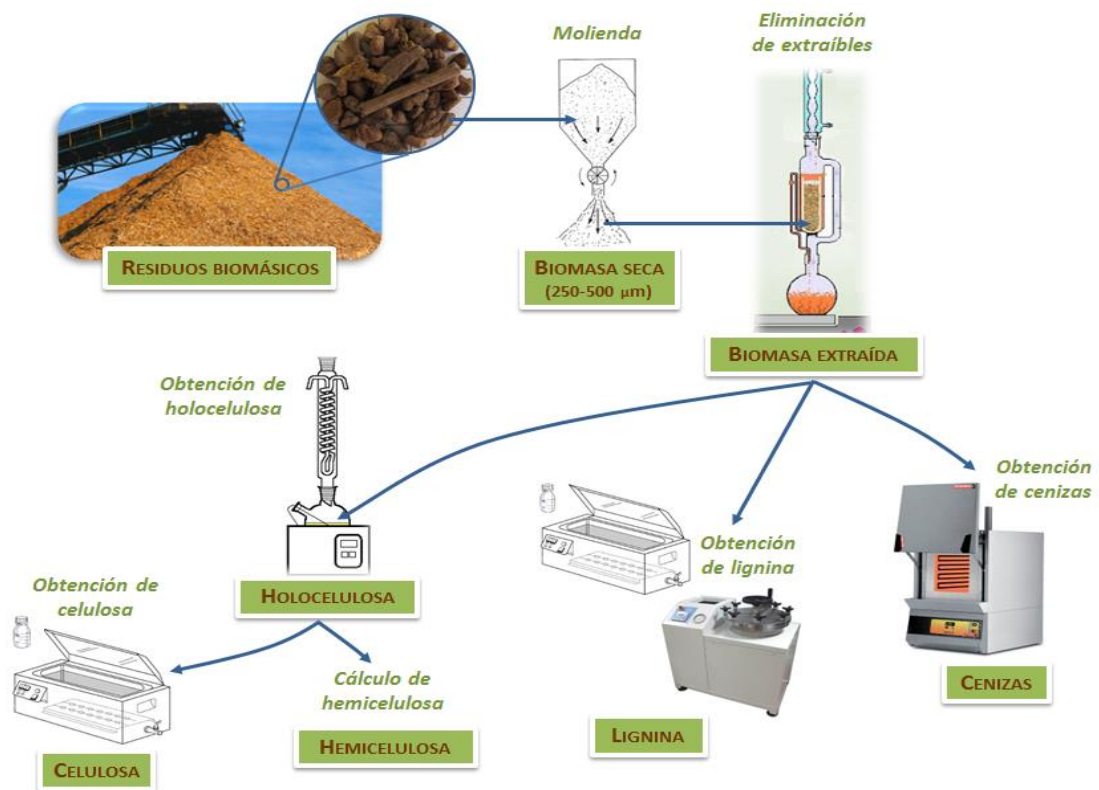


Fig. 6. Esquema de la determinación del análisis estructural de la biomasa (Álvarez *et al.*, 2018).

La metodología que se llevó a cabo, a rasgos generales, fue la siguiente:

- 1) Se realizó una molienda y tamizado para obtener el tamaño deseado de las partículas de biomasa.
- 2) La biomasa particularizada se sometió a un tratamiento con acetona y luego con agua destilada para retirar los extraíbles de la cáscara de avellana (resinas, ceras, esteroides, grasas y ácidos grasos en la extracción con acetona; taninos, gomas y azúcares en la parte que emplea agua destilada).
- 3) La materia vegetal sin extraíbles y una vez seca, se sometió a una serie de tratamientos para obtener finalmente el contenido en holocelulosa, celulosa, hemicelulosa, lignina, cenizas y humedad. Dichos tratamientos se detallan a continuación.

### 3.1.1. Preparación de la biomasa

En primer lugar, se tamizó la cáscara de avellana previamente triturada con un molinillo eléctrico utilizando tamices con un tamaño de malla de entre 250-500  $\mu\text{m}$  (Fig. 7).



Fig. 7. Molienda y tamizado de la biomasa inicial (cáscara de avellana).

### 3.1.2. Eliminación de extraíbles

Se hace necesario eliminar los extraíbles de la muestra para que no interfieran en los resultados de cuantificación del resto de componentes estructurales de la biomasa. La extracción se realizó con un extractor Soxhlet (Fig. 8), utilizando acetona como disolvente (200 ml), durante 7 h, a una temperatura de 130 °C. La cantidad de muestra a procesar fueron 17 g, cantidad suficiente como para obtener cantidades apreciables de las diferentes fracciones en las que se puede dividir la biomasa. Por otro lado, el uso de acetona en esta etapa asegura la eliminación de la mayor parte de las resinas, ceras, esteroides, grasas y ácidos grasos presentes en la biomasa.

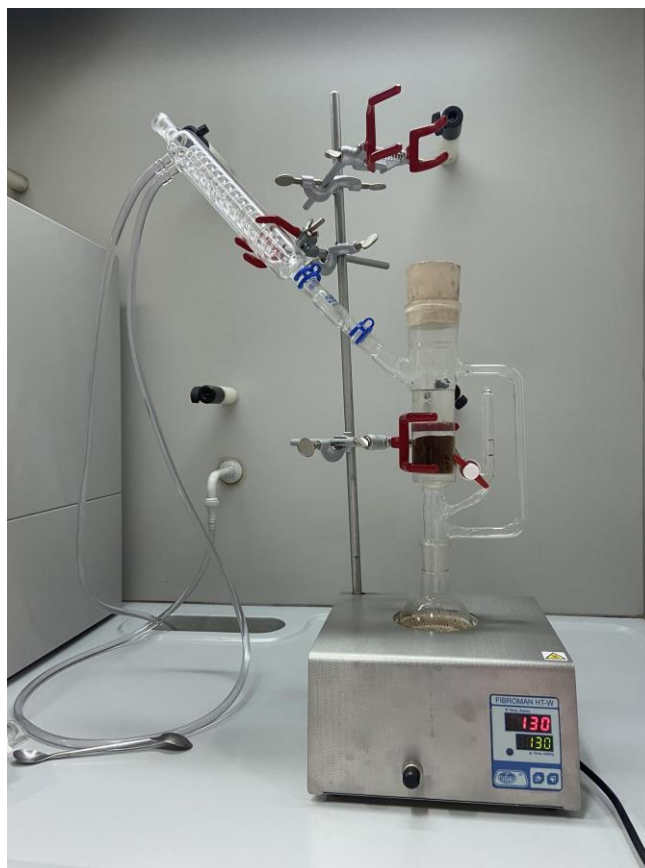


Fig. 8. Eliminación de extraíbles empleando un extractor Soxhlet.

Después de la extracción con acetona, la materia vegetal sólida se recuperó y se transfirió a un embudo Büchner, lavándose con agua caliente para eliminar los restos de acetona (Fig. 9A). A continuación, se realizó una extracción de los taninos, gomas, azúcares, almidones y pigmentos con agua destilada hirviendo (500 ml). Esta extracción se realizó durante 1 h bajo agitación constante, utilizándose un matraz Erlenmeyer y una placa calefactora (Fig. 9B). La muestra obtenida se lavó, filtró y se secó a 105 °C durante 24 h, dando lugar a una muestra de biomasa seca libre de extraíbles (Fig. 9C).

El porcentaje de extraíbles se calculó con la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Extraíbles} = \frac{\text{Muestra biomasa inicial (g)} - \text{Muestra biomasa sin extraíbles (g)}}{\text{Muestra biomasa inicial (g)}} \cdot 100 \quad [1]$$

A diferencia de las etapas posteriores, que se hicieron por triplicado para minimizar errores, estas primeras extracciones se realizaron una sola vez, de modo que se partió de una misma muestra de biomasa libre de extraíbles para todas las siguientes etapas de análisis estructural.

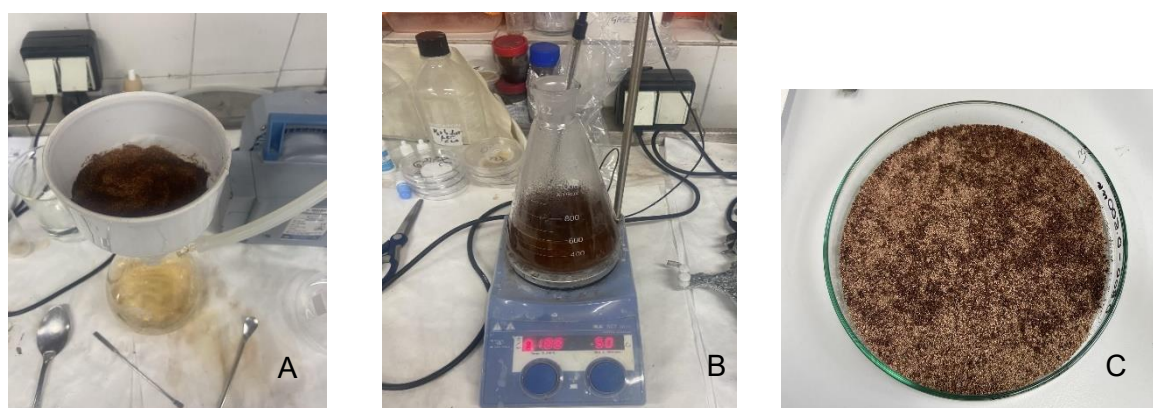


Fig. 9. Proceso de extracción de extraíbles. A. Lavado y filtrado de la biomasa extraída. B. Extracción con agua destilada. C. Muestra de biomasa seca libre de extraíbles.

### 3.1.3. Determinación de humedad

La humedad se determinó por triplicado. Se dejó la biomasa libre de extraíbles expuesta a la humedad y temperatura ambiente durante 12 h. Se colocó 1 g de la muestra libre de extraíbles. La cuantificación de la humedad se realizó secando la muestra a 105 °C durante 4 h en el analizador de humedad hasta obtener peso constante. Como se aprecia en la Figura 10, se utilizó un dispositivo de la marca Mettler Toledo, modelo HR73.



Fig. 10. Medición de la humedad en la biomasa libre de extraíbles.

El contenido en humedad se calculó mediante la siguiente expresión:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Muestra de biomasa inicial (g)} - \text{Muestra secada (g)}}{\text{Muestra de biomasa inicial (g)}} \cdot 100 \quad [2]$$

### 3.1.4. Determinación de cenizas

La determinación de cenizas se realizó por triplicado. Se calcinó 1 g de biomasa libre de extraíbles en unos crisoles y a una temperatura de 600 °C durante 4 h en una mufla modelo CWF 1100 y marca Carbolite, mostrada en la Fig. 11. Tras esto, se dejaron enfriar los crisoles en un desecador y se pesaron.



Fig. 11. Mufla utilizada en el análisis.

El porcentaje de cenizas se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{Muestra calcinada (g)}}{\text{Muestra tratada (g)}} \cdot 100 \quad [3]$$

### 3.1.5. Determinación de holocelulosa

Para la determinación de la holocelulosa se utilizó el procedimiento descrito en la norma ASTM D-1104 modificado por Álvarez et al. (2018), de tal manera que la temperatura a la que se realizó la extracción fue de 96 °C y no de entre 70 - 80 °C (Tabla I). Brevemente, se introdujo la biomasa libre de extraíbles en un matraz junto con los demás reactivos (agua destilada, clorito de sodio y ácido acético) en las proporciones que se detallan en la Tabla I, disminuyendo el tiempo de reacción a 90 min frente a las 5 h iniciales del método estandarizado.

Tabla I. Especificaciones de los métodos de determinación de holocelulosa, estandarizado y novedoso respectivamente (Álvarez *et al.*, 2018).

	ASTM D-1104	Novel method based on ASTM D-1104
Temperature	70–80 °C	96 °C
Reactants addition (2 g of biomass)	150 mL H <sub>2</sub> O + 1 g NaClO <sub>2</sub> + 0.2 mL CH <sub>3</sub> COOH at the beginning 1 g NaClO <sub>2</sub> + 0.22 mL CH <sub>3</sub> COOH each hour (for 5 h)	150 mL H <sub>2</sub> O + 5 g NaClO <sub>2</sub> + 1.08 mL CH <sub>3</sub> COOH at the beginning
Time	5 h	90 min
Refrigeration	No	Yes

El porcentaje de holocelulosa se calculó según la siguiente expresión:

$$\% \text{ Holocelulosa} = \frac{\text{Holocelulosa obtenida (g)}}{\text{Muestra tratada (g)}} \cdot 100 \quad [4]$$

### 3.1.6. Determinación de celulosa y hemicelulosa

Se llevó a cabo la determinación de la celulosa por triplicado. Se pesó 1 g de la holocelulosa obtenida previamente y se colocó en un frasco de 100 ml en una incubadora a 25 °C. Se añadieron 10 ml de hidróxido sódico 17.5%, se agitó y se dejó reposar 5 min. A continuación, se adicionaron 5 ml de hidróxido sódico 17.5%, se agitó y se dejó reposar también 5 min. Transcurrido ese tiempo, se agregaron 5 ml de hidróxido sódico 17.5%, se agitó y se dejó reposar 30 min. Finalmente se añadieron 30 ml de agua destilada, se agitó y se dejó reposar durante 1 h.

Una vez que la muestra reposó durante 60 min, se filtró a vacío con un papel de filtro y se realizaron lavados con una disolución de 30 ml de agua destilada y 25 ml de hidróxido sódico 17.5%. Ulteriormente, se lavó con 30 ml de agua destilada y se le añadió 15 ml de ácido acético al 10% sin vacío (se apagó la bomba de vacío) durante 3 min. Una vez cumplido ese tiempo, se vertieron 50 ml de agua destilada y se aplicó el vacío. La muestra obtenida se dejó secar en la estufa a una temperatura entre 60 y 80 °C hasta peso constante.

La determinación del porcentaje de celulosa en la holocelulosa total se realizó mediante la ecuación 5. De dicha holocelulosa total, lo que no es celulosa, es hemicelulosa.

$$\% \text{ Celulosa}_{\text{holo}} = \frac{\text{Muestra de celulosa obtenida (g)}}{\text{Muestra holocelulosa tratada (g)}} \cdot 100 \quad [5]$$

### 3.1.7. Determinación de lignina

La lignina fue fraccionada en materia ácida insoluble y materia ácida soluble. En la primera etapa se introdujeron 300 mg de la muestra de biomasa libre de extraíbles en un frasco de presión tarado y se añadieron 3 ml de ácido sulfúrico al 72%. Los frascos se introdujeron en una incubadora a 30 °C durante 1 h.

Una vez completada la hidrólisis, se sacaron los frascos de la incubadora, se diluyó el ácido a una concentración del 4% añadiendo 84 ml de agua destilada y, posteriormente, se introdujeron los frascos en un autoclave marca Raypa durante 60 min a 121 °C. Una vez completado el ciclo se dejó enfriar lentamente las muestras antes de retirar los tapones.

Una vez que los frascos se enfriaron alcanzando la temperatura ambiente, se filtraron las disoluciones para obtener por separado la parte insoluble y la soluble. Se lavó bien el residuo sólido con agua destilada. La lignina insoluble se secó a una temperatura de 105 °C en la estufa hasta alcanzar peso constante y su cuantificación vino dada por la ecuación:

$$\% \text{ Lignina Insol.} = \frac{\text{Lignina obtenida (g)}}{\text{Muestra tratada (g)}} * 100 \quad [6]$$

La lignina soluble precisa de mayor tiempo de hidrólisis, por lo que el líquido obtenido tras el filtrado se introdujo en frascos y se colocaron nuevamente en la incubadora durante 5 h a 30 °C con agitación suave. Una vez transcurrido ese tiempo, se midió la absorbancia a 320 nm de cada una de las muestras tratadas en un espectrofotómetro ultravioleta-visible de la marca Thermo Scientific, modelo Genesys 50. El contenido de lignina soluble se determinó utilizando la ecuación:

$$\% \text{ Lignina Sol.} = \frac{\text{Absorbancia} * V}{(\epsilon * \text{Muestra tratada} * (1 - \text{Humedad}) * \text{Paso})} * 100 \quad [7]$$

Siendo “V” el volumen de muestra recogido, “ε” el coeficiente de absorción molar de valor 30 L/(g·cm), “Humedad” el contenido de agua presente en cada muestra y “Paso” el valor del tamaño de paso, el cual es constante y de 1 cm.

La cantidad total de lignina presente en la biomasa se obtiene como suma de la soluble y la insoluble.

### 3.2. EXTRACCIÓN DE CELULOSA Y OPTIMIZACIÓN DE PARÁMETROS

Una vez caracterizada la composición de la cáscara de avellana, se va a proceder a la extracción de su celulosa contenida utilizando métodos fácilmente escalables a nivel industrial. La obtención de celulosa a partir de fuentes lignocelulósicas, como la cáscara de avellana, implica la remoción de lignina y hemicelulosa mediante tratamientos químicos. En este apartado, se describe el procedimiento experimental realizado para la extracción de celulosa utilizando NaOH a distintas concentraciones, su blanqueamiento con NaClO<sub>2</sub> y la determinación del porcentaje de celulosa y lignina en el producto final.

Se llevaron a cabo dos protocolos diferentes de extracción. Las primeras extracciones se realizaron de acuerdo con la metodología descrita por Sogut y Cakmak (2020), que de aquí en adelante será referida como *condiciones de extracción preliminares*. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, posteriormente se consideró más adecuado variar la metodología, principalmente reduciendo la temperatura de cocción, aumentando el tiempo de hidrólisis y añadiendo una etapa final de blanqueamiento, según lo descrito por Susi et al. (2022). De aquí en adelante, este segundo procedimiento será referido como *condiciones de extracción avanzadas*.

#### Condiciones de extracción preliminares

En este caso, el procedimiento experimental queda esquematizado en la Figura 12, y las condiciones de hidrólisis ensayadas se detallan en la Tabla II. En primer lugar, la cáscara de avellana se sometió a molienda y tamizado para obtener un tamaño de partícula de 0.18 mm. Tal y como se especifica en la Tabla II, se trataron 10 g de avellana que se dispersaron en una solución de NaOH al 10%, 4% y 1%, alternativamente, siendo siempre el volumen final de reacción de 100 ml. El proceso de digestión se llevó a cabo en autoclave a temperaturas de entre 105 y 130 °C en 30 min. Una vez finalizada la etapa de hidrólisis alcalina, las muestras fueron enfriadas a temperatura ambiente. Se filtraron y lavaron hasta obtener un pH neutro, se secaron durante 24 h a 45 °C y se pasó a una segunda hidrólisis alcalina empleando una disolución de 0.5 N de NaOH, con un ratio de sólido-líquido de 1 g por cada 150 ml, durante 3.5 h, a una temperatura de 90 °C. Seguidamente se filtró la materia fibrosa resultante, se lavó hasta neutralizar y se secó a 105 °C durante 12 h.

Tabla II. Condiciones de extracción del primer procedimiento. En todos los casos, la concentración de cáscara de avellana fue del 10% w/v y el volumen de reacción 100 ml.

Nº experimento	Concentración de materia prima	% w/v NaOH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
1	10 g/ 100 ml	10	130	30
2	10 g/ 100 ml	10	105	30
3	10 g/ 100 ml	4	105	30
4	10 g/ 100 ml	4	130	30
5	10 g/ 100 ml	1	105	30

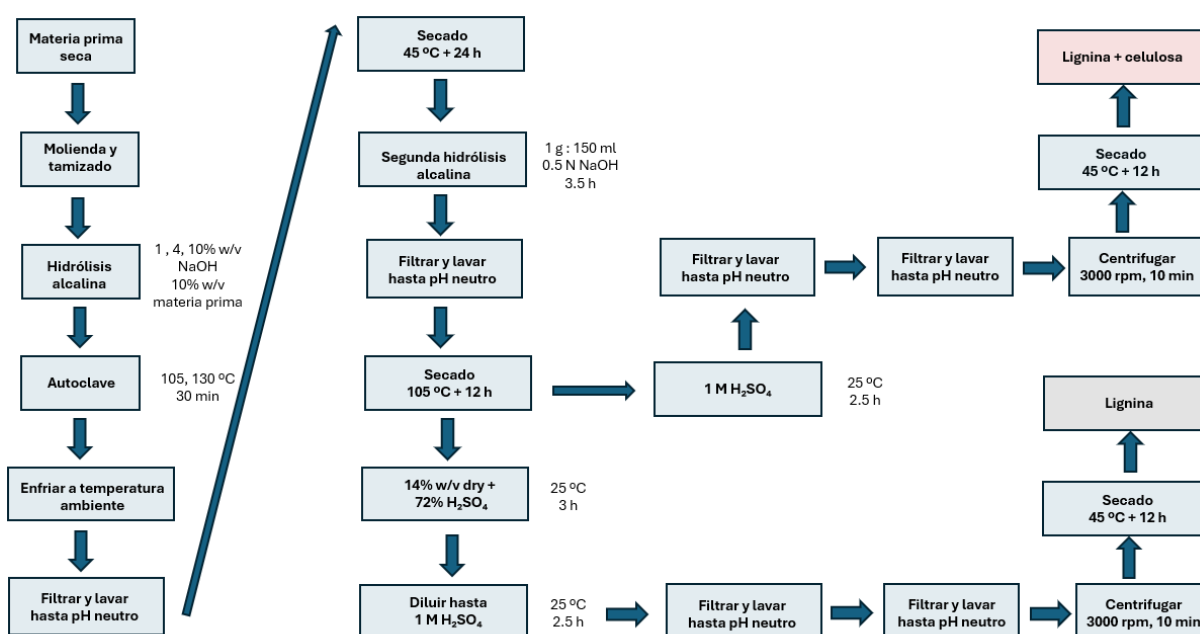


Fig. 12. Esquema del primer método de extracción empleado (Sogut y Cakmak, 2020).

### Condiciones de extracción avanzadas:

Según los resultados obtenidos de acuerdo con las *condiciones de extracción preliminares* anteriormente descritas, a continuación, se modificó el procedimiento de acuerdo con Susi et al. (2022), tal y como se esquematiza en la Figura 13. En términos generales, las condiciones de extracción se han suavizado en términos de temperatura (80 °C, en placa calefactora con agitación constante) y concentración de NaOH, utilizándose mayoritariamente soluciones al 3% de NaOH, excepto para los dos últimos experimentos, en los cuales se utilizó una concentración de NaOH del 10%. Además, la avellana molida se tamizó de tal manera que el tamaño de partícula aumentó a 0.5 mm, debido a que un particulado a 0.18 mm

resultaba costoso en términos de tiempo con los medios disponibles. En cualquier caso, se mantuvo un experimento con un tamaño de partícula de 0.180 mm para evaluar el impacto que sobre la extracción pudiera tener esta variación. Por otro lado, cabe señalar que el tiempo de hidrólisis aumentó de manera notable en todos los casos. Las condiciones de hidrólisis alcalina ensayadas quedan detalladas en la Tabla III.

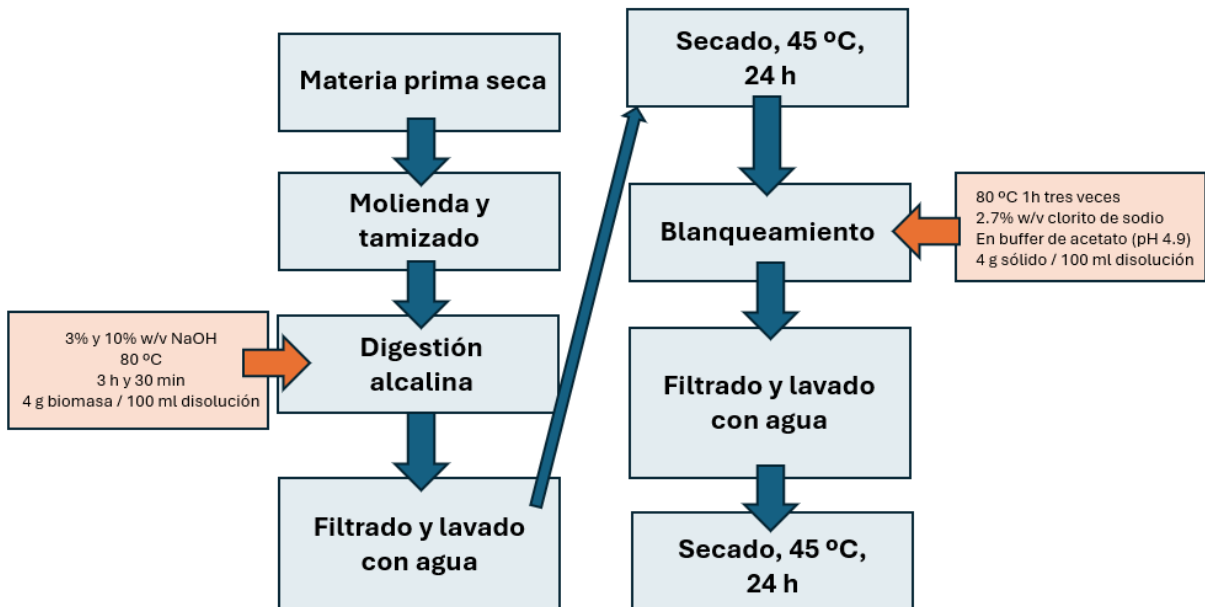


Fig. 13. Esquema del segundo método de extracción empleado (Susi *et al.*, 2022).

Tabla III. Condiciones de extracción del segundo procedimiento. En todos los casos, la concentración de cáscara de avellana fue del 4% w/v y el volumen de reacción 625 ml.

Nº experimento	% w/v NaOH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
1	3	80	180 (x2)
2	3	80	30 (x2)
3	10	80	180 (x2)

Después de la hidrólisis, la muestra sólida remanente fue recuperada por filtración y se lavó con agua destilada hasta la neutralidad, para a continuación secarse a 45 °C durante 24 h en estufa. Una vez secada, la muestra se sometió a un proceso de blanqueamiento con clorito de sodio ( $\text{NaClO}_2$ ) al 2.7% w/v en un buffer de acetato de pH 4.9. Este blanqueamiento se llevó a cabo en condiciones controladas de temperatura y tiempo, 80 °C y 1 h tres veces,

seguido del correspondiente filtrado, lavado y secado a 50 °C durante 24 h (Susi *et al.*, 2022). La celulosa blanqueada se muestra en la Figura 14.

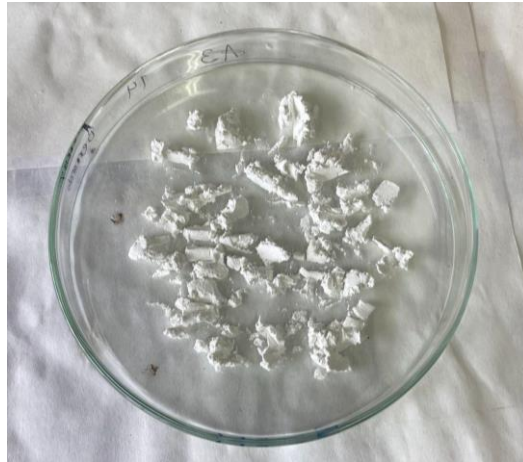


Fig. 14. Muestra seca después del blanqueamiento del experimento 14.

Finalmente, para determinar el grado de pureza de la celulosa obtenida mediante los dos procedimientos descritos (*extracción preliminar* y *extracción avanzada*), se aplicó la siguiente metodología. Se tomaron dos muestras del mismo peso procedentes de un mismo experimento: una destinada a obtener lignina pura y la otra para obtener una mezcla de celulosa y lignina. La diferencia de peso entre los residuos obtenidos tras el tratamiento de ambas muestras permite estimar el contenido de celulosa en cada caso, y, por tanto, el contenido de impurezas en forma de lignina residual (Fig. 15).

Para la obtención de lignina pura, una de las dos muestras se digirió con ácido sulfúrico al 72% a temperatura ambiente durante 3 h, de tal manera que toda la celulosa queda digerida y disuelta en el medio de reacción. Posteriormente, se diluyó la disolución hasta alcanzar una concentración de 1 M de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y se dejó reposar durante 2,5 h. La mezcla se filtró y centrifugó (3000 rpm, 10 min), y el residuo se secó a 45 °C durante 12 h, obteniéndose lignina pura.

La segunda muestra se sometió directamente a una disolución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M para eliminar la hemicelulosa presente en la muestra, se dejó reposar durante 2.5 h, y se sometió al mismo proceso de filtración, centrifugación y secado. El residuo final, tras el secado a 45 °C durante 12 h, contiene una mezcla de celulosa y lignina (Sogut y Cakmak, 2020).



Fig. 15. Muestras obtenidas de lignina (izquierda) y mezcla de lignina y celulosa (derecha) para un extraído sin blanquear.

### 3.3. ANÁLISIS QUÍMICO DE LA CELULOSA OBTENIDA

#### 3.3.1. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía infrarroja mediante transformada de Fourier (FTIR) se empleó para identificar los grupos funcionales presentes en los materiales, proporcionando información sobre su composición química.

Cuando la radiación infrarroja incide sobre la muestra, parte de ella es absorbida y otra parte transmitida. Esta radiación transmitida es detectada por el espectrómetro y convertida en un espectro que actúa como una huella molecular única, donde cada banda de absorción corresponde a una vibración específica de uno o varios enlaces químicos (Atria Innovation, s.f.).

Los espectros se registraron empleando un espectrómetro Varian 620-IR de Agilent equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR), ubicado en los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo. Las medidas se realizaron en el rango de 600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ , con una resolución espectral de 2  $\text{cm}^{-1}$  y un total de 32 escaneos por muestra.

Se puede determinar la presencia en una muestra, en mayor o menor medida, de hemicelulosa, celulosa y lignina, teniendo en cuenta el espectro que muestra cada uno estos componentes en su forma pura (Fig. 16). Además de los grupos funcionales que representa cada pico en el espectro para un determinado número de onda (Tabla IV) (Yang *et al.*, 2007).

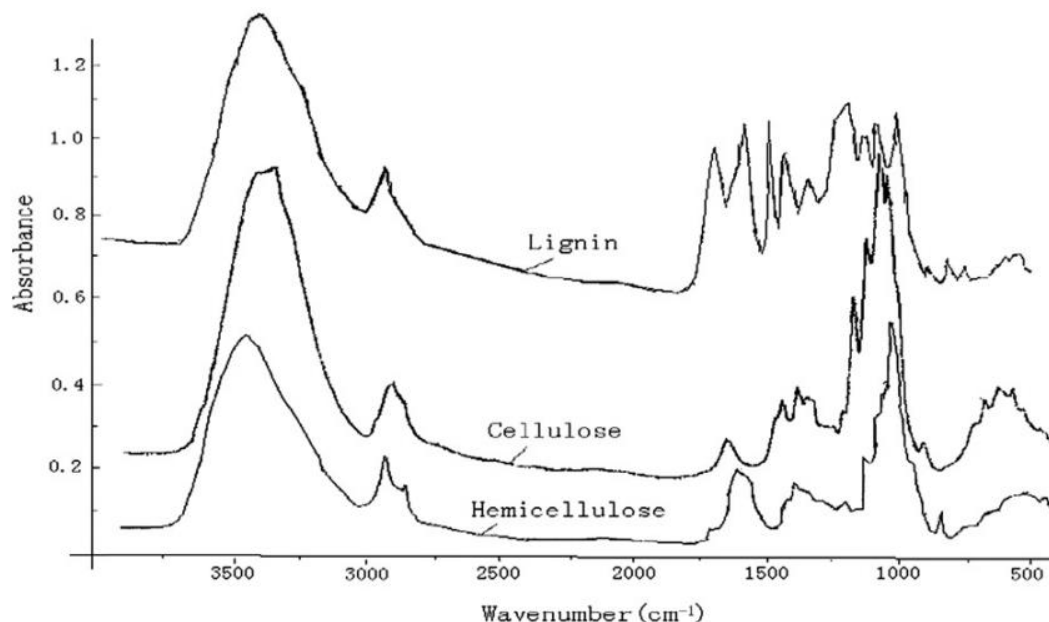


Fig. 16. Espectros FTIR de los tres componentes típicos de la biomasa (Yang *et al.*, 2007).

Tabla IV. Los principales grupos funcionales de los tres componentes (Yang *et al.*, 2007).

Wave number (cm <sup>-1</sup> ) <sup>a</sup>	Functional groups	Compounds
3600–3000 (s)	OH stretching	Acid, methanol
2860–2970 (m)	C–H <sub>n</sub> stretching	Alkyl, aliphatic, aromatic
1700–1730 (m), 1510–1560 (m)	C=O stretching	Ketone and carbonyl
1632 (m)	C=C	Benzene stretching ring
1613 (w), 1450 (w)	C=C stretching	Aromatic skeletal mode
1470–1430 (s)	O–CH <sub>3</sub>	Methoxyl–O–CH <sub>3</sub>
1440–1400 (s)	OH bending	Acid
1402 (m)	CH bending	
1232 (s)	C–O–C stretching	Aryl-alkyl ether linkage
1215 (s)	C–O stretching	Phenol
1170 (s), 1082 (s)	C–O–C stretching vibration	Pyranose ring skeletal
1108 (m)	OH association	C–OH
1060 (w)	C–O stretching and C–O deformation	C–OH (ethanol)
700–900 (m)	C–H	Aromatic hydrogen
700–400 (w)	C–C stretching	

<sup>a</sup> s: strong, m: middle, w: weak.

Mediante este método, se analizaron muestras que experimentalmente fueron etiquetadas con los números 13 – 16, pero que corresponden a los experimentos 2 (13 y 14) y 3 (15 y 16) detallados en la Tabla III de la sección anterior, la cual muestra las condiciones de extracción del segundo procedimiento aplicado. Se seleccionaron estas muestras porque la variación de la concentración de NaOH y tiempo de hidrólisis alcalina puede inducir a modificaciones químicas que vale la pena evaluar. De modo que se compararon unas muestras obtenidas con un 3% de NaOH y poco tiempo de hidrólisis (30 min por duplicado) con unas de un 10% de NaOH y mucho más tiempo de hidrólisis (180 min por duplicado).

Este análisis FTIR se hizo tanto para los productos obtenidos después de la extracción como para los conseguidos después del blanqueamiento. Además de comparar sus tendencias en la gráfica con una muestra de celulosa blanqueada de Ence. Esta compañía emplea un proceso completamente libre de cloro para el blanqueamiento de su celulosa, donde utilizan agua oxigenada en lugar de derivados clorados como agente blanqueante, lo que les permite alcanzar altos estándares de blancura sin generar compuestos tóxicos derivados del cloro (Ence, s.f.).

### 3.3.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis TGA (Termogravimetría o *Thermogravimetric Analysis*) es una técnica que mide la variación de masa de una muestra en función de la temperatura y el tiempo, bajo una atmósfera controlada. Se calienta una muestra (normalmente de 10–20 mg) a una velocidad constante (10 °C/min en este caso) mientras se registra la pérdida de masa. Esto permite observar procesos térmicos como los que se describen en la Tabla V:

Tabla V. Rangos de temperatura típicos para residuos lignocelulósicos (Yang *et al*, 2007).

Etapa	Rango (°C)	Atribución
I	30–120	Pérdida de agua
II	200–300	Degradación de hemicelulosa
III	300–370	Degradación de la celulosa
IV	400–600	Oxidación térmica de lignina y carbonilla

De modo que cuanto más pura es la celulosa, más nítido y único es el pico de degradación (~350 °C). Si hay hemicelulosa o lignina, aparecen múltiples zonas de pérdida de masa, por tanto, la muestra se degrada más anticipadamente. Mientras que las celulosas puras presentan mayor temperatura de degradación inicial. Además, la masa residual que queda tras calentar a 600–800 °C indica minerales inorgánicos o contaminantes (Yang *et al*,

2007).

Se utilizó un equipo de análisis termogravimétrico y análisis térmico diferencial Mettler-Toledo TGA/SDTA851e, el cual es capaz de trabajar en un rango de temperatura desde temperatura ambiente hasta 1600 °C. Además, se dispone de un software que permite la aplicación de métodos de máxima resolución y el análisis cinético de los datos estudiados, lo que resulta muy útil a la hora de realizar predicciones sobre la estabilidad de las muestras (Universidad de Oviedo, s.f.). Se usó el siguiente programa: rango de temperatura de 25 – 800 °C, velocidad de calentamiento de 10 °C/min y en atmósfera de N<sub>2</sub>.

### 3.4. EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE RESIDUOS DE NARANJA, MANZANA Y PERA

El método de extracción de pectina empleado consiste fundamentalmente en una hidrólisis ácida y precipitación con etanol. En la Figura 17 se muestra un diagrama global del proceso a partir de magaya o residuos de manzana en la elaboración de sidra.

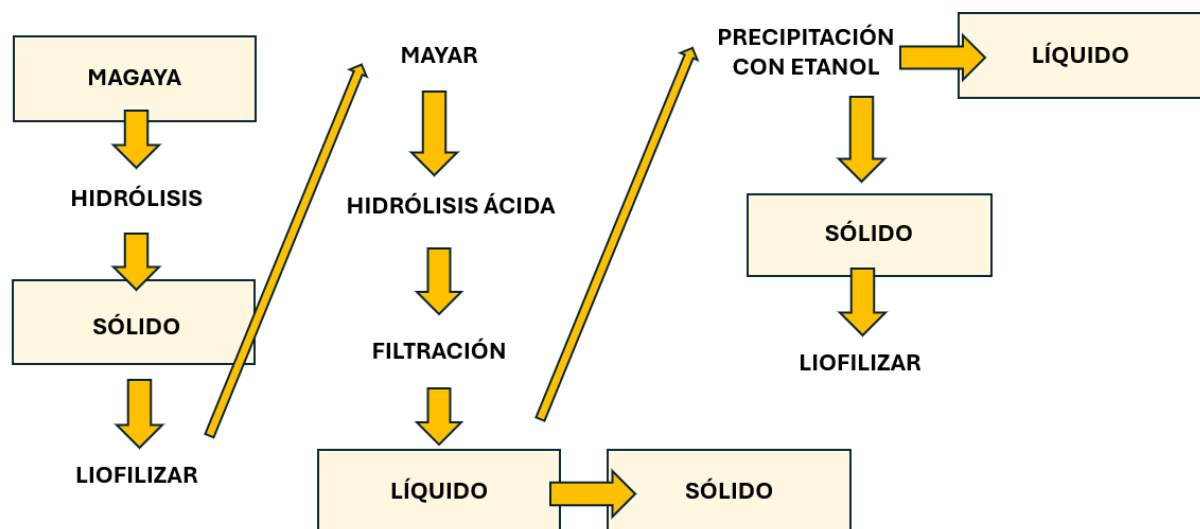


Fig. 17. Esquema del proceso de extracción de pectina (Iriarte, 2024).

En el pretratamiento, se secó el material para poder molerlo con mayor facilidad. Por otro lado, la extracción se basó en una hidrólisis ácida, controlando la temperatura y el pH entre 1 y 3, para luego separar los residuos sólidos del líquido mediante filtración. Con este paso, se logra separar los polisacáridos insolubles, como la celulosa o la hemicelulosa, de los solubles en una solución acuosa ácida, como la pectina. A la fase líquida se le realizó posteriormente una precipitación alcohólica, seguida de una centrifugación o filtración, para obtener la pectina sólida pura (Iriarte, 2024). Los detalles experimentales se detallan a continuación.

### 3.4.1. Preparación de la materia prima

Se parte de residuos de pulpa de naranja (Fig. 18) y corazones y tallos de manzana y pera, provenientes del aprovechado mecanizado de dichas frutas por parte de una multinacional del sector. En primer lugar, los restos de fruta se secaron en una estufa a 50 °C durante 24 h hasta alcanzar peso constante. Después se realizó la molienda y tamizado hasta obtener un polvo fino de 0.5 mm.



Fig. 18. Residuo de pulpa de naranja utilizado como materia prima.

### 3.4.2. Hidrólisis ácida

Brevemente, se preparó una disolución 0.5 M HCl y se añadió el residuo de fruta en un ratio de sólido-líquido de 1:25 (g/ml), calentándose a continuación la mezcla a 80 °C en una placa calefactora con agitación constante durante 90 min. Se separó la fase líquida del residuo sólido mediante filtración con papel Whatman No. 1. El residuo sólido se separó, se secó a 50 °C durante 24 h y se pesó (Fig. 19).



Fig. 19. Residuos sólidos generados tras la hidrólisis ácida.

### 3.4.3. Precipitación de la pectina

Se agregó etanol absoluto (1:2 v/v) a la fase líquida de la etapa anterior bajo agitación para dar lugar a la precipitación de la pectina. Se dejó reposar la mezcla a 5°C durante 12 h para favorecer la formación de un gel pectínico (Fig. 20). Se separó la pectina por filtración y se lavó con etanol al 70%. Se secó la muestra obtenida en un horno a 50°C hasta alcanzar peso constante (Ramírez-Gavidia *et al.*, 2020).

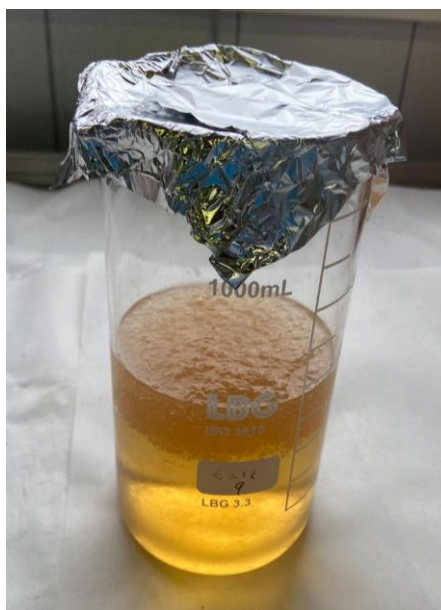


Fig. 20. Precipitación del gel pectínico a partir de residuos de manzana.

## **4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

#### 4.1. RESULTADOS DEL ANÁLISIS ESTRUCTURAL DE LA BIOMASA (CÁSCARA DE AVELLANA)

Las tablas del número VI al XII muestran los resultados obtenidos de cada compuesto estructural, junto con la humedad, cenizas y extraíbles, tras el procedimiento experimental de análisis de la biomasa descrito anteriormente.

Tabla VI. Porcentaje de extraíbles en la biomasa de partida.

Peso inicial (g)	Peso final (g)	% extraíbles
17.0020	15.7893	7.1327

Tabla VII. Porcentaje de humedad en la biomasa libre de extraíbles

Nº muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	% humedad
1	1.0240	0.9510	7.1289
2	1.0200	0.9580	6.0784
3	1.0290	0.9570	6.9971
Promedio			6.7348
Desviación estándar			0.5722

Tabla VIII. Porcentaje de cenizas en la biomasa libre de extraíbles.

Nº muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	% cenizas
1	1.0428	0.0020	0.1918
2	1.0266	0.0018	0.1753
3	1.0037	0.0034	0.3387
Promedio			0.2353
Desviación estándar			0.0900

Tabla IX. Porcentaje de holocelulosa en la biomasa libre de extraíbles.

Nº muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	% holocelulosa
1	2.0130	1.2669	62.9359
2	2.0013	1.2104	60.4807
3	2.0023	1.2042	60.1408
4	2.0072	1.1498	57.2838
Promedio			60.2103
Desviación estándar			2.3146

Tabla X. Porcentaje de celulosa en la biomasa libre de extraíbles.

Nº muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	% celulosa <sub>holo</sub>	% celulosa
1	10.282	0.4771	46.4015	27.9385
2	10.000	0.5541	55.4100	33.3625
3	10.027	0.5346	53.3160	32.1018
Promedio			51.7092	31.1343
Desviación estándar			4.7143	2.8385

Tabla XI. Porcentaje de lignina insoluble en la biomasa libre de extraíbles.

Nº muestra	Peso inicial (g)	Peso final (g)	% lignina insoluble
1	0.3012	0.1038	34.4622
2	0.3093	0.1091	35.2732
3	0.3010	0.1038	34.4850
Promedio			34.7401
Desviación estándar			0.4618

Tabla XII. Porcentaje de lignina soluble en la biomasa libre de extraíbles.

Nº muestra	Absorbancia	% lignina soluble
1	0.7122	0.5832
2	0.5750	0.4103
3	0.7130	0.6519
Promedio		0.5484
Desviación estándar		0.1245

Por tanto, se puede afirmar que se parte de una biomasa inicial que contiene un promedio de 31.13% en celulosa y 35.29% de lignina, del cual, mediante los tratamientos de extracción y blanqueamiento, se puede llegar a un producto aprovechable y de interés comercial al tener una elevada cantidad en este biopolímero si se compara con otras fuentes lignocelulósicas, tal y como se observa en la Tabla XIII. Los valores obtenidos resultan bastante cercanos a los que se muestran en el artículo de investigación de Álvarez et al. (2018) (Tabla XIII), siendo estos de 30% y 38% para la celulosa y lignina respectivamente.

Tabla XIII. Análisis de la composición de muestras de biomasa no leñosa (Álvarez *et al.*, 2018).

Biomass	Extractives (%)	Moisture (%)	Holocellulose (%)	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignin (%)	Ash (%)	Total (%)
Almond shell	3.25	10.2 ± 0.2	58 ± 2	27 ± 2	30 ± 2	36 ± 3	0.5 ± 0.1	94 ± 3
Dry olive oil mill stone	12.48	11.05 ± 0.02	68 ± 4	31 ± 4	37 ± 4	32.0 ± 0.3	0.43 ± 0.01	100 ± 4
Extracted olive pomace	35.29	10 ± 1	40 ± 3	19 ± 3	22 ± 3	40.0 ± 0.9	3.45 ± 0.07	81 ± 3
Extracted olive pomace pellets	27.28	8 ± 2	44 ± 3	19 ± 2	24 ± 2	35.0 ± 0.4	3.90 ± 0.02	79 ± 3
Hazelnut shell	3.74	9.7 ± 0.2	54 ± 2	30 ± 2	23 ± 2	38.0 ± 0.5	0.49 ± 0.02	92 ± 2
Nut shell	3.73	9.8 ± 0.1	60 ± 2	37 ± 3	22 ± 3	36 ± 3	0.1500 ± 5·10 <sup>-4</sup>	95 ± 2
Olive pomace oil-extractor	12.59	10.04 ± 0.03	58 ± 6	29 ± 5	29 ± 5	34.0 ± 0.4	2.37 ± 0.03	92 ± 6
Pine nut shell	3.89	10.0 ± 0.2	56 ± 8	31 ± 5	25 ± 5	38.0 ± 0.8	0.890 ± 6·10 <sup>-3</sup>	94 ± 8
Raw olive oil mill stone	4.98	8.99 ± 0.07	69 ± 2	30 ± 2	38 ± 2	34.0 ± 0.3	0.34 ± 0.04	102 ± 2
Raw olive stone	2.26	9.29 ± 0.04	54 ± 6	27 ± 4	28 ± 4	37.0 ± 0.3	0.75 ± 0.03	91 ± 6

## 4.2. EFECTO DE LAS CONDICIONES DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA

### Condiciones de extracción preliminares

En la Tabla XII se muestran las condiciones de hidrólisis, el rendimiento de la extracción y el grado de pureza obtenido para cada condición ensayada. Cada ensayo en las mismas condiciones se llevó a cabo, al menos, por duplicado.

En los cuatro primeros experimentos se realizó una aproximación inicial al efecto de la concentración de NaOH y de la temperatura de digestión sobre el rendimiento de extracción y la pureza de la celulosa obtenida. Se puede apreciar como la condición más extrema ensayada, aquella con la más alta concentración de NaOH y que se desarrolló a 130 °C, fue la que resultó con un rendimiento de extracción más bajo. Posteriormente, tanto una reducción en la temperatura de ensayo como una reducción en el porcentaje de NaOH dieron como resultado un aumento en el rendimiento de extracción, tal y como se aprecia en la Tabla XIV para los ensayos 2, 3 y 4. Estos resultados motivaron un último ensayo, el número 5, a la temperatura más baja ensayada y reduciendo la concentración de NaOH a un 1%, obteniéndose los valores de rendimiento más altos obtenidos.

Tabla XIV. Resultados de las condiciones de extracción preliminares.

Nº experimento	% w/v NaOH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Rendimiento de extracción (%)	Pureza de la celulosa obtenida (%)
1	10	130	30	39.6 ± 4.6	57.5 ± 0.2
2	10	105	30	47.2 ± 4.9	60.9 ± 7.5
3	4	105	30	47.5 ± 4.7	55.6 ± 1.5
4	4	130	30	50.5 ± 0.8	51.0 ± 5.9
5	1	105	30	61.3 ± 4.7	56.4 ± 5.2

Resultados similares fueron obtenidos por Melesse *et al.* (2022), quienes aplicaron un tratamiento con NaOH al 2.75 % a 120 °C durante 45 min al bagazo de caña, alcanzando un

rendimiento de extracción de celulosa del 73.7 %. El estudio demostró que condiciones suaves permiten una remoción eficiente de lignina y hemicelulosa sin degradar la celulosa, maximizando así el rendimiento. Por el contrario, condiciones alcalinas severas tienden a romper los enlaces glucosídicos de la celulosa, disminuyendo la cantidad recuperada (Seo et al., 2019).

En cuanto a la pureza, los ensayos desarrollados no mostraron diferencias significativas entre las distintas condiciones, lo cual también ha sido observado por otros autores. En este sentido, Jiang et al. (2015) observaron que el pretratamiento con NaOH y peróxido de hidrógeno en bambú permitió eliminar parcialmente la lignina y hemicelulosa sin alterar notablemente la pureza de la celulosa obtenida. Esto sugiere que, si bien el rendimiento varía en función de la intensidad del tratamiento, la composición final en términos de pureza se mantiene relativamente similar bajo un rango amplio de condiciones (Jiang et al., 2015).

Estos resultados refuerzan la idea de que condiciones alcalinas suaves (1–3 % de NaOH, 100–120 °C) son más adecuadas para maximizar el rendimiento sin comprometer la calidad de la celulosa, como también lo concluyen estudios similares en residuos lignocelulósicos (Melesse et al., 2022; Seo et al., 2019).

En cualquier caso, a partir de estos resultados se estimó que condiciones de hidrólisis más suaves que las inicialmente empleadas podrían mejorar el rendimiento. Teniendo en cuenta que estos resultados preliminares no son lo suficientemente amplios como para determinar posibles sinergias o efectos antagónicos entre los parámetros evaluados, se optó por seguir una recomendación bibliográfica que sugería condiciones de hidrólisis que podrían considerarse como suaves (Susi et al., 2022). Los resultados obtenidos se exponen a continuación.

#### Condiciones de extracción avanzadas

De acuerdo con el artículo de investigación de Susi et al. (2022), la concentración de NaOH se mantuvo en un 3% y la temperatura de digestión en los 80 °C, aumentándose significativamente el tiempo de hidrólisis. También cabe señalar que la concentración de cáscara de avellana disminuyó a un 4% w/v con respecto al 10% de las condiciones preliminares, aunque se procesaron en cada experimento 25 g de esta cáscara molida y tamizada, por lo que el volumen de reacción fue de 625 ml. Este aumento en la cantidad de cascarilla procesada fue debido a que, durante las extracciones preliminares, 10 g de cascarilla en 100 ml resultaron escasos si posteriormente se querían realizar ensayos adicionales con la celulosa extraída.

Por otro lado, en todos los casos la cascarilla molida fue tamizada a un tamaño de 0.5 mm frente a los 0.18 mm de las condiciones preliminares. Este cambio se debió a que el tamizado a 0.18 mm resultaba muy laborioso con el material disponible. Sin embargo, para evaluar la influencia de este cambio, el experimento número 1 que se presenta en la Tabla XIII también se desarrolló con cascarilla de avellana tamizada a 0.18 mm.

En este contexto, además de ensayarse dos diferentes tiempos de hidrólisis, también se ensayó un porcentaje de NaOH del 10%, para evidenciar el efecto que pudiera tener sobre la extracción en estas condiciones un aumento drástico en la concentración de este reactivo. Los detalles experimentales y los resultados obtenidos se exponen en la Tabla XV.

Tabla XV. Condiciones de hidrólisis para 25 g de cascarilla molida, tamizada a 0.5 mm y en un volumen de reacción de 625 ml.

Nº experimento	% w/v NaOH	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Rendimiento de extracción (%)	Rendimiento de blanqueamiento (%)	Pureza de la celulosa obtenida (%)
1	3	80	180 (x2)	77.2	55.3	82.3
2	3	80	30 (x2)	76.4 ± 4.0	52.2 ± 2.2	81.4 ± 17.1
3	10	80	180 (x2)	72.1 ± 3.7	50.3 ± 6.1	95.1 ± 4.1

En cuanto al tiempo de procesamiento, los resultados obtenidos indican que una menor duración de la digestión no tuvo un efecto negativo sobre el rendimiento de la extracción (experimento 2), ya que este fue muy similar al alcanzado cuando el tiempo de hidrólisis se incrementó seis veces (experimento 1).

A su vez, comparando el experimento 1 (3% NaOH) con el experimento 3 (10% NaOH), donde se mantienen constantes la temperatura (80 °C) y el tiempo de reacción (180 min por duplicado), se observan que el rendimiento de extracción disminuye, baja de 77.2% a 72.1 ± 3.7%. Esto sugiere que una mayor concentración de NaOH provoca una mayor disolución de componentes no celulósicos, pero también puede degradar parte de los polisacáridos útiles. También da lugar a un aumento de la pureza de la celulosa, se incrementa de 82.3% a 95.1 ± 4.1%. Entonces, el aumento de la concentración de NaOH tiene un efecto positivo sobre la pureza de la celulosa obtenida, pero reduce tanto el rendimiento de extracción como el rendimiento de blanqueamiento, lo que implica una pérdida de masa tratable. Por tanto, existe un compromiso entre pureza y rendimiento que debe considerarse según el objetivo del proceso (máxima pureza vs. máxima eficiencia de recuperación).

En cuanto al efecto que tuvo el tamaño de partícula, el mismo experimento 1 pero realizado con avellana tamizada a 0.18 mm, dio un rendimiento de extracción del 73.9%, un rendimiento de blanqueamiento del 52.0% y una pureza de la celulosa obtenida del 92%. Estos resultados sugieren que un tamaño de partícula inferior sí que pueden influir positivamente, aunque sea marginalmente, sobre la pureza de la celulosa obtenida, aunque la falta de duplicados y el estrecho margen entre ambos resultados introduzcan cierta incertidumbre. En cualquier caso, este comportamiento concuerda con lo reportado por Melesse et al. (2022), quienes destacan que una reducción en el tamaño de partícula mejora la superficie específica, y, por lo tanto, facilita un mayor contacto entre el reactivo químico y las fibras lignocelulósicas, incrementando la acción de extracción de la celulosa. Por lo que se da lugar a una mejora en la eliminación de lignina y hemicelulosa, lo cual contribuye a una mayor pureza del producto final.

### **4.3. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS QUÍMICOS DE LAS MUESTRAS DE CELULOSA OBTENIDAS**

#### **4.3.1. Análisis por FTIR**

En primer lugar, se comparan las diferentes curvas de celulosa extraída antes y después de blanquear para un mismo experimento, en este caso el número 13 (correspondiente al ensayo de tipo 2 de las *condiciones de extracción avanzadas*: 3% w/v de NaOH, 80 °C y 30 min por duplicado). En la Figura 21 se observa cómo la muestra blanqueada presenta valles más profundos para los números de onda característicos de la celulosa, siendo un comportamiento que se repite en todas las muestras analizadas, tal y como se puede ver también en el experimento número 14, cuyas condiciones de extracción y blanqueamiento fueron las mismas (Fig. 22).

Estos valles a  $3400\text{ cm}^{-1}$  ocurren debido a la presencia de grupos hidroxilo de las glucosas, y entre  $1000$  y  $1200\text{ cm}^{-1}$  por los enlaces glucosídicos. De tal modo que las muestras blanqueadas dan lugar a valles más profundos al tener más pureza en celulosa. Por cada gramo de muestra, hay menos lignina, por tanto, hay más celulosa, más glucosa, y más enlaces glucosídicos (Yang *et al.*, 2007).

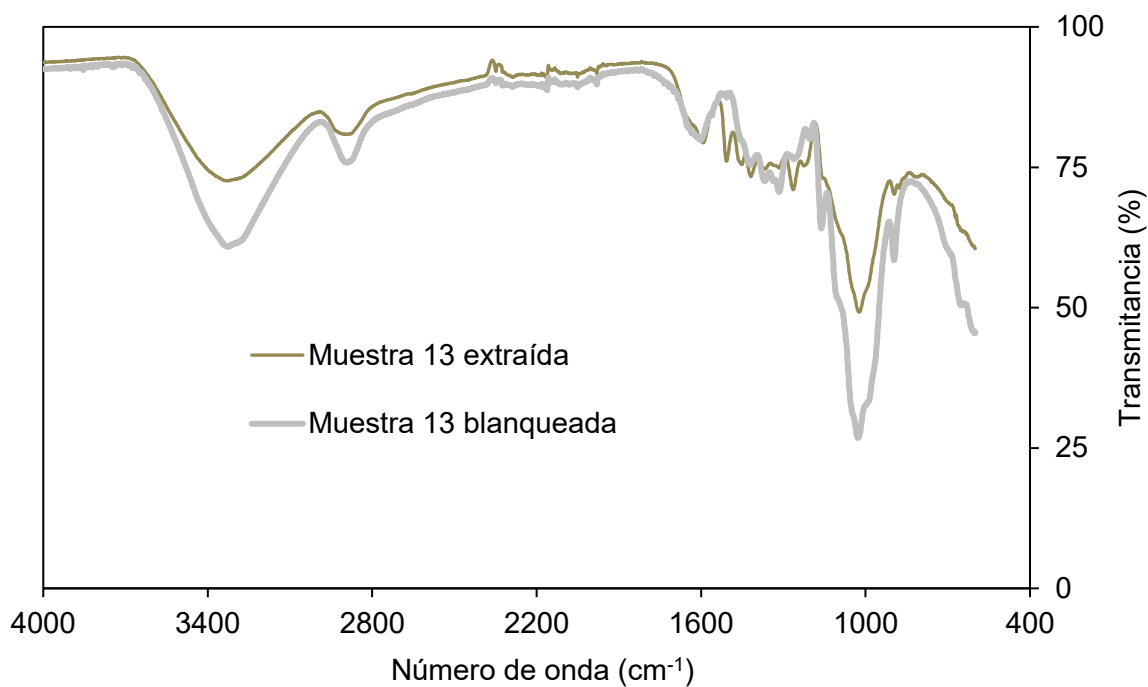


Fig. 21. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 13.

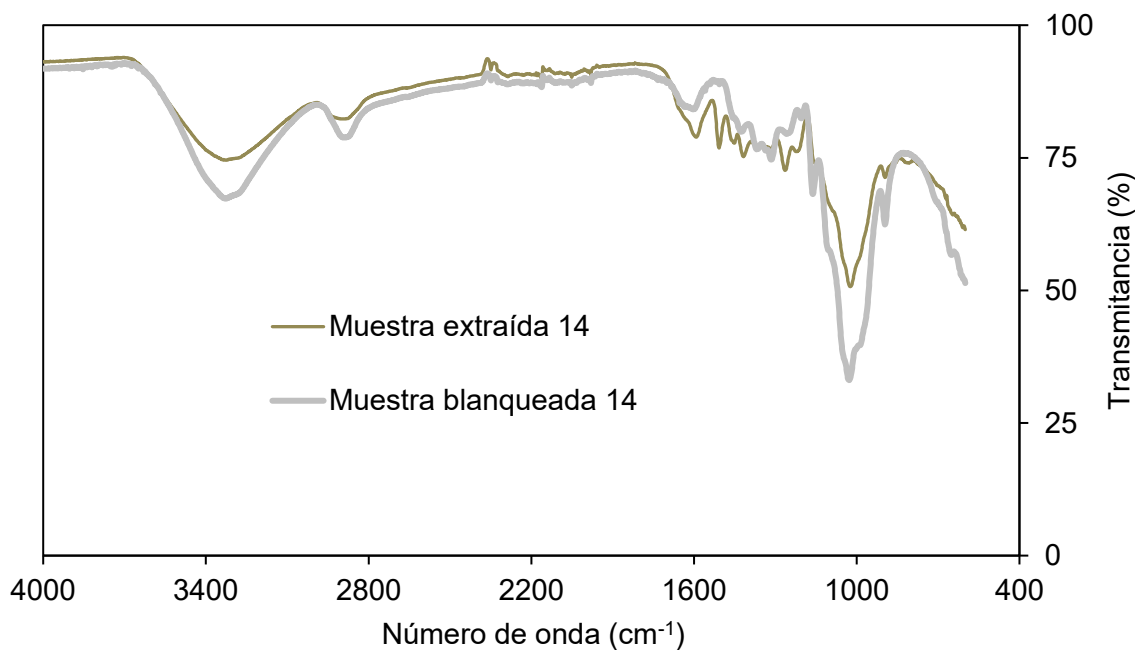


Fig. 22. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 14.

Por otra parte, se comparan las muestras extraída y blanqueada del experimento 16 (ensayo tipo 3 de las *condiciones de extracción avanzadas*: 10% w/v de NaOH, 80 °C y 180 min por duplicado), el cual fue el que obtuvo el mayor nivel de pureza tras el blanqueamiento

cuando se aplicó el método de aplicación de hidrólisis ácida con  $H_2SO_4$  (98.02% de celulosa), además de una muestra de celulosa comercial de Ence (Fig. 23).

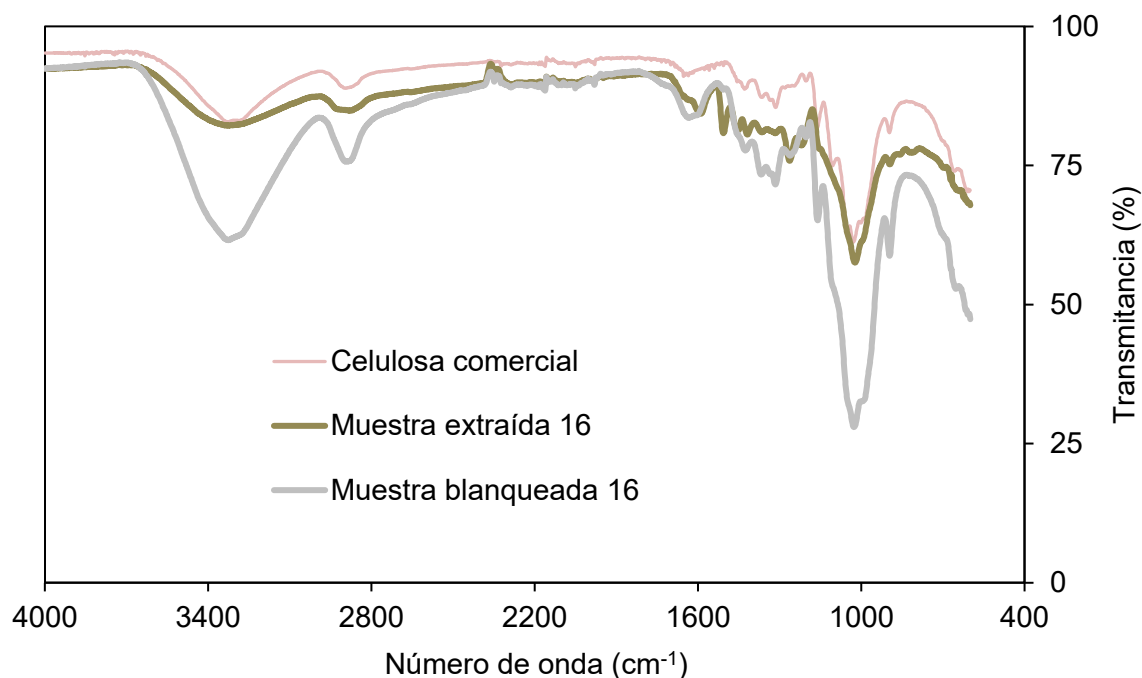


Fig. 23. Gráfico de transmitancia frente a número de onda para las muestras extraída y blanqueada del experimento 16, junto con celulosa comercial.

Lo que se observa es que la celulosa extraída tiene un perfil espectral más cercano al de la celulosa comercial que la celulosa blanqueada. Lo cual puede deberse a que el blanqueamiento industrial deja aún una cantidad considerable de lignina, no es celulosa purificada completamente. Con lo cual, por cada gramo de producto comercial hay menos celulosa que en la celulosa blanqueada experimentalmente.

#### 4.3.2. Análisis TGA

Aplicando este procedimiento en productos obtenidos de los experimentos 13 – 16, en las Figuras 24 - 27 se puede observar que las muestras blanqueadas (designadas con la letra B) pierden mayor o menor masa que las muestras sin blanquear (letra E), para los distintos rangos de temperatura correspondientes a la degradación térmica de hemicelulosa, celulosa y lignina.

Esto da lugar a que las muestras blanqueadas se mantengan estables en el rango de degradación de hemicelulosa (200 – 300 °C), a diferencia de las extraídas que sí que muestran una ligera pérdida de masa. Mientras que en rango de degradación de celulosa (300 – 370)

se observa una caída de masa mucho más pronunciada en las muestras blanqueadas, ya que estas contienen bastante más pureza de este componente.

Finalmente, a 780 ° C, en las muestras sin blanquear queda una mayor cantidad de residuo a, lo cual indica una mayor presencia de compuestos inorgánicos no combustibles, seguramente debido a sales que no se lavaron del todo después de la extracción.

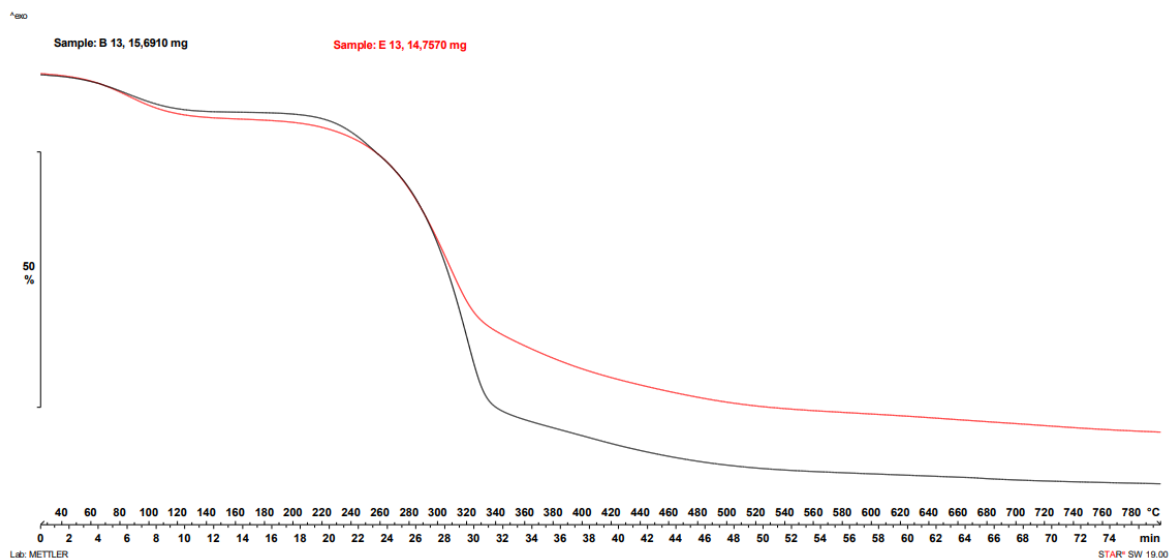


Fig. 24. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 13.

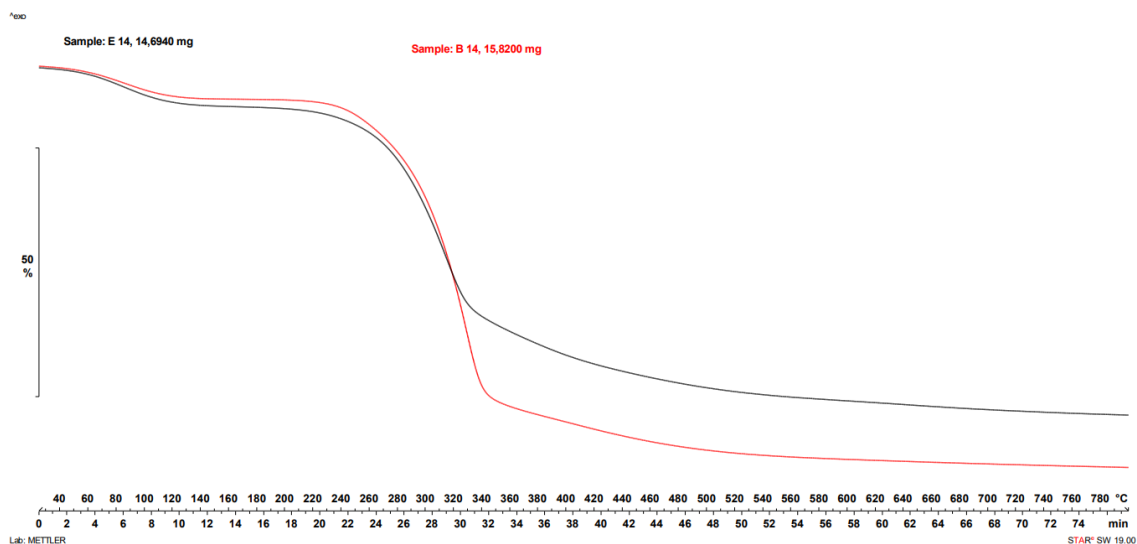


Fig. 25. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 14.

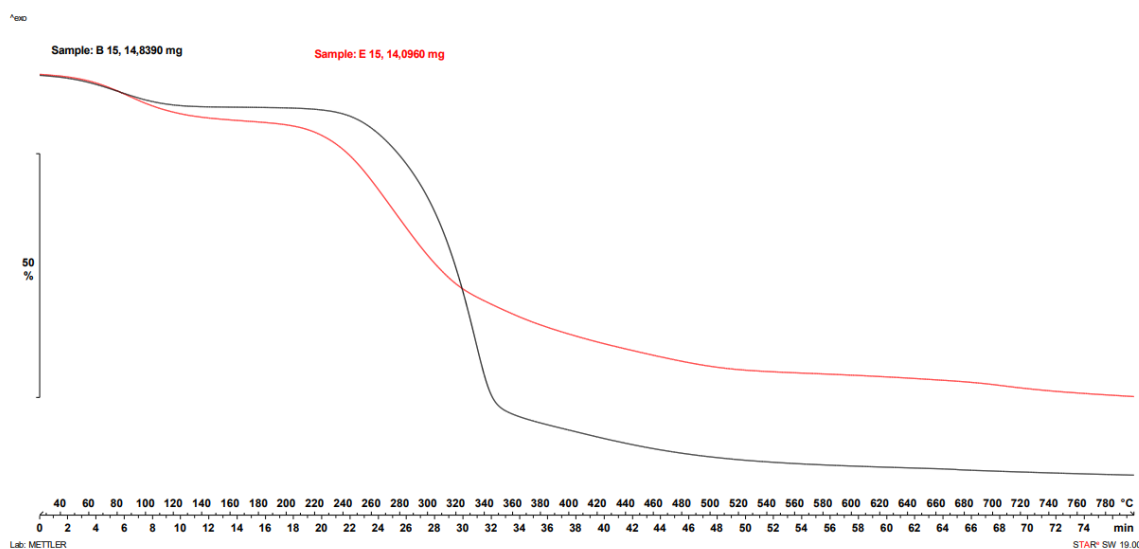


Fig. 26. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 15.

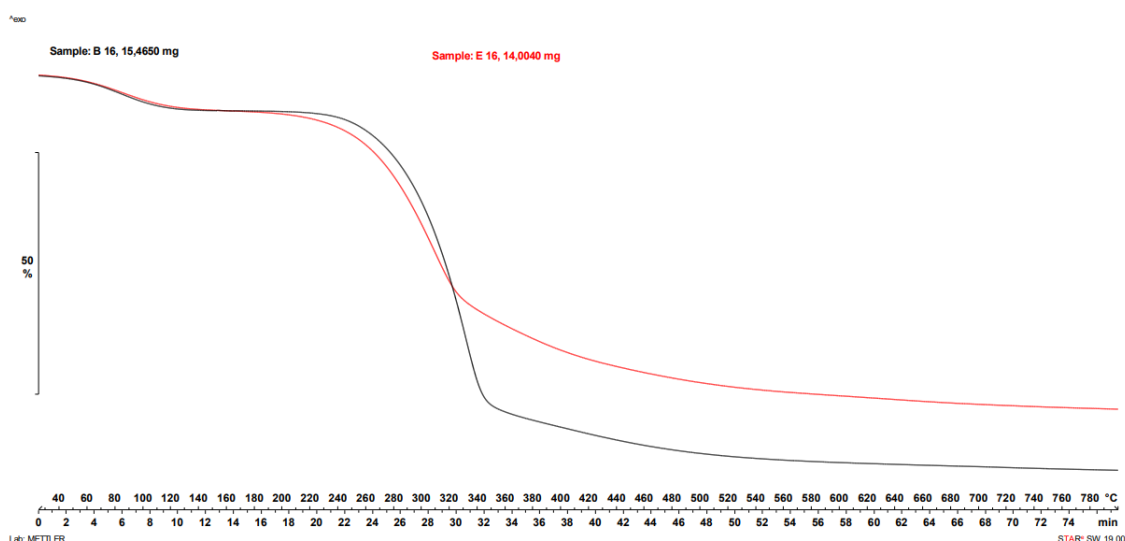


Fig. 27. Gráfico de pérdida de masa frente a tiempo y temperatura para las muestras extraída y blanqueada del experimento 16.

#### 4.4. RESULTADOS DE LA DE EXTRACCIÓN DE PECTINA A PARTIR DE RESIDUOS DE NARANJA, MANZANA Y PERA

Se obtuvieron los valores mostrados en la Tabla XVI en cuanto a los pesos del producto y del residuo sólido generado en cada extracción, con sus correspondientes porcentajes respecto a la materia prima utilizada.

Tabla XVI. Resultados de las extracciones de pectina a partir de residuos de fruta.

Fruta	Peso del producto (g)	% producto respecto materia prima seca	Peso del residuo (g)	% residuo respecto materia prima seca
Naranja	1.0 ± 0.2	8.6 ± 1.2	7.4 ± 0.6	63.1 ± 3.1
Manzana	1.4 ± 0.3	12.2 ± 2.8	4.2 ± 0.2	36.4 ± 1.4
Pera	0.06 ± 0.07	0.6 ± 0.7	4.2 ± 0.03	38.4 ± 0.9

Los resultados muestran diferencias notables en cuanto a la eficiencia del proceso dependiendo del tipo de fruta empleada como materia prima. La manzana fue el residuo que ofreció el mejor rendimiento en la extracción de pectina, con valores que alcanzan hasta un 14.19 % en el experimento 5. El promedio de rendimiento entre los dos experimentos realizados con manzana es del 12.23 %, significativamente superior al resto. Asimismo, la cantidad de residuo sólido remanente tras la extracción fue la más baja (media del 36.39 %), lo que sugiere una mayor solubilización de componentes pécticos.

Respecto a los residuos de naranja utilizados como materia prima, los resultados del experimento número 1 no se tienen en cuenta debido a fallos en el proceso de filtración. Presenta un rendimiento intermedio, con valores entre 7.79 % y 9.46 %, y un promedio de 8.63%. La cantidad de residuo sólido remanente fue más elevada, con un promedio del 63.05%, lo que indica una menor eficiencia del proceso respecto a la manzana. Sin embargo, sigue siendo un sustrato más aprovechable que la pera.

La pera mostró los peores resultados, con rendimientos muy bajos en ambos experimentos (0.11 % y 1.06 %, promedio de 0.58 %) y con un porcentaje de residuo relativamente alto (media del 38.43 %). Esto indica que, bajo las condiciones utilizadas, los residuos de pera no son adecuados

Las diferencias en los rendimientos experimentales de extracción de pectina se deben a factores clave relacionados con la composición de la pared celular y las propiedades de la pectina en cada materia prima. Comercialmente, más del 85 % de la pectina proviene de corteza de cítricos, mientras que el resto corresponde a residuos de manzana. Las pectinas extraídas tanto de cítricos como de manzana suelen tener un contenido elevado en ácido galacturónico y un grado de metilación (DE) alto, lo que favorece su precipitación con etanol tras la acidificación.

En la manzana, la pared celular es menos lignificada y más porosa, facilitando la penetración del ácido y la conversión de pectina insoluble a soluble. La naranja, aunque rica en pectina en su corteza, puede tener menor rendimiento si se extrae únicamente de pulpa

residual, donde la accesibilidad es menor. La pera posee menor contenido de pectina accesible, mayor lignificación y menor grado de metilación, factores que limitan su precipitación y solubilización bajo las condiciones aplicadas, lo que sugiere que no es una materia prima adecuada sin modificar el método, por ejemplo, hidrólisis previa más agresiva o utilización de enzimas (Rodríguez y Castro, 2019).

## **5. CONCLUSIONES**

---

A continuación, se recogen las principales conclusiones obtenidas durante el desarrollo del presente trabajo:

- La cáscara de avellana constituye una materia prima viable para la obtención de celulosa, con un contenido inicial promedio del 31,13%, lo que demuestra su potencial como recurso lignocelulósico no leñoso de valor añadido.
- La hidrólisis alcalina con NaOH ha demostrado ser un método efectivo para la extracción de celulosa, especialmente a concentraciones del 3% al 10% w/v. Se ha observado que, a mayor concentración de NaOH, la pureza de celulosa tiende a aumentar, aunque con una ligera disminución del rendimiento total debido a la degradación parcial de celulosa.
- Se observó que el uso de temperaturas moderadas, en torno a 80 °C, permite obtener altos rendimientos de extracción de celulosa sin comprometer su calidad. A diferencia de temperaturas más elevadas (como 130 °C), que pueden provocar degradación de la celulosa y disminución del rendimiento, las condiciones suaves favorecen una extracción más eficiente y controlada.
- El aumento del tiempo de hidrólisis alcalina (180 min por duplicado), favoreció una mayor pureza de la celulosa. Este efecto fue más pronunciado en combinación con una concentración de NaOH del 10%, lo que sugiere que un mayor tiempo de extracción permite una remoción más completa de lignina y hemicelulosa.
- El proceso de blanqueamiento con NaClO<sub>2</sub> mejora significativamente la pureza de la celulosa obtenida. Sin embargo, este paso también implica una reducción en cuanto al peso en el rendimiento del producto final con respecto a la materia prima empleada, por lo que su conveniencia debe evaluarse según el uso final del material.
- Las técnicas de caracterización empleadas (FTIR y TGA) confirmaron la eliminación efectiva de lignina y hemicelulosa en las muestras tratadas, así como la mejora en la estabilidad térmica de la celulosa blanqueada con respecto a la extraída en el análisis TGA. Asimismo, en el análisis FTIR, se obtuvieron comportamientos de los productos extraídos bastante cercanos al de la celulosa comercial.
- La celulosa obtenida es un material versátil, utilizado en la producción de materiales biodegradables como bioplásticos, papel y aditivos en la industria cosmética y farmacéutica, contribuyendo a la reducción del impacto ambiental en estos sectores. Este tipo de valorización de residuos es crucial en el contexto de la creciente demanda de materiales sostenibles y ecológicos.

- En cuanto a la extracción de pectina, el método de hidrólisis ácida con HCl y posterior precipitación con etanol ha permitido obtener un producto pectínico aceptable y de valor comercial a partir de residuos de manzana, pera y naranja, lo que confirma su viabilidad como proceso de valorización de subproductos agroalimentarios.

En definitiva, se ha demostrado que los residuos agroalimentarios como la cáscara de avellana y los subproductos de frutas pueden ser utilizados eficazmente como materias primas para la obtención de celulosa y pectina, respectivamente. Los métodos de extracción empleados, combinando procedimientos clásicos con ajustes de parámetros, han permitido obtener productos de alta pureza y calidad, compatibles con futuras aplicaciones industriales. De modo que este estudio contribuye al desarrollo de procesos sostenibles y a la valorización de residuos en el marco de la economía circular. Sin embargo, se debe continuar investigando en la mejora de los rendimientos, eficiencia energética y material del proceso, y en el análisis de las propiedades fisicoquímicas específicas de los productos obtenidos en función de su aplicación final objetivo (bioplásticos, farmacéutica, alimentación, etc.).

## **6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABAZARI, M. F., GHOLIZADEH, S., KARIZI, S. Z., BIRGANI, N. H., ABAZARI, D., PAKNIA, S., DERAKHSHANKHAH, H., ALLAHYARI, Z., AMINI, S. M., HAMIDI, M., y DELATTRE, C., 2021. *Recent advances in cellulose-based structures as the wound-healing biomaterials: A clinically oriented review*. Applied Sciences, 11(17), 7769. <https://doi.org/10.3390/app11177769>.

ÁLVAREZ, A., CACHERO, S., GONZÁLEZ-SÁNCHEZ, C., MONTEJO-BERNARDO, J., PIZARRO, C. y BUENO, J.L., 2018. *Novel method for holocellulose analysis of non-woody biomass wastes*. Carbohydrate Polymers, vol. 199 (135–145). DOI: 10.1016/j.carbpol.2018.02.043.

ANXIN CHEMISTRY, 2024. *Éter de celulosa: Propiedades y usos en la industria farmacéutica*. Anxin Chemistry. News. <https://www.hpmcproducer.com/news/eter-de-celulosa-propiedades-y-usos-en-la-industria-farmaceutica/>.

ATRIA INNOVATION. (s.f.). *¿Qué es el FTIR?* Atria Innovation. Blog. <https://atriainnovation.com/blog/que-es-el-ftir/>.

BENALAYA, I., ALVES, G., LOPES, J., y SILVA, L. R., 2024. *A review of natural polysaccharides: Sources, characteristics, properties, food, and pharmaceutical applications*. International Journal of Molecular Sciences, 25(2), 1322. <https://doi.org/10.3390/ijms25021322>.

CHANTHAVONG, V., PRABHAKAR, M. N., LEE, D.-W., y SONG, J. I., 2023. *Extraction of cellulose microfibers from waste fallen leaves and fabrication of a degradable composite film for packaging applications*. Changwon National University. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-3422350/v1>.

DIEZ, A., 2021. *Obtención de pectina mediante extracción asistida por microondas*. Universidad de Valladolid. UVaDOC. <https://uvadoc.uva.es/bitstream/handle/10324/47728/TFG-I-1892.pdf?sequence=1>.

ENCE. (s.f.). *Celulosa de la máxima calidad*. Ence. Conoce Ence. <https://ence.es/conoce-ence/nuestros-negocios/celulosa-de-la-maxima-calidad/>.

IRIARTE, A., 2024. *Valorización de magaya como sustrato para lograr polifenoles y pectines*. Universidad de Oviedo. Facultad de Química. Trabajo Fin de Máster en Biotecnología Alimentaria.

- JIANG, Y., NIE, S., LIANG, D., ZHANG, N., WANG, S., y SONG, X., 2015. *Effects of alkaline hydrogen peroxide pre-extraction on bamboo lignin chemistry and other bamboo chemical components*. BioResources, 9(3), 4422–4435. <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/effects-of-alkaline-hydrogen-peroxide-pre-extraction-on-bamboo-lignin-chemistry-and-other-bamboo-chemical-components>.
- KUMAR, P., BARRETT, D. M., DELWICHE, M. J., y STROEVE, P., 2009. *Methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production*. Industrial & Engineering Chemistry Research, 48(8), 3713–3729. <https://doi.org/10.1021/ie801542g>.
- LOUIME, C., y UCKELMANN, H., 2008. *Cellulosic ethanol: Securing the planet future energy needs*. International Journal of Molecular Sciences, 9(5), 838–841. <https://doi.org/10.3390/ijms9050838>.
- MARKET RESEARCH INTELLECT, 2024. *Innovations in biodegradable products drive expansion of the cellulose derivative market*. Market Research Intellect. <https://www.marketresearchintellect.com/es/blog/innovations-in-biodegradable-products-drive-expansion-of-the-cellulose-derivative-market/>.
- MELESSE, G. T., HONE, F. G. Y MEKONNEN, M. A., 2022. *Extraction of Cellulose from Sugarcane Bagasse: Optimization and Characterization*. Advances in Materials Science and Engineering, 2022, Article ID 1712207. <https://doi.org/10.1155/2022/1712207>.
- NANDA, S., PATRA, B. R., PATEL, R., BAKOS, J., y DALAI, A. K., 2022. *Innovations in applications and prospects of bioplastics and biopolymers: A review*. Environmental Chemistry Letters, 20, 379–395. <https://doi.org/10.1007/s10311-021-01334-4>.
- ORÚS, A., 2024. *Producción de frutos secos en España por tipo*. Statista. <https://es.statista.com/estadisticas/510078/produccion-de-frutos-secos-en-espana-por-tipo/>
- RAMÍREZ-GAVIDIA, T. C., GONZÁLEZ-COLMENARES, N. M., y GUERRERO-PERNÍA, E. K., 2020. *Pectina de residuos de naranja aplicando el principio de las 3R*. Aibi Revista de Investigación, Administración e Ingeniería, 8(2), 84–91. <https://doi.org/10.15649/2346030X.819>.
- REPORTPRIME, 2025. *Pectina: tamaño del mercado, crecimiento, pronóstico hasta 2031*. ReportPrime. <https://www.reportprime.com/es/Pectina-r18260>.

- REVISTA COMPLETA, 2024. *Fabricación de papel: Proceso y aplicaciones*. Revista Completa. <https://revistacompleta.com/fabricacion-de-papel-proceso-y-aplicaciones/>.
- RODRÍGUEZ, V., y CASTRO, L. I., 2019. *Pectin – Extraction, purification, characterization and applications*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.85588>.
- RUBIANO, V., MONTAÑA, M., y DIAS, N., 2022. *Pectinas: extracción, usos e importancia en la agroindustria*. Revista Científica Latinoamericana, 2024. [https://doi.org/10.37811/cl\\_rcm.v6i5.3498](https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v6i5.3498).
- SEO, P.-N., HAN, S.-Y., PARK, C.-W., LEE, S.-Y., KIM, N.-H., y LEE, S.-H., 2019. *Effect of alkaline peroxide treatment on the chemical compositions and characteristics of lignocellulosic nanofibrils*. BioResources, 12(4), 998–1009. <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/effect-of-alkaline-peroxide-treatment-on-the-chemical-compositions-and-characteristics-of-lignocellulosic-nanofibrils>.
- SINOSILK, 2024. *¿Qué es la tela de rayón? La guía definitiva*. Sinosilk. <https://es.sinosilk.com/what-is-rayon-fabric/>.
- SOGUT, E. y CAKMAK, H., 2020. *Utilization of carrot (Daucus carota L.) fiber as a filler for chitosan-based films*. Food Hydrocolloids, vol. 105, 105861. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2020.105861.
- SUSI, S., AINURI, M., WAGIMAN, W. y FALAH, M.A.F., 2022. *Effect of delignification and bleaching stages on cellulose purity of oil palm empty fruit bunches*. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, vol. 1116, 012018. DOI: 10.1088/1755-1315/1116/1/012018.
- TODO EN POLÍMEROS, 2018. *Pectina*. Todo en polímeros. <https://todoenpolimeros.com/2018/11/07/pectina/>
- TORRES, D., MORALES, S. P., y QUINTERO, J. C., 2017. *Evaluación de pretratamientos químicos sobre materiales lignocelulósicos*. Ingeniare. Revista chilena de ingeniería, 25(4), 733–743. <https://www.scielo.cl/pdf/ingeniare/v25n4/0718-3305-ingeniare-25-04-00733.pdf>.
- UNIVERSIDAD DE OVIEDO. (s.f.). *Equipos*. Universidad de Oviedo. Servicios Científico Técnicos. Análisis químico. Ensayos Térmicos y Análisis Elemental. Equipos. <https://www.sct.uniovi.es/unidades/analisis-quimico/ensayos-termicos/equipos>.

UNIVERSIDAD DE VALLADOLID. (s.f.). *Tema 3: Composición de los residuos orgánicos*. Universidad de Valladolid. Escuela de Ingenierías Industriales. <https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-03.php>.

VORAGEN, A. G. J., COENEN, G. J., VERHOEF, R. P., y SCHOLS, H. A., 2009. *Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls*. *Structural Chemistry*, 20(2), 263–275. <https://doi.org/10.1007/s11224-009-9442-z>.

XAVIER, A., 2019. *Estudio de la cáscara de nuez pecana extruida y fermentada*. Universitat Politècnica de Catalunya. <https://core.ac.uk/outputs/286456168/>.

YANG, H., YAN, R., CHEN, H., LEE, D. H., y ZHENG, C., 2007. *Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis*. *Fuel*, 86(12–13), 1781–1788. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>.

## **APÉNDICES**

## A. LISTA DE SÍMBOLOS

CMC	Carboximetilcelulosa
CMF	Microfibras de celulosa
DM	Grado de metilación
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier
PVA	Alcohol polivinílico
TGA	Análisis termogravimétrico