



**UNIVERSIDAD NACIONAL
PEDRO RUIZ GALLO**



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

TESIS

**Optimización en la extracción de nanocelulosa de la coronta de
maíz morado (Zea Mays)**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA
QUÍMICA**

AUTOR:

Bach. Burgos Saavedra Amanda del Carmen

ASESORA:

Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
<https://orcid.org/0000-0002-9065-0810>

Lambayeque – Perú

2025



**UNIVERSIDAD NACIONAL
PEDRO RUIZ GALLO**



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

TESIS

**Optimización en la extracción de nanocelulosa de la coronta de
maíz morado (Zea Mays)**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERA
QUÍMICA**

APROBADO POR EL SIGUIENTE JURADO:

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar
Presidenta

Dra. Doyle Isabel Benel Fernández
Secretaria

M. Sc. Miguel Ángel Arriaga Delgado
Vocal

Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
Asesora



ACTA DE SUSTENTACIÓN - 2025

Siendo las 11:00 am del jueves 04 de diciembre del 2025, se reunieron en la sala de sustentación de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias los miembros del jurado evaluador de la Tesis Titulada: **Optimización en la extracción de nanocelulosa de la coronta de maíz morado (Zea Mays)**; designados con Res.N°330-2024-D-FIQIA de fecha 03 de julio del 2024 y aprobada con Res.N°493-2024-D-FIQIA de fecha 03 de octubre del 2024, con la finalidad de Evaluar y Calificar la sustentación de la tesis antes mencionada, conformado por los siguientes docentes:

- **Presidente:** Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar
- **Secretario:** Dra. Doyle Isabel Benel Fernandez
- **Vocal:** M.Sc. Miguel Angel Arriaga Delgado

La tesis fue asesorada por la Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán, nombrada con Res.N°256-2024-D-FIQIA de fecha 28 de mayo del 2024. El acto de sustentación es autorizado con Res. N°563-2025-D-FIQIA de fecha 14 de noviembre del 2025.

La Tesis fue presentada y sustentada por la Bachiller: **BURGOS SAAVEDRA AMANDA DEL CARMEN; de la Escuela Profesional de Ingeniería Química;** y tuvo una duración de 45 minutos.

Después de la sustentación, y absueltas las preguntas y observaciones de los miembros del jurado; se procedió a la calificación respectiva, otorgándole el calificativo de 18 (Dieciocho) en la escala vigesimal, mención MUY BUENO

Por lo que queda APTA para obtener el Título Profesional de **INGENIERA QUIMICA** de acuerdo con la Ley Universitaria 30220 y la normatividad vigente de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias y la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.

Siendo las 11:45 am se dio por concluido el presente acto académico, dándose conformidad al presente acto, con la firma de los miembros del jurado.

Firmas

.....
Presidente
Dra. TARCILA AMELIA CABRERA SALAZAR

.....
Vocal
M.Sc. MIGUEL ANGEL ARRIAGA DELGADO

.....
Secretaria
Dra. DOYLE ISABEL BENEL FERNANDEZ

.....
Asesora
Dra. BLANCA MARGARITA ROMERO GUZMAN

CONSTANCIA DE VERIFICACION DE ORIGINALIDAD

Yo Blanca Margarita Romero Guzman..... usuario revisor de Tesis ☒

Trabajo de Suficiencia Profesional y/o ☐ Trabajo Académico ☐

Titulado: Optimizacion en la extraccion de nanocelulosa de la coronta de maiz morado.....

("Zea Mayz L.").....

Cuyo autor (es) son: Amanda del Carmen Burgos Saavedra; con DNI N° 73795809..... y

.....; con DNI N°..... ; declaro que la evaluación

realizada por el Programa informático, ha arrojado un porcentaje de similitud

...19...%, verificables en el Resumen del Reporte automatizado de similitudes que

se acompaña.

El suscrito (a) analizó reporte y concluyó que cada una de las coincidencias

detectadas dentro del porcentaje de similitud permitido no constituyen plagio y

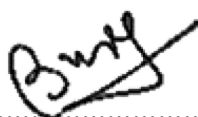
que el documento cumple con la integridad científica y con las normas para el

uso de citas y referencias establecidas en los protocolos respectivos,

Se cumple con adjuntar el Recibo Digital a efectos de la trazabilidad respectiva

del proceso.

Lambayeque, ..31...de.octubre del 2025..



Firma (Asesor)

Nombres y Apellidos Blanca Margarita Romero Guzman.....

DNI 16440129.....

Defina la modalidad con (X)

Adjunta:

Resumen de Reporte automatizado de similitudes

Recibo digital

Tesis de Nanocelulosa

INFORME DE ORIGINALIDAD

19%

INDICE DE SIMILITUD

18%

FUENTES DE INTERNET

8%

PUBLICACIONES

8%

TRABAJOS DEL
ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	hdl.handle.net Fuente de Internet	6%
2	dspace.esPOCH.edu.ec Fuente de Internet	1%
3	revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe Fuente de Internet	1%
4	revistas.upt.edu.pe Fuente de Internet	1%
5	repositorio.unprg.edu.pe Fuente de Internet	1%
6	es.scribd.com Fuente de Internet	1%
7	repositorio.unsaac.edu.pe Fuente de Internet	1%
8	repositorio.unu.edu.pe Fuente de Internet	<1%
9	andina.pe Fuente de Internet	<1%
10	static1.squarespace.com Fuente de Internet	<1%
11	dicyt.uajms.edu.bo Fuente de Internet	<1%
12	tangara.uis.edu.co Fuente de Internet	<1%

Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
Asesora

13	Submitted to Pontificia Universidad Catolica del Peru Trabajo del estudiante	<1 %
14	Submitted to Universidad Nacional del Centro del Peru Trabajo del estudiante	<1 %
15	Submitted to Instituto Politecnico Nacional Trabajo del estudiante	<1 %
16	Dileswar Pradhan, Amit K. Jaiswal, Swarna Jaiswal. "Emerging technologies for the production of nanocellulose from lignocellulosic biomass", Carbohydrate Polymers, 2022 Publicación	<1 %
17	Submitted to Universidad Técnica de Machala Trabajo del estudiante	<1 %
18	Submitted to Universidad Nacional Tecnológica De Lima Sur Trabajo del estudiante	<1 %
19	www.researchgate.net Fuente de Internet	<1 %
20	1library.co Fuente de Internet	<1 %
21	repository.uaeh.edu.mx Fuente de Internet	<1 %
22	Submitted to Universidad Autónoma de Nuevo León Trabajo del estudiante	<1 %
23	Yahya Almajanni, Hamid Amiri, Asghar Taheri-Kafrani. "Efficient and cost-effective biodegradation of phenolic compounds in lignocellulosic biomasses using laccase	<1 %



Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
Asesora

immobilized onto magnetically recoverable
nanocellulose-functionalized iron-oxide
nanoparticles", Industrial Crops and Products,
2025

Publicación

24	idus.us.es	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

25	repositorio.espe.edu.ec	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

26	repositorio.unjfsc.edu.pe	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

27	revistas.udistrital.edu.co	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

28	Miguel Fernando Aldas Carrasco. "Uso de derivados de colofonia como aditivos sostenibles en biopolímeros de almidón termoplástico (TPS)", Universitat Politecnica de Valencia, 2021	<1 %
----	---	------

Publicación

29	repositorio.umsa.bo	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

30	repositorio.ute.edu.ec	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

31	vdocuments.net	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

32	www.itto.int	<1 %
----	---	------

Fuente de Internet

33	"Efecto de la adición integrada de un extracto de coronta de maíz morado (Zea mays L.) obtenido mediante extracción con líquidos calientes presurizados sobre el contenido de contaminantes neoformados en galletas	<1 %
----	---	------



Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán

Asesora

saladas", Pontificia Universidad Catolica de Chile, 2023

Publicación

34	assets.zyrosite.com Fuente de Internet	<1 %
35	docta.ucm.es Fuente de Internet	<1 %
36	doczz.es Fuente de Internet	<1 %
37	es.readkong.com Fuente de Internet	<1 %
38	www.scielo.org.mx Fuente de Internet	<1 %
39	Submitted to ITESM: Instituto Tecnologico y de Estudios Superiores de Monterrey Trabajo del estudiante	<1 %
40	sedici.unlp.edu.ar Fuente de Internet	<1 %
41	socudoc.com Fuente de Internet	<1 %
42	Submitted to Universidad Nacional Agraria La Molina Trabajo del estudiante	<1 %
43	civilica.com Fuente de Internet	<1 %
44	idoc.pub Fuente de Internet	<1 %
45	ri-ng.uaq.mx Fuente de Internet	<1 %
46	riubu.ubu.es Fuente de Internet	<1 %

Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
Asesora



Recibo digital

Este recibo confirma que su trabajo ha sido recibido por **Turnitin**. A continuación podrá ver la información del recibo con respecto a su entrega.

La primera página de tus entregas se muestra abajo.

Autor de la entrega: Amanda Del Carmen Burgos Saavedra
Título del ejercicio: Quick Submit
Título de la entrega: Tesis de Nanocelulosa
Nombre del archivo: tesis_nanocelulosa_27-octubre.docx
Tamaño del archivo: 3.56M
Total páginas: 59
Total de palabras: 12,633
Total de caracteres: 71,240
Fecha de entrega: 27-oct-2025 05:41 p. m. (UTC-0500)
Identificador de la entrega: 2794877097



UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E
INDUSTRIAS ALIMENTARIAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS

Optimización en la extracción de nanocelulosa de la coronta de maíz
morado (Zea Mays)

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

Ingeniería Química

PRESENTADO POR:
Bach. Burgos Saavedra Amanda del Carmen

ASESORADO POR:
Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán

Lambayeque – Perú
2025

Dra. Blanca Margarita Romero Guzmán
Asesora

DEDICATORIA

*A Dios. Por mostrarme su amor y
sabiduría en los momentos indicados
para llevar a cabo mi labor.*

*A mis padres. Por sus palabras de
ánimo y consejos constantes que me
sirvieron para cumplir mis
objetivos y seguir siendo un orgullo
para ellos.*

AGRADECIMIENTO

A la FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS ALIMENTARIAS de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo, por el apoyo brindado para la ejecución y culminación de la presente investigación.

A mi asesora y Responsable del proyecto PROCENCIA la Dra. Blanca Romero Guzmán por compartirme sus conocimientos y apoyo constante durante el proceso de desarrollo de la tesis.

A la Dra. Noemí León Roque, Co Investigadora del proyecto PROCENCIA, *por el valioso apoyo que me ha brindado a lo largo de este proceso.*

A la UNIVERSIDAD NACIONAL DE BARRANCA que me permitió realizar parte de esta investigación en sus laboratorios en la persona de la Dra. Eulalia Tapia Vargas, Co Investigadora del proyecto PROCENCIA.

A PROCENCIA [Contrato N° **PE501086767-2024**]: “Obtención de nanocelulosa de la coronta de maíz morado y su aplicación como agente de reforzamiento en películas biodegradables en la región Lambayeque” del que formo parte para la realización de la presente tesis.

RESUMEN

La presente investigación tiene como objetivo la optimización de la extracción de nanocelulosa de la coronta de maíz morado (*Zea mays*) residuo de la obtención de chicha morada del departamento de Lambayeque, Perú. Para lo cual se preparó las muestras mediante lavado, secado, molienda y tamizadas entre las mallas N°50 a N°200. Luego, se determinó humedad y ceniza (AOAC), extractivos, lignina y celulosa (TAPPI T207 cm – 99; TAPPI T 222 om – 15; TAPPI 203 om – 99 respectivamente). La extracción de celulosa se realizó por el tratamiento alcalino utilizando NaOH seguido de un blanqueamiento con H₂O₂ en un pH básico. Finalmente, para la producción de nanocelulosa se utilizó la oxidación de celulosa por el radical 2,2,6,6-tetrametilpiperidina 1-oxilo (TEMPO) como catalizador, bromuro de sodio (NaBr) como co-catalizador e hipoclorito de sodio (NaClO) como agente oxidante, este último en diferentes concentraciones (10, 20 y 30 milimoles/g celulosa) a tiempos de reacción (4, 6 y 8 horas) en medio básico (pH 10 -11) y a temperatura ambiente, mediante un diseño factorial 2³ con 4 repeticiones en el punto central. Para la cuantificación de carboxilatos en la nanocelulosa se utilizó el método de titulación conductimétrica. Las muestras de coronta de maíz morado, celulosa y nanocelulosa fueron caracterizadas por Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR) y Microscopía electrónica de barrido (SEM). La función de deseabilidad se utilizó para optimizar el rendimiento de extracción de nanocelulosa, obteniendo a una concentración de 29,39 mmol/g de NaClO y un tiempo de reacción de 4 horas.

El análisis de varianza ANOVA, indica que existe influencia significativa ($p < 0.05$) del hipoclorito de sodio y el tiempo de reacción de forma conjunta, en el rendimiento de extracción de nanocelulosa de la coronta de maíz morado.

Palabras: Extracción, celulosa, nanocelulosa, Rendimiento, Oxidación.

ABSTRACT

The aim of this research is to optimize the extraction of nanocellulose from purple corn cobs (*Zea mays*), a waste product from the production of chicha morada in the department of Lambayeque, Peru. To this end, the samples were prepared by washing, drying, grinding, and sieving between mesh sizes 50 and 200. Moisture and ash content (AOAC), extractives, lignin, and cellulose (TAPPI T207 cm – 99; TAPPI T 222 om – 15; TAPPI 203 om – 99, respectively) were then determined. Cellulose extraction was performed by alkaline treatment using NaOH followed by bleaching with H₂O₂ at a basic pH. Finally, for the production of nanocellulose, cellulose oxidation was used with 2,2,6,6-tetramethylpiperidine 1-oxyl (TEMPO) as a catalyst, sodium bromide (NaBr) as a co-catalyst, and sodium hypochlorite (NaClO) as an oxidizing agent, the latter in different concentrations (10, 20, and 30 millimoles/g cellulose) at reaction times (4, 6, and 8 hours) in a basic medium (pH 10-11) and at room temperature, using a 2³ factorial design with 4 replicates at the center point. The conductometric titration method was used to quantify carboxylates in nanocellulose. The samples of purple corn cob, cellulose, and nanocellulose were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy with attenuated reflectance (FTIR-ATR) and scanning electron microscopy (SEM). The desirability function was used to optimize the nanocellulose extraction yield, obtaining a concentration of 29.39 mmol/g of NaClO and a reaction time of 4 hours.

ANOVA analysis indicates that there is a significant influence ($p < 0.05$) of sodium hypochlorite and reaction time together on the extraction yield of nanocellulose from purple corn cobs.

Keywords: Extraction, cellulose, nanocellulose, yield, oxidation.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
I. INTRODUCCIÓN.....	1
II. DISEÑO TEÓRICO	3
2.1. Antecedentes	3
2.2. Base Teórica.....	5
2.2.1. Maíz morado.....	5
2.2.2. Biomasa lignocelulósica	6
2.2.2.1. Celulosa	7
2.2.2.2. Hemicelulosa.....	8
2.2.2.3. Lignina	8
2.2.3. Nanocelulosa	9
2.2.3.1. Tipos de nanocelulosa.....	10
2.2.4. Producción de nanocelulosa a partir de biomasa lignocelulósica.....	11
2.2.4.1. Pretratamiento: Aislamiento de la fibra de celulosa	12
2.2.4.2. Descomposición de la fibra de celulosa aislada a “nanocelulosa”	13
2.2.5. Oxidación Tempo	14
2.2.6. Aplicaciones de la nanocelulosa	15
2.2.7. Operacionalización de variables	16
III. DISEÑO METODOLOGICO	17
3.1. Diseño de contrastación de hipótesis	17
3.2. Lugar de ejecución de la Investigación	17
3.3. Población y muestra	17
3.4. Tipo de investigación	17
3.5. Equipos, Materiales, Técnicas, Instrumentos.....	17
3.5.1. Equipos y materiales.....	17
3.5.2. Reactivos	19
3.6. Instrumentos y Técnicas de recolección de datos	19
3.6.1. Obtención de la muestra CMM	20
3.6.1.1. Preparación de la muestra.....	20
3.6.1.2. Métodos de Análisis de la muestra CMM	22
3.6.2. Extracción de celulosa CCM	25
3.6.2.1. Extracción de las antocianinas de la coronta de maíz morado.....	25
3.6.2.2. Tratamiento alcalino.....	27
3.6.2.3. Blanqueamiento	28

3.6.2.4. <i>Caracterización de celulosa</i>	28
3.6.3. Obtención de Nanocelulosa	29
3.6.3.1. <i>Oxidación Tempo</i>	29
3.6.3.2. <i>Caracterización de nanocelulosa</i>	30
3.6.4. Análisis estadístico de los datos	31
IV. RESULTADOS	32
4.1. Caracterización de la coronta de maíz morado (CMM)	32
4.1.1. Humedad y ceniza	32
4.1.2. Extractivos	32
4.1.3. Celulosa, hemicelulosa y lignina	32
4.2 Extracción de celulosa.....	33
4.2.1. Tratamiento preliminar: Extracción de antocianinas.....	33
4.2.2. Rendimiento de extracción y pureza de celulosa.....	34
4.3. Obtención de nanocelulosa.....	34
4.3.1. Rendimiento de extracción y contenido de carboxilato de nanocelulosa.....	34
4.3.2. Caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR- ATR).....	36
4.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	36
4.4. Análisis estadístico de datos.....	37
4.4.1. Rendimiento de extracción de nanocelulosa	37
4.4.2. Contenido de Carboxilatos	39
4.5. Optimización del rendimiento de extracción de nanocelulosa.....	40
V. DISCUSIONES	41
5.1. Caracterización de la coronta de maíz morado:	41
5.1.1. Humedad, ceniza y extractivos	41
5.1.2. Celulosa, hemicelulosa y lignina	41
5.2. Extracción de celulosa.....	41
5.2.1. Tratamiento preliminar: Extracción de antocianinas.....	41
5.2.2. Rendimiento de extracción y pureza de celulosa.....	42
5.3. Obtención de nanocelulosa.....	42
5.3.1. Rendimiento de extracción y contenido de carboxilato de nanocelulosa.....	42
5.3.2. Caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR- ATR).....	43
5.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	44
5.4. Análisis estadísticos de datos	44

5.4.1. Rendimiento de extracción de nanocelulosa	44
5.4.2 Contenido de carboxilatos	45
5.5. Optimización de rendimiento de extracción de nanocelulosa	45
VI. CONCLUSIONES.....	46
VII. RECOMENDACIONES	47
VIII. REFERENCIAS.....	48
IX. ANEXOS.....	55
ANEXO 1. Preparación de la muestra CMM.....	55
ANEXO 2. Análisis proximal de la muestra CMM	56
ANEXO 3. Extracción de antocianinas de CMM	58
ANEXO 4. Extracción de celulosa.....	58
ANEXO 5. Extracción de nanocelulosa.....	59

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 Composición proximal de maíz morado	6
Tabla 2 Composición química de diferentes materias primas lignocelulósicas utilizadas para la producción de nanocelulosa (% base seca)	12
Tabla 3 Cuadro de operacionalización de variables.....	16
Tabla 4 Diseño factorial 2 ³ con 4 repeticiones en el punto central	30
Tabla 5 Humedad y ceniza en muestras de CMM	32
Tabla 6 Extractivos (%) en muestras de CMM.....	32
Tabla 7 Composición lignocelulósica de la coronta de maíz morado.....	32
Tabla 8 Comparación de los resultados con otras investigaciones	33
Tabla 9 Cuantificación de antocianinas a pH 4.....	33
Tabla 10 Cuantificación de antocianinas a pH 2.....	33
Tabla 11 Comparación de los resultados con corontas de maíz morado peruano	34
Tabla 12 Rendimiento de extracción en peso y pureza de celulosa.....	34
Tabla 13 Extracción en peso de nanocelulosa y contenido de carboxilatos	35
Tabla 14 Varianza ANOVA para el rendimiento de la extracción de nanocelulosa.....	37
Tabla 15 Coeficientes de regresión del rendimiento de extracción de nanocelulosa.....	37
Tabla 16 Análisis de varianza ANOVA para el contenido de carboxilatos.....	39
Tabla 17 Coeficientes de regresión para el contenido de carboxilato.....	39
Tabla 18 Respuestas múltiples	40

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 Estructura química de la celulosa.....	8
Figura 2 Estructura molecular de la hemicelulosa.....	8
Figura 3 Estructura química de los precursores de la lignina	9
Figura 4 De la pared celular de la plantas (árbol) a nanocelulosa	10
Figura 5 Esquema de reacción de oxidación de moléculas de celulosa usando un sistema TEMPO/NaBr/NaClO.....	15
Figura 6 Diagrama de bloque de obtención de la harina de la coronta de maíz morado.....	20
Figura 7 Corontas de maíz morado.....	21
Figura 8 Diagrama de procesos para la cuantificación de antocianinas totales de la coronta de maíz morado en espectrofotómetro	27
Figura 9 Extracción en pH 4 de antocianinas en muestras de coronta maíz morado	34
Figura 10 FTIR de coronta de maíz morado, celulosa y nanocelulosa.....	36
Figura 11 Microscopía electrónica de barrido de celulosa y nanocelulosa	36
Figura 12 Diagrama de Pareto para la respuesta de extracción de nanocelulosa	37
Figura 13 Gráfico de contorno de respuesta para el rendimiento de extracción de nanocelulosa en función de hipoclorito de sodio y tiempo de reacción	38
Figura 14 Gráfica de superficie de respuesta para el rendimiento de extracción de nanocelulosa en función de hipoclorito de sodio y tiempo de reacción	38
Figura 15 Diagrama de Pareto para el contenido de carboxilato.....	39
Figura 16 Gráfico de contorno de múltiple respuesta.....	40
Figura 17 Coronta lavada y secada.....	55
Figura 18 Coronta agotada en molino IK/M 20 para molienda.....	55
Figura 19 Tamizado y almacenamiento de la muestra en desecador.....	55
Figura 20 Determinación de humedad en estufa	56
Figura 21 Determinación de ceniza en mufla	56
Figura 22 Determinación de extractivos en baño maría	56
Figura 23 Determinación de lignina	57
Figura 24 Determinación de celulosa	57
Figura 25 Determinación de holocelulosa	57
Figura 26 Extracción de antocianinas en estufa.....	58
Figura 27 Cuantificación de antocianinas en espectrofotómetro.....	58

Figura 28 Tratamiento alcalino con NaOH.....	58
Figura 29 Blanqueamiento con H ₂ O ₂	59
Figura 30 Oxidación Tempo	59

I. INTRODUCCIÓN

El aumento económico mundial e incremento acelerado de la población origina mayor producción de residuos generando aumento en la contaminación ambiental. En Perú y en la región Lambayeque esta preocupación es más crítica porque el sistema de gestión de residuos sólidos es ineficiente.

Al respecto, el Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (PNUMA) en su informe del (2024) insta a un cambio de paradigma en la gestión de los residuos y sugiere como estrategia “convertir los residuos en recursos, para garantizar un planeta habitable para las generaciones futuras.”

En la Región Lambayeque, el sector agroindustrial va en crecimiento, así como la generación de abundantes desechos en las diferentes etapas del proceso productivo, eliminándose sin el tratamiento adecuado.

Por lo que, el gran grado de consumo del maíz morado en nuestra región, la "chicha morada" y "mazamorra morada" preparadas con este maíz y por la cantidad de residuos (granos y coronta) son cuantiosas y ocasionalmente se utilizan como alimento para animales o bien se desechan, sin tener en cuenta su composición lignocelulósica.

La celulosa es el principal componente de la coronta y a partir de ella se puede extraer un nanomaterial “nanocelulosa” por diferentes métodos como la hidrólisis ácida, oxidación tempo e hidrólisis enzimática. Este nanomaterial tiene excelentes propiedades mecánicas, físico-químicas y biológicas, las cuales le permiten ser un material con versatilidad de aplicaciones como lo son: nanocompuestos, adsorbentes para tratamiento de aguas residuales, refuerzos en envases de alimentos, cosméticos, materiales conductores, hidrogeles, fibras continuas y textiles, pantallas táctiles, celdas solares, nanogeneradores entre muchas otras (Nargotra et al., 2023; Rasri et al., 2023).

El presente estudio propone una solución innovadora al transformar la coronta de maíz morado mediante el método de oxidación TEMPO (2,2,6,6-tetrametil-1-piperidil-1-oxil) en nanocelulosa, que se aplicara en otra investigación como agente de refuerzo en películas biodegradables.

Planteando la siguiente pregunta ¿Como influye las condiciones de operación: concentración del agente oxidante, y el tiempo de reacción en la extracción de la nanocelulosa de la coronta de maíz morado (*Zea mays*)? cuyo objetivo principal fue determinar los parámetros óptimas en la extracción de nanocelulosa (%) de la coronta de maíz morado, y con los objetivos específicos siguientes i) Caracterizar la coronta de maíz morado, ii) Eliminar las antocianinas de la coronta de maíz morado, iii) Extraer y caracterizar la celulosa, iv) Extraer y caracterizar la nanocelulosa.

Esta investigación servirá como base, para otros más específicos que se deseen plantear, orientados a tratar de resolver la problemática de los residuos, dándole un valor agregado, acorde con la economía circular.

II. DISEÑO TEÓRICO

2.1. Antecedentes

Hidayatullah et al. (2024) utilizaron residuos de coronta de maíz de Indonesia mediante tratamiento mecánico a través de las etapas de agitación y ultrasonificación para obtener nanofibras de celulosa, y caracterizado por espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido (SEM) y analizador de potencial zeta, obteniendo un diámetro promedio de $120,57 \pm 14,05$ nm, excelente estabilidad coloidal con un valor potencial zeta de -72,5 mV.

Hop et al. (2022) obtuvieron nanocelulosa (NC) a partir de pulpa de madera blanqueada de Vietnam, por el método de oxidación TEMPO. Se investigaron los efectos del pH y el contenido de oxidante en el grado de oxidación de las moléculas celulósicas, así como los efectos tanto del grado de oxidación como de los tiempos ultrasónicos durante la desintegración mecánica de la celulosa oxidada. La NC se caracterizó por espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), análisis de difracción de rayos X (XRD), microfotografía de contraste de fases y microscopía electrónica de barrido (SEM). El grado de oxidación de las moléculas celulósicas se determinó mediante el contenido de carboxilato. Los resultados revelaron las condiciones óptimas de reacción: 10 mmol/g, de NaClO, pH10 y un tiempo de reacción de oxidación de 253 min. En estas condiciones, el contenido de carboxilato y el rendimiento fueron de 1,18 mmol/g y 87 %, respectivamente. Con 60 min de tratamiento ultrasónico, se obtuvieron NC con anchos de 10-30 nm y longitudes de 40-60 nm con un grado de cristalinidad de 65,2%.

Salazar Acevedo (2024) utilizó hojas de mazorca de maíz, residuo agrícola de Colombia, para obtener nanofibras de celulosa (CNF) por el método de oxidación TEMPO, los cuales fueron caracterizados por espectroscopia infrarroja de reflectancia total atenuada (ATR-FTIR), titulación conductimétrica, dispersión dinámica de la luz (DLS), analizador de potencial

Zeta, y microscopía de fuerza atómica (AFM). Los resultados mostraron nanocelulosa con alto grado de pureza, con un diámetro promedio de 36 nm, longitud de 250 nm y un valor de potencial zeta de -50 mV que demuestra una buena estabilidad de la nanocelulosa.

Sartika et al. (2023) a partir de la coronta de maíz de Tanah Beru, de Indonesia, obtuvieron celulosa nanocrystalina, mediante un tratamiento químico (hidrólisis ácida) - mecánico. El análisis por transformada de Fourier (FTIR), mostró variación en la intensidad espectral de los grupos funcionales de la estructura de la cadena de celulosa durante el proceso de hidrólisis, lo que condujo a un mayor nivel de pureza de la celulosa. La caracterización por microscopía electrónica de transmisión (TEM) confirmó la dimensión a escala nanométrica con diámetros de fibra que oscilaron entre 9,35 nm y 6,51 nm, y el análisis termogravimétrico (TGA) mostro la alta estabilidad térmica desde los 429 a los 437°C que permitirá que la nanocelulosa obtenida pueda ser aplicada como agente de refuerzo en varios campos de compuestos poliméricos.

Hassan et al. (2021) obtuvieron nanofibrillas de celulosa (CNF) de residuos de coco (cáscara exterior e interior) mediante pretratamiento con alcalinización y blanqueo con H₂O₂ para la eliminación del contenido no celulósico, seguido de un método de oxidación TEMPO/NaBr/NaClO para la obtención de las CNF , manteniendo el pH de la solución a 10,5.Las CNF fueron caracterizadas por microscopia por transformada de Fourier (FTIR), microscopia electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM) , análisis de difracción de rayos X (XRD), Calorimetría diferencial de barrido (DSC). Los resultados mostraron, que el CNF derivado de la cáscara exterior e interior de coco cumplían con las características de la nanocelulosa, con anchos de fibra de 150–330 nm, y 70 a 120 nm, respectivamente.

Lapuz et al. (2022) extrajeron nanofibrillas de celulosa (CNF) a partir de fibras de abacá mediante el método de oxidación mediada por TEMPO. Las CNF fueron caracterizadas por espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de

barrido (SEM), calorimetría diferencial de Barrido (DSC) y difracción de rayos X (XRD). Se obtuvo un rendimiento del 46,7 % de gel blanco con un 2,23 % de contenido de sólidos tras una reacción durante toda la noche. El análisis por microscopía electrónica de transmisión (TEM) confirmó la presencia de fibras cortas con un diámetro de 3,12 nm y longitud entre 100 nm y 200 nm.

Vijayalekshmi et al. (2022) se logró obtener nanofibras de celulosa (CNF) de algodón crudo mediante el proceso de oxidación TEMPO. Las CNF obtenidas fueron caracterizadas mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), microscopía electrónica de barrido por emisión de campo (FESEM) y difracción de rayos X (XRD). Se observó una morfología fibrosa entrelazada con un diámetro de 15–20 nm, así como un alto grado de cristalinidad, del 55,13 %. Por lo tanto, estas nanofibras pueden utilizarse eficazmente como carga de refuerzo en nanocompuestos.

2.2. Base Teórica

2.2.1. Maíz morado

El maíz (*Zea mays* L.,) Pertenece a la familia de las Poáceas (Gramíneas) y es la única especie cultivada de este género, por tener los granos, brácteas y coronta (tusa) de color morado a negro. Pertenece a una variedad de maíz amiláceo (para el consumo humano directo, como mote, harina, bebidas, entre otros), descendiente de una raza ancestral denominada “kculli” (negro) en quechua (MIDAGRI, 2021).

En el Perú, este maíz se utiliza como colorante de bebidas y postres típicos, como la “chicha morada” y la “mazamorra morada”, respectivamente (Cristianini & Guillén Sánchez, 2020).

Las Variedades de maíz morado en el Perú son: cuzco morado, morado canteño, morado de caraz, arequipeño, negro de Junín, Huancavelicano, y las variedades mejoradas: PMV – 581, PMV – 582, INIA – 601 (INIA Negro Cajamarca), INIA- 615 Negro Canaán. Una mazorca

(tusa y grano) está constituida en un 85% por grano y 15% por coronta (tusa), cuya composición proximal se muestra en la Tabla 1. Este producto contiene el pigmento llamado antocianina, encontrándose en gran cantidad en la coronta e inferior proporción en el pericarpio del grano (cascara) y panca (MIDAGRI, 2021).

Tabla 1

Composición proximal de maíz morado

Componente	Grano	Coronta
Humedad	6,9930 ± 0,3785	5,4764 ± 0,5811
Proteína	8,3812 ± 0,3215	2,5550 ± 0,4476
Grasa	5,7446 ± 0,0994	1,5684 ± 0,2157
Fibra	1,7963 ± 0,1063	22,6275 ± 0,3449
Cenizas	1,3749 ± 0,0027	1,5512 ± 0,0046
Carbohidratos	75,7101 ± 0,1460	66,2214 ± 0,9040

Nota. Adaptado de Burga Fernandez (2022).

Chicha morada es de gran consumo popular que forma parte de la gastronomía peruana desde los ancestros incas, e identificada a nivel internacional por su distinguido y único sabor. Según la Norma Técnica Peruana, “NTP 103.004.2023. REFRESCOS. Chicha morada. Requisitos”, esta bebida se obtiene del maíz morado peruano *Zea Mays amilácea* (L), variedad morada, primordialmente por extracción acuosa en caliente del material soluble de la mazorca de los granos y la tuza o coronta (INACAL, 2023). Después de la extracción de la chicha, quedan como residuos el grano de maíz y la coronta.

2.2.2. Biomasa lignocelulósica

La biomasa lignocelulósica como uno de los recursos renovables más abundantes del mundo, desempeña un papel cada vez más importante en la economía circular y el desarrollo sostenible. La biomasa lignocelulósica contiene celulosa (40 - 60%), hemicelulosa (20 - 40%) y lignina (10 - 30%) como componentes principales, así como extractos (taninos, lípidos, resinas, esteroides, terpenos, terpenoides, flavonoides y compuestos fenólicos). Sin embargo,

la composición de estos componentes principales varía y dependen significativamente del tipo de biomasa, origen y las condiciones climáticas (Mujtaba et al., 2023; Wang et al., 2024).

2.2.2.1. Celulosa

Es el polímero natural más cuantioso sobre la tierra, sus fuentes son la madera, fibras naturales (biomasa agrícola), tunicado, algas y hongos (Rajinipriya et al., 2018). Pertenecce al grupo de moléculas que se denominan polisacáridos, su estructura es lineal que se encuentra en conjunción con la hemicelulosa, lignina y varios otros componentes menores dentro de la biomasa lignocelulósica, y está formado por subunidades de D-glucosa unidas por enlaces β -(1,4)-glicosídicos con la unidad repetitiva de celobiosa (Figura 1).

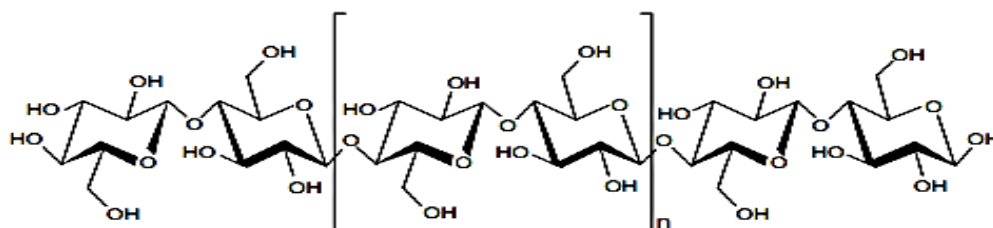
El monómero de celobiosa, denominado unidad de glucosa anhidra, consta de tres grupos hidroxilo que forman fuertes enlaces de hidrógeno intramoleculares e intermoleculares con la unidad de glucosa adyacente en la misma cadena y con las diferentes cadenas, lo que conduce a la adición de cadenas moleculares de celulosa y a la formación de una estructura supramolecular cristalina, que se divide en regiones ordenadas (cristalinas) y desordenadas (amorfas).

En la región cristalina, existen muchos enlaces de hidrógeno intermoleculares y las cadenas moleculares están empaquetadas ordenadamente y son responsables de la resistencia y rigidez. Sin embargo, en la región amorfa la interacción molecular es más débil y proporcionan la flexibilidad del material (Phanthong et al., 2018; Shaikh et al., 2024).

La celulosa es insoluble en agua y en algunos disolventes altamente polares, su solubilidad aumenta con la temperatura (Hu et al., 2020; Jędrzejczyk et al., 2019).

Figura 1

Estructura química de la celulosa



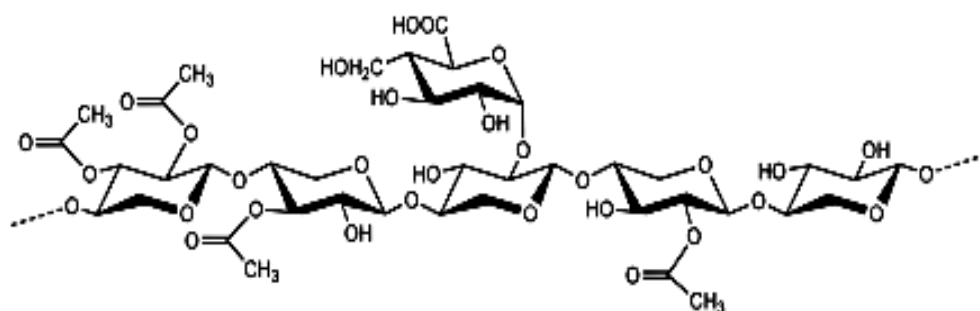
Nota. Monómero de celobiosa. Adaptado de Phanthong et al. (2018).

2.2.2.2. Hemicelulosa

Está formada por unidades de monosacáridos hexosas y pentosas (figura 2), como xilosa, arabinosa, glucosa, galactosa, manosa, fructosa, ácido glucurónico y ácido galacturónico, en distintas proporciones dependiendo de la fuente. Además, las cadenas poliméricas de las hemicelulosas tienen ramificaciones cortas y son amorfas, por lo que es parcialmente soluble en agua (Hu et al., 2020). Se hidroliza fácilmente con ácidos o álcalis diluidos, así como con la enzima hemicelulasa (Zoghلامي & Paës, 2019).

Figura 2

Estructura molecular de hemicelulosa



Nota. Adaptado de Hu et al. (2020).

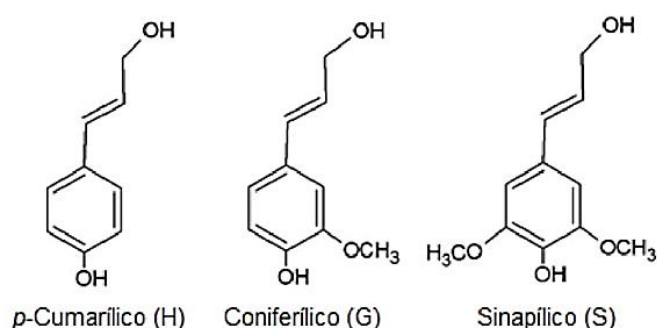
2.2.2.3. Lignina

La lignina es un heteropolímero amorfo derivado de 3 unidades de fenilpropano (figura 3): alcohol p-cumarílico (p-hidroxifenil propanol,H), alcohol coniferílico (guayacil propanol,G) y alcohol sinapílico (alcohol siringílico.S). La relación entre las unidades G:H:S

depende de la fuente de la biomasa, proporciona resistencia mecánica barrera hidrofóbica a las paredes celulares vegetales, protegiendo a los polisacáridos de la degradación por microorganismos y permitiendo el transporte de agua y muchos nutrientes esenciales a través de la pared celular (Sankaran et al., 2021; Yoo et al., 2020). La lignina es insoluble en agua en condiciones neutras. Su solubilidad en agua comienza a 180° C y mejora en presencia de ácidos (Jędrzejczyk et al., 2019).

Figura 3

Estructura química de los precursores de la lignina



Nota. Adaptado de Sankaran et al. (2021).

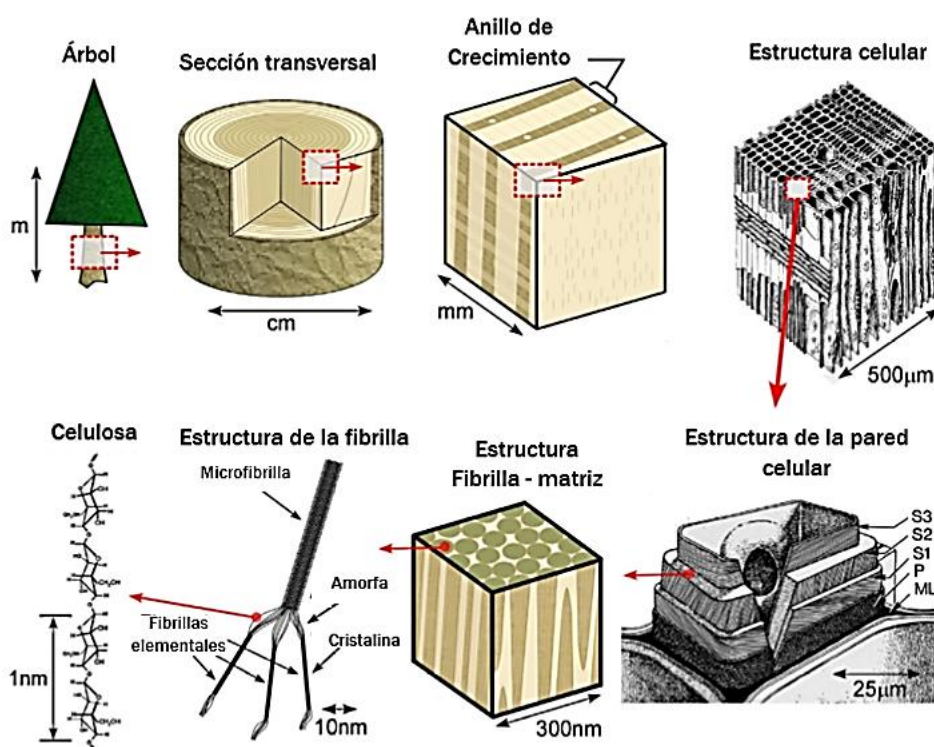
2.2.3. Nanocelulosa

El conjunto de fibrillas de celulosa genera los haces de fibras nanoestructuradas llamadas “nanocelulosa” (Shaikh et al., 2024).

La nanocelulosa es una fibra natural que se puede extraer de la celulosa a escala nanométrica; la cual se encuentra en la pared celular de las plantas (figura 4), contiene menos de 100 nm de diámetro y varios micrómetros de longitud. De la región cristalina de las fibrillas de celulosa se extraen los nanocristales y la desfibrilación mecánica de las fibrillas de celulosa a tamaño nanométrico da como resultado las nanofibras. La nanocelulosa tiene peso ligero, baja densidad (alrededor de 1,6 g/cm³), con un módulo elástico de hasta 220 GPa y alta resistencia a la tracción de hasta 10 GPa. La nanocelulosa es transparente y está llena de grupos hidroxilo OH, altamente reactivo, lo que la hace extremadamente hidrófila (Phanthong et al., 2018; Pradhan et al., 2022; Shaikh et al., 2024).

Figura 4

De la pared celular de las plantas (árbol) a nanocelulosa



Nota. Adaptado de Dufresne (2013).

2.2.3.1. Tipos de nanocelulosa

Se encuentran tres tipos de nanocelulosas: nanocristales de celulosa (CNC), nanofibras de celulosa (CNF) y nanocelulosa bacteriana (BNC) (Pradhan et al., 2022).

Nanocristales de celulosa (CNC)

También conocida como celulosa nanocristalina, o nanowhiskers de celulosa, son cristales aislados en forma de varilla, con un diámetro de 2-20 nm y longitud aproximada de 100 a 500 nm, con una composición química 100% de celulosa, principalmente en regiones cristalinas. Presentan gran área superficial, alta resistencia a la tracción, el grado de cristalinidad generalmente varía del 54 al 84%, alto módulo de elasticidad (alrededor de 140GPa) (Pradhan et al., 2022; K. Xu et al., 2022). Los CNC muestran una propiedad de pseudoplástico y funcionan como cristales líquidos, creando fases nemáticas asimétricas en concentraciones específicas (Randhawa et al., 2022).

Nanofibras de celulosa (CNF)

Los subproductos del arroz, el maíz, la cebada, el plátano, el trigo y la caña de azúcar se utilizan para la síntesis de CNF, además, la madera y la pulpa de madera (Randhawa et al., 2022). Las CNF, también conocida como microfibrilla de celulosa, celulosa microfibrilada o celulosa nanofibrilada, se definen como fibras con un rango de diámetro de 1-100 nm y longitud de 500 – 2000 nm. Las CNF constituyen un gran grupo de microfibrillas con formas amorfas y cristalinas de celulosa nanoestructurada, semejante a una composición de red rígidas responsables de las propiedades tixotrópicas y pseudoplásticas, al formar geles en agua (Pradhan et al., 2022). Las propiedades mecánicas son excelentes, con una resistencia máxima de 2 a 6 GPa y un módulo elástico de 138 GPa en la región cristalina. Las CNF también exhiben buena estabilidad térmica, transmitancia óptica y propiedades de barrera de gas (K. Xu et al., 2022).

Nanocelulosa bacteriana (BNC)

Se sintetiza de varias especies bacterianas o microbianas (Rhizobium, Agrobacterium, Pseudomonas y Acetobacter etc. como por ejemplo la Acetobacter y Gluconobacter, actinomicetos y hongos Tienen un rango de diámetro de alrededor de 20 a 100 nm y una longitud de 1000-5000nm, que varía con las condiciones de crecimiento, el tipo de cepa bacteriana y el biorreactor utilizado (Shaikh et al., 2024; Thakur et al., 2020).

2.2.4. Producción de nanocelulosa a partir de biomasa lignocelulósica

La producción de diferentes tipos de nanocelulosa de diversas materias primas lignocelulósicas, se presentan en la Tabla 2, implica en primer lugar preparación de la materia prima que consiste en el lavado, secado, molienda y tamizado, y luego dos etapas principales i) Pretratamiento de la materia prima lignocelulósica para el aislamiento de la fibra de celulosa, que incluyen: eliminación de los extractivos, tratamiento alcalino y blanqueo ii) y la otra es la descomposición de la fibra de celulosa aislada a la nanocelulosa (Pradhan et al., 2022).

Tabla 2

Composición química de diferentes materias primas lignocelulósicas utilizadas para la producción de nanocelulosa (% base seca)

Materia prima y tipo de nanocelulosa	Celulosa	Hemicelulosa	Lignina	Referencias
Bagazo de caña de azúcar (CNC)	40 - 50	25 - 35	18 - 24	Abdo et al., 2023
Cascara de avena (CNF)	31,16 ± 1,15	28,72 ± 0,25	18,12 ± 0,63	Debiagi et al., 2021 Louis &
Coronta de maíz (CNC)	45,01 ± 0,90	33,12 ± 1,10	13,18 ± 1,30	Venkatachalam, 2020
Paja de arroz (CNC)	38,30	31,60	11,80	Thakur et al., 2020
Hueso de dátil (CNC)	21,20	28,10	19,90	Wahib et al., 2022
Semilla de limón (CNC)	19,16 ± 0,82	13,30 ± 0,51	9,13 ± 0,61	Zhang et al., 2020
Fibra de ábaca (CNC)	66,43	24,70	13,60	Lapuz et al., 2022
Cáscara de coco (CNC)	24,20	28,50	33,40	Hassan et al., 2021

Nota. 2024

2.2.4.1. Pretratamiento: Aislamiento de la fibra de celulosa

Eliminación de Extractivos

Los extractivos (monómeros, dímeros y polímeros de grasa, azúcar libre, taninos, resina, colofonia, flavonoides, terpenoides, terpenos, ceras, ácidos grasos, etc.) así como la hemicelulosa y lignina, deben ser eliminados parcial o totalmente para obtener fibras de celulosa pretratada (Trache et al., 2020). Se utiliza solventes polares (agua, alcohol etílico) o no polares (ciclohexano) o una mezcla con polaridades variables (hexano-etanol, etanol-tolueno) para extraerlos (Balagot et al., 2024; Norizan et al., 2022).

Tratamiento alcalino

El tratamiento alcalino se realiza para eliminar los componentes no celulósicos, incluyendo la lignina y la hemicelulosa. Implica un tratamiento de la fibra con hidróxido de sodio, hidróxido de potasio K(OH), hidróxido de calcio Ca(OH)₂, amoníaco (NH₃) y carbonato de sodio (Na₂CO₃). El álcali tiene el poder de expandir la celulosa y romper sus enlaces de hidrógeno internos. El proceso de deslignificación es responsable de la descristalización del

material celulósico, incremento del área superficial y reducción del grado de polimerización (Norizan MN et al., 2022; Rashid et al., 2023) seguido de una etapa de blanqueo.

Blanqueo

Este proceso se aplica para eliminar la lignina residual sin afectar las propiedades mecánicas de la fibra. Se puede llevar a cabo utilizando agentes oxidantes, como el dióxido de cloro (ClO_2), el oxígeno (O_2), el ozono (O_3) y el peróxido de hidrógeno (H_2O_2). Durante el proceso de blanqueo, seguido de un lavado alcalino, se generará cambios en la superficie de las fibras, debido a la modificación de la lignina existente, incrementando su solubilidad (Norizan et al., 2022). Con el tratamiento alcalino y blanqueo se obtiene celulosa purificada.

2.2.4.2. Descomposición de la fibra de celulosa aislada a “nanocelulosa”

La nanocelulosa se puede extraer de la lignocelulosa mediante diversos procesos: químicos (hidrólisis ácida, oxidación de 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo (TEMPO), mecánicos/físicos (homogeneización y ultrasonificación) y biológicos (hidrólisis enzimática) son los métodos más usados.

Métodos químicos

Hidrolisis acida es el método químico más sencillo y antiguo para la producción de nanocelulosa a partir de materiales celulósicos, pero tiene varias limitaciones, como el alto consumo de agua y la generación de aguas residuales ácidas, un largo tiempo de procesamiento, altos costos operativos y de mantenimiento, riesgo de corrosión del equipo, formación de inhibidores y no ser respetuoso con el medio ambiente (Pradhan et al., 2022).

El método de oxidación TEMPO es un método químico en la producción de CNF a partir de materiales lignocelulósicos, que proporciona desintegración controlada, estabilidad coloidal, flexibilidad en la química de la superficie y sostenibilidad (Martínez-Ramírez et al., 2023).

Métodos mecánicos

Comparado con la hidrólisis ácida, el proceso mecánico es simple, eficiente y no requiere solventes químicos. Sin embargo, las principales desventajas de estos procesos son el alto consumo de energía (Li et al., 2022).

La homogeneización a alta presión, es utilizado principalmente para la producción de CNF a nivel industrial. La pulpa celulósica pasa por una boquilla diminuta a presión y velocidad muy alta que, junto con las fuerzas de cizallamiento e impacto, influyen en el fluido para reducir el tamaño de las fibras al rango nanométrico (Pradhan et al., 2022).

Ultrasonificación, este método mecánico se aplica para mejorar las propiedades del CNC. La energía ultrasónica es absorbida por las moléculas de líquido, y crea un efecto de cavitación, lo que lleva a la formación, expansión y explosión de gases generando gran cantidad de calor. (Li et al., 2022; Pradhan et al., 2022).

Método biológico

Hidrolisis enzimática, es un método biológico que implica la digestión o modificación de fibras de celulosa con enzimas para promover un mayor acortamiento y desfibrilación de la celulosa (Li et al., 2022). Las enzimas celulasas ($C_{18}H_{32}O_{16}$) inducen el hinchamiento de las fibras de celulosa para obtener nanocelulosa estructurada. (Thakur et al., 2020).

2.2.5. Oxidación Tempo

Es una técnica química utilizada para modificar la celulosa, específicamente sus fibras, mediante un agente oxidante llamado TEMPO (2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo). Este agente contiene un radical nitroxilo con un electrón desapareado que le da las propiedades de reactividad (Tang et al., 2024).

La oxidación de la nanocelulosa mediada por TEMPO ocurre catalíticamente en condiciones acuosas a temperatura ambiente (25°C) para optimizar la velocidad de reacción y evitar la

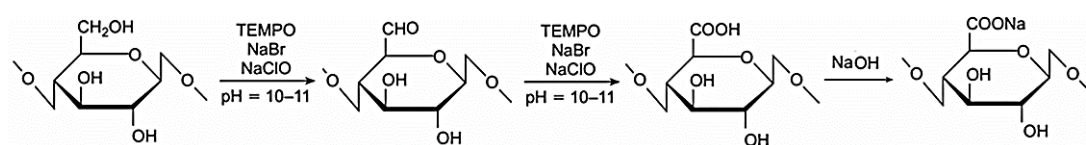
degradación excesiva de la celulosa y con frecuencia, en medio básico (pH 10-11.5) para garantizar la activación del catalizador y su estabilidad (Madhushree et al., 2025).

En este proceso participa el bromuro de sodio (NaBr) que ayuda a regenerar el catalizador TEMPO, mientras que el hipoclorito de sodio (NaClO) es el agente oxidante primario, los cuales facilitan la producción de una sal de N-oxoamonio a partir de TEMPO. Esta sal es responsable de oxidar el grupo hidroxilo primario a aldehído, que posteriormente se convierte en un grupo carboxilo (Figura 5). Finalmente, este grupo se desprotona, dando lugar a grupos carboxilato con carga negativa en la posición C6 (Madhushree et al., 2025; Pitcher et al., 2024).

La introducción de grupos carboxílicos (con carga negativa) en la superficie de la celulosa genera repulsión electrostática entre las nanofibrillas, ya que todas presentan cargas similares (negativas). Como consecuencia, las nanofibrillas se dispersan mejor y no sedimentan, ya sea por tratamiento mecánico posterior o mediante tratamiento ultrasónico, lo que mejora notablemente la estabilidad coloidal de la suspensión de nanocelulosa. Las ventajas que presenta este método incluyen un bajo consumo de energía, una operación sencilla y condiciones de reacción suaves (Martínez-Ramírez et al., 2023; Xu et al., 2023).

Figura 5

Esquema de reacción de oxidación de moléculas de celulosa usando un sistema TEMPO/ NaBr/ NaClO



Nota. Adaptado de Hop et al. (2022)

2.2.6. Aplicaciones de la nanocelulosa

Por sus características, como la no toxicidad, alta resistencia, módulo elástico, peso ligero, estabilidad térmica y dimensional, alta conductividad térmica, baja permeabilidad al

oxígeno, alta transparencia óptica, abrasividad suave, tiene su uso en la medicina, embalaje, cosméticos, electrónica, alimentación, automoción, materiales ópticos, la industria aeroespacial, tratamiento de purificación del agua, entre otros (Rashid et al., 2023).

En el área de alimentos, la nanocelulosa tiene tres aplicaciones: (1) como agente estabilizador y emulsionante, (2) ingrediente alimentario funcional y (3) en envases de alimentos (Norizan MN et al., 2022; Rashid et al., 2023). En el área médica, en membranas o hidrogeles de nanocelulosa en la reparación del tejido cutáneo. En el área ambiental, en membranas para el tratamiento de agua que pueden adsorber los contaminantes (Rashid et al., 2023; Silva-Yumi et al., 2021). En la industria cosmética, se incorpora en mascarillas, peelings, terapias láser, mesoterapia, cambios faciales atópicos y microdermoabrasión (Kaur et al., 2021). La nanocelulosa obtenida en películas son una nueva clase de papel con características mejoradas y puede llegar a ser utilizadas en el progreso de pantallas táctiles, celdas solares y nanogeneradores (Silva-Yumi et al., 2021).

2.2.7. Operacionalización de variables

Tabla 3

Cuadro de operacionalización de variables

	Variable	Dimensiones	Indicador	Índice
Independiente	Concentración de NaClO	Solución química	Concentración (mmol/g)	(10-30)
	Tiempo de reacción	Tiempo de oxidación de la celulosa	Hora (h)	(4 - 8)
Dependiente	Extracción de nanocelulosa	Masa obtenida después de la oxidación por TEMPO	Porcentaje (%)	(1 - 100)
	Contenido de carboxilato	Cantidad de grupos de carboxilatos presentes en la superficie de la nanocelulosa	mmol/g	(1 – 3)

III. DISEÑO METODOLOGICO

3.1. Diseño de contrastación de hipótesis

La presente investigación es de tipo experimental, la cual se realizó un diseño factorial 2^3 con 4 repeticiones en el punto central haciendo un total de 8 tratamientos por triplicado. Evaluando la concentración de NaClO, el tiempo de reacción, porcentaje de extracción y contenido de carboxilatos.

3.2. Lugar de ejecución de la Investigación

La presente investigación se realizó en el laboratorio de Investigación y Servicios Técnicos de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias de la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo - laboratorio de Investigación de Alimentos Funcionales y Nutracéuticos LIAFYN de la Universidad Nacional de Barranca.

3.3. Población y muestra

Población

Corontas de maíz morado (*Zea mays*), procedentes de la empresa PECORU SAC, del distrito de Monsefú, Chiclayo, Lambayeque.

Muestra

50 kilos de coronta de maíz morado.

3.4. Tipo de investigación

Experimental.

3.5. Equipos, Materiales, Técnicas, Instrumentos

3.5.1. Equipos y materiales

- Agitador magnético
- Centrífuga marca Sirena AFI

- Un Espectrofotómetro infrarrojo con Transformada de Fourier (PERKIN ELMER), Modelo Spectrum Two, barrido de 4000 a 450 cm⁻¹
- Analizador de potencial Zeta marca Anton Paar LiteziserTM 500
- Molino universal modelo M 20 UNIVERSAL MILL marca IKA
- Licuadora marca Oster
- Estufa Marca Binder
- Equipo de refrigeración de reactivos
- Campana extractora de gases marca Biobase
- Balanza analítica de precisión marca Sartorius
- Mortero manual
- Juego de tamices
- Desecador
- Vasos precipitados de 50, 100, 200, 500 y 1000 ml
- Matraz Erlenmeyer de 500 ml
- Matraces fondo redondo de 50, 100 y 1000 ml
- Probeta graduada 5, 100, 250 y 500 ml
- Pipetas de 1 y 10 ml
- Piseta
- Papel filtro
- Pinzas
- Papel aluminio
- Micropipetas de 100µl
- Placas Petri
- Placas acrílicas
- Vasos de precipitado de 100, 500 y 1000 ml

- Cuchillo
- Bolsas herméticas para alimentos
- Luna de reloj
- Pipeta de 1ml
- Termómetro digital
- Ultraturrax marca Daihan HG-15D
- Ultrasonicador marca Gardner Inc
- Membrana de diálisis (10 kDa, SIGMA ALDRICH)

3.5.2. Reactivos

- Hidróxido de sodio (NaOH), 98.5%
- Clorito de Sodio (NaClO), 80%
- Ácido sulfúrico (H₂SO₄ 98%) marca Merck
- Ácido acético 50%
- Etanol (C₂H₅OH) al 96% marca Alkofarma
- Ácido Nítrico (HNO₃) 60%
- Agua destilada / Agua ultrapura
- Peróxido de hidrógeno 30% (H₂O₂)
- Tempo (98%, SIGMA ALDRICH)
- Bromuro de sodio (99%, SIGMA ALDRICH)

3.6. Instrumentos y Técnicas de recolección de datos

En la presente investigación los datos serán obtenidos de manera experimental mediante el uso de reactivos, materiales y equipos de laboratorio, donde se obtendrá toda la información necesaria para realizar los posteriores análisis y comparaciones con investigaciones realizadas previamente.

A continuación, se detalla el proceso de obtención de la harina de coronta de maíz morado:

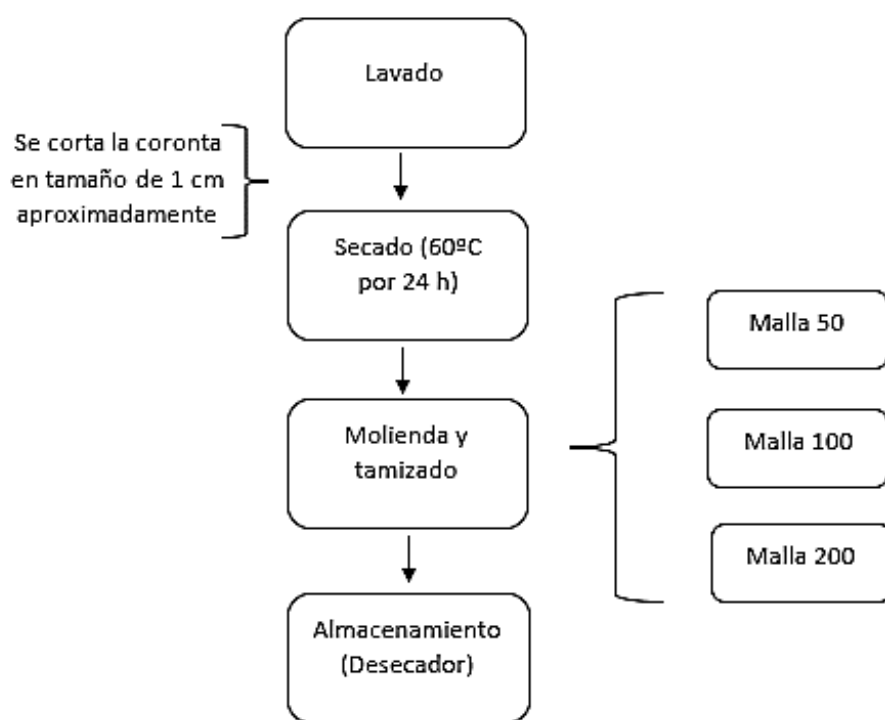
3.6.1. Obtención de la muestra CMM

Se utilizaron corontas de maíz morado (después de obtener el concentrado de chicha morada) procedentes de la empresa PECORU SAC, del distrito de Monsefú, Chiclayo, luego se trasladaron al laboratorio donde se realizó el pesado de la mismas (50 kilos).

3.6.1.1. Preparación de la muestra

Figura 6

Diagrama de bloque de obtención de la harina de la coronta de maíz morado



Nota. Elaboración propia

Lavado

Las corontas fueron lavadas con agua destilada.

Figura 7

Corontas de maíz morado



Nota. Elaboración propia

Secado

Las corontas de maíz morado fueron colocadas en bandejas en una estufa a 60 °C durante 24 h hasta alcanzar una humedad menor de 10%.

Molienda

Las corontas secas se separaron en lotes de 20 g y se molieron por un tiempo de 3 minutos en un molino universal marca IKA.

Tamizado

Las muestras de coronta de maíz morado (CMM), se tamizaron en un agitador Tyler Ro Tap RX 29-16 con tamices de malla 8 a 200, en un tiempo de 5 a 7 minutos cada tamizado.

Almacenamiento de la harina de coronta de maíz morado (CMM)

Las harinas de CMM para los análisis fueron de tamaño de partícula de 300 μm (retenida en malla 50), 150 μm (retenida malla 100), y 74 μm (retenidas en malla 200), y colocaron en envases de polietileno autosellables y se almacenaron en un desecador.

3.6.1.2. Métodos de Análisis de la muestra CMM

Caracterización de la coronta de maíz morado (CMM)

La determinación de humedad y ceniza fue analizada por triplicado con los métodos de la Association of Official Analytical Chemists (AOAC).

Análisis de humedad (AOAC 925.10 – 2016)

2g de muestra molida de 150 µm (retenida en malla 100) se colocó en el crisol de porcelana y llevó a la estufa a 105°C, durante 2 horas. Al término del cual se colocó en un desecador hasta que se enfrió y luego se pesó. Para calcular el contenido de humedad se utilizó la ecuación 1.

$$\% Humedad = \frac{M - (A - B)}{M} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

Donde:

Peso de la muestra inicial = M

Peso del crisol vacío = B

Peso del crisol + muestra después del secado = A

Análisis de ceniza (AOAC 930.05 - 2012)

2 g de muestra de 150 µm (retenida en malla 100), se colocó en un crisol de porcelana, se colocó en la mufla a 600°C durante 2 horas (hasta ceniza blanca o gris). Posteriormente el crisol se colocó en el desecador durante 50 minutos, se enfrió y se pesó inmediatamente. Para calcular el contenido de ceniza, se utilizó la ecuación 2:

$$\% Ceniza = \frac{(A - C)}{M} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

Donde:

Peso de la muestra inicial = M

Peso del crisol vacío = C

Peso del crisol + cenizas = A

Determinación de extractivos

Se determinó los extractivos en agua caliente mediante una adaptación de la norma TAPPI T207 cm - 99.

2 gramos de muestra seca (malla 50) se colocó en un matraz con 200 ml de agua y se cubrió con una luna de reloj. El matraz se calentó de 90 a 95 °C en baño maría durante 3 horas. Al término del cual se filtró y el residuo se llevó a la estufa a 105 °C hasta peso constante (1 hora).

Para calcular el contenido de extractivos, se utilizó la ecuación 3:

$$\% \text{ Extractivos} = \frac{(W1 - W2)}{W1} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

Donde:

W1: peso de la muestra inicial (g)

W2: peso del residuo seco (g)

Determinación de lignina

Se determino según la norma TAPPI T 222 om -15 con algunas modificaciones. En un vaso de precipitado de 1 litro, se agregó 1 gramo de muestra seca (malla50 - libre de extractivos), en frio (15°C) y se añadió lentamente 15 ml de H₂SO₄ al 72 % (en agua v/v) y se observó que la muestra se torna oscura; se mantuvo a 18°C durante 2 h y se agitó cada 30 minutos. Concluido el tiempo, se diluyó al 3 % de H₂SO₄ con agua destilada (volumen total de 575 ml) y se mantuvo a punto de ebullición suave durante 4 horas. Se esperó hasta que la muestra precipite (3 días) para decantar y filtrar (papel whatman n°1). El residuo (que incluye lignina) se filtró a través de un embudo de cristal, y se llevó a la estufa a 105 ±3°C durante 24 horas, luego al desecador por 1 hora y se procedió a pesar. El contenido de lignina se calculó mediante la siguiente ecuación 4:

$$\% \text{ Lignina} = \frac{A}{W} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

Donde:

A = peso de lignina, residuo (g)

W = peso de la muestra inicial (g)

Determinación de holocelulosa

Se determino según la norma (ASTM D-1104 - 56). La holocelulosa es el total de carbohidratos poliméricos que hay en el material lignocelulósico, es decir la suma del porcentaje de celulosa y hemicelulosa.

2 g muestra (R) se colocó en un recipiente de vidrio para luego adicionar 150 ml de solución de clorito de sodio al 1,5 % y 10 gotas de ácido acético concentrado, se cubrió con una luna de reloj y se llevó a baño María a 70°C durante 30 minutos agitando de vez en cuando. Transcurrido el tiempo se adicionó 10 gotas de ácido acético concentrado y 150 ml de clorito de sodio, repitiendo esta operación cada 30 minutos por triplicado. Terminado el tratamiento, se enfrió en agua helada. La mezcla fue filtrada en un papel Whatman N°1, el residuo (holocelulosa) lavado con agua destilada fría y luego secado en estufa a 103°C ± 2°C por 12 horas. Se enfrió haciendo uso del desecador y se pesó en balanza a 0,01 g de precisión hasta peso constante. El contenido de holocelulosa se calculó con la ecuación 6.

$$\% \text{ Holocelulosa} = \frac{R}{W} \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

Donde:

R= Peso de holocelulosa

M= Peso de muestra

Determinación de la celulosa

Se determinó según la metodología TAPPI T 203 om -99 con algunas modificaciones. Se pesó 1,0 g de holocelulosa seca, para luego adicionar 15 ml de solución de NaOH al 17,5% (p/v), se dejó reposar por 30 minutos, luego se agregó 40 ml de agua destilada, agitando brevemente y se dejó reposar 1 hora. Posteriormente se filtró usando una bomba de vacío, realizando lavados

continuos con agua, después del cual el precipitado que quedó en el filtro del embudo se secó a temperaturas entre 60 - 85 °C hasta peso constante y se pesó. Para calcular celulosa con la ecuación 5.

$$\% Celulosa = \frac{R}{W} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

Donde:

R = peso del residuo (g)

W = peso de la muestra, holocelulosa (g)

Determinación de la hemicelulosa

Se determinó por diferencia de la cantidad en porcentaje de la holocelulosa y celulosa (Ecuación 7) (Balagot et al., 2024).

$$\% Hemicelulosa = (\text{holocelulosa} - \text{celulosa}) \dots \dots \dots (7)$$

Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR) para la coronta de maíz morado

Se siguió el método descrito en la norma ASTM E1252. El espectro se obtuvo en el rango de 4000 a 450 cm⁻¹ utilizando un Espectrofotómetro infrarrojo (PERKIN ELMER). La resolución fue de 4cm⁻¹. El procesamiento de datos se realizó con el software Perkin Elmer Spectrum 10.

3.6.2. Extracción de celulosa CCM

La celulosa se extrajo de la harina de coronta de maíz morado mediante la eliminación de componentes no celulósicos según el procedimiento seguido por (Coelho et al., 2018) con algunas modificaciones, que a continuación se detallan:

3.6.2.1. Extracción de las antocianinas de la coronta de maíz morado

Se siguió el método de extracción de antocianinas de (Gorriti et al., 2009) con algunas modificaciones seguido por el método del pH diferencial (Wrolstad., 2001).

Se pesó 2,5 g de coronta de maíz morado molida y tamizada (malla50) fueron extraídos con 200 mL de agua destilada y solución etanólica al 20 a pH 2 y 4 ajustados con HCl concentrado, durante tiempos de extracción de 240 minutos y a una temperatura de 90°C. El extracto obtenido fue filtrado utilizando papel filtro Whatman N°1 utilizando un equipo de vacío. Una alícuota del extracto se diluyó en una fiola de 25 mL con soluciones buffer de cloruro de potasio (pH 1) y acetato de sodio (pH 4,5). En las soluciones preparadas se determinó el contenido de antocianinas según el método de pH diferencial, de acuerdo a Wrolstad (2001) utilizando espectrofotómetro UV-VIS y su contenido se expresó como cianidina-3-glucósido de acuerdo a la siguiente ecuación 8:

$$\text{Antocianinas totales } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) = \frac{A \times \text{PM} \times \text{FD}}{(\epsilon \times L)} \times 100 \dots \dots \dots (8)$$

Donde:

A = Absorbancia ($A_{510} - A_{700}$) pH 1,0 - ($A_{510} - A_{700}$) pH 4,5

PM (Peso molecular) = 449,2 g/mol para cianidina-3-glucósido

FD = factor de dilución

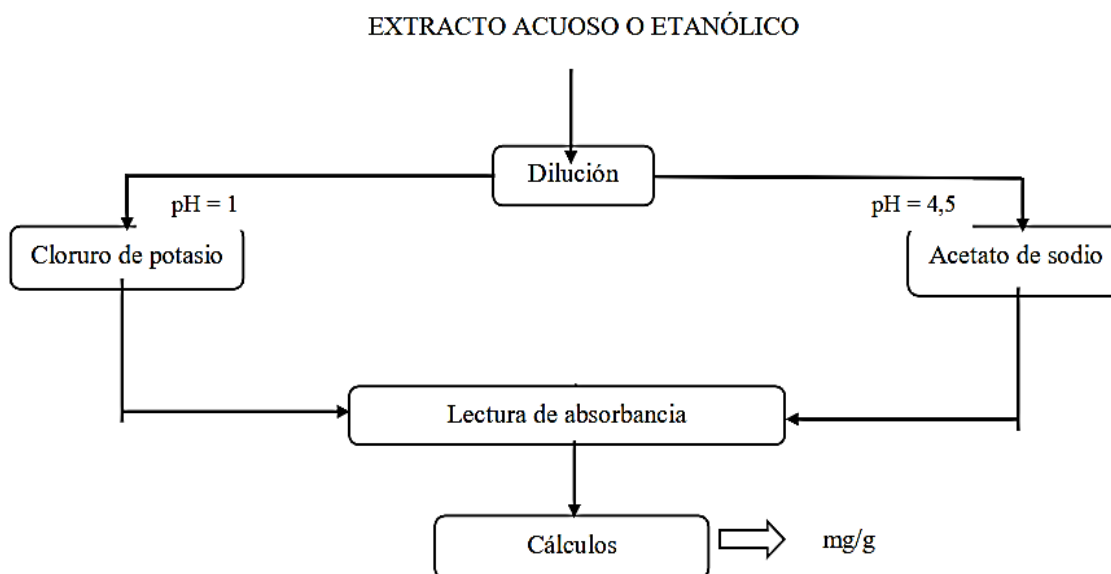
L = longitud de paso de celda en cm

ϵ = 26900 coeficiente de extinción molar para cianidina-3-glucósido

1000 = factor de conversión de g a mg. Todos los análisis fueron realizados por triplicado (n = 3).

Figura 8

Diagrama de procesos para la cuantificación de antocianinas totales de la coronta de maíz morado en espectrofótometro



Nota. Obtenido de Sánchez & Castro Vargas (2023).

La muestra una vez eliminada la antocianina se procedió a secar para realizar tratamiento alcalino y blanqueo. Se utilizó el método seguido por Sadare et al. (2022) con algunas modificaciones.

3.6.2.2. Tratamiento alcalino

Coronta de maíz libre de antocianinas (10 g) fue mezclado con una solución de NaOH al 6% (p/v) con una proporción solución / solido de 20:1(ml/g) a una temperatura de 80 °C por 2 h y con agitación constante (500 rpm) con el fin de eliminar la lignina y hemicelulosa. Posteriormente la solución se enfrió utilizando un baño de hielo, luego se filtró al vacío y lavado con agua destilada varias veces, hasta alcanzar un pH neutro. Este tratamiento se debe repetir 3 veces, pero disminuyendo la concentración de NaOH al 5%. Finalmente, secado a 70 °C durante 24 h en una estufa con circulación de aire.

3.6.2.3. *Blanqueamiento*

La muestra seca se sometió al proceso de blanqueado y se mezcló con una solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 4% (v/v) con una proporción de solución / sólido de 20:1 (ml/g) a una temperatura de 90 °C durante 2 h con agitación constante (300 rpm). Se ajustó el pH de la solución a 8 – 9 usando NaOH (Coelho et al., 2018). Posteriormente la solución se enfrió utilizando un baño de hielo, luego se filtró y lavó con agua destilada o ultra pura hasta conseguir un pH neutro (Abdo et al., 2023). Este tratamiento se debe repetir 3 veces. Finalmente, se secó a 50 °C con un tiempo de 12 h en una estufa con circulación de aire, se molida y tamizada antes de la hidrólisis, y parte de la celulosa obtenida se guardó en bolsas herméticas y se almacenaron en un desecador para fines de caracterización (Sadare et al., 2022).

3.6.2.4. *Caracterización de celulosa*

Se determinó el rendimiento y el porcentaje de pureza de α-celulosa (norma ASTM-D1103-60) seguido por Balagot et al. (2024), además de análisis FTIR siguiendo el método descrito en la norma ASTM E1252.

Rendimiento de celulosa (%)

Se calculó con la ecuación 9.

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{Peso seco del residuo}}{\text{Peso inicial de la muestra}} \times 100 \dots \dots \dots (9)$$

Pureza de α-celulosa (%)

Se determinó de acuerdo a la norma ASTM D1103-60 utilizado por (Balagot et al., 2024).

Se pesa 1 gramo de holocelulosa en un vaso precipitado y se añade 15 mL de NaOH al 17,5% (p/v) y se deja reposar por 2 minutos. Pasado este tiempo, se filtra y se enjuaga con 40 mL de agua destilada. Se secó a 105°C por 12 horas. Se calculó con la ecuación 10.

$$\% \text{ Pureza} = \frac{\text{Peso seco del residuo}}{\text{Peso de holocelulosa}} \times 100 \dots \dots \dots (10)$$

Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR) para celulosa

El análisis de Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR), siguiendo, el método descrito en la norma ASTM E1252. El espectro se obtuvo en el rango de 4000 a 450 cm^{-1} utilizando un Espectrofotómetro infrarrojo (PERKIN ELMER). La resolución fue de 4 cm^{-1} . El procesamiento de datos se realizó con el software Perkin Elmer Spectrum 10.

3.6.3. Obtención de Nanocelulosa

Se utilizó el método de oxidación con radical TEMPO, seguido por Martínez-Ramírez et al. (2023) y Hop et al. (2022) con algunas modificaciones.

3.6.3.1. Oxidación Tempo

Para cada tratamiento según diseño (Tabla 4), se disolvieron 0,016 g de radical TEMPO y 0,1 g de NaBr con 20 ml de agua ultrapura en agitación constante hasta disolución. Seguidamente se incorporó 1 g de pulpa de celulosa de coronta de maíz morado (con contenido de alfa celulosa de 91,05%) con agitación constante a temperatura ambiente. El procedo de oxidación se inicia añadiendo un volumen de NaClO correspondiente a 10.0 -30.0 mmol/g de celulosa, y se aforó a 100 mL. El pH fue mantenido a 10,5 mediante la adición de NaOH 0.1N. Transcurrido el tiempo de reacción, la suspensión se ajustó a un pH neutro con HClcc, y se centrifugó (AFI Sirena) durante 10 minutos, el sobrenadante se descartó quedando el precipitado de celulosa oxidada. Se añadió agua ultrapura al precipitado y se dializó a 4 °C por 3 días, posteriormente se sonicó con un ultrasonificador (Gardner Inc. modelo USS-HLUH00016, diámetro de sonda de 20mm, 840 Watts y 20KHz) durante 15 minutos, hasta que la suspensión llegue a ser transparente. Finalmente, la suspensión se homogeneizó con un ultraturrax (Daihan HG-15D) a 1200 rpm durante 2 minutos.

Tabla 4

Diseño factorial 2³ con 4 repeticiones en el punto central

N° de Tratamiento	Tempo (g)	NaBr (g)	NaClO (mmol/g)	Tiempo de reacción (h)	Extracción de nanocelulosa (%)	carboxilato (mmol/g)
1	0,016	0,1	10	4		
2	0,016	0.1	10	8		
3	0,016	0,1	30	4		
4	0.016	0.1	30	8		
5	0.016	0.1	20	6		
6	0.016	0.1	20	6		
7	0.016	0.1	20	6		
8	0.016	0.1	20	6		

Nota. 2024

3.6.3.2. Caracterización de nanocelulosa

Rendimiento de nanocelulosa (%)

Se calculó con la ecuación 11.

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{Peso nanocelulosa} *}{\text{Peso inicial de celulosa} *} \times 100 \dots \dots \dots (11)$$

*Tanto la celulosa como nanocelulosa en los procesos están húmedas, por lo que se tiene que restar la humedad para saber el peso neto (seco).

Contenido de carboxilato de celulosa oxidada determinado con titulación conductimétrica

El contenido de carboxilato de la celulosa oxidada fue determinado por el método de titulación conductimétrica, seguido por da Silva Pérez et al. (2003) con algunas modificaciones. Para cada tratamiento (según diseño) se utilizó 15 mL de HCl 0,01M y se agregó 40 mg de nanocelulosa para luego de 15 minutos de agitación se tituló con NaOH 0,01M.

$$\text{Contenido de carboxilato } \left(\frac{\text{mmol}}{\text{g}} \right) = \frac{(V2 - V1)}{W} \times C \dots \dots \dots (12)$$

Donde V_1 y V_2 son mínimo y máximo consumo de NaOH (en L), c es la concentración de NaOH (mmol/L) y W es el peso de nanocelulosa en gel (g).

Análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR) para nanocelulosa

El análisis de Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR-ATR), siguiendo, el método descrito en la norma ASTM E1252. El espectro se obtuvo en el rango de 4000 a 450 cm^{-1} utilizando un Espectrofotómetro infrarrojo (PERKIN ELMER). La resolución fue de 4 cm^{-1} . El procesamiento de datos se realizó con el software Perkin Elmer Spectrum 10.

3.6.4. Análisis estadístico de los datos

Para la obtención de nanocelulosa, el análisis de la varianza se realizó en el software STATISTICA Statsoft 10. 2. 8.

El mismo software se utilizó para aplicar el análisis de respuesta (función de deseabilidad) para determinar el rendimiento de extracción óptima de nanocelulosa.

IV. RESULTADOS

4.1. Caracterización de la coronta de maíz morado (CMM)

4.1.1. Humedad y ceniza

Tabla 5

Humedad y ceniza en muestras de CMM

Muestra (N°)	Humedad (%)	Ceniza (%)
1	5,8294	1,6000
2	5,7988	1,7228
3	5,6697	1,6534
$\bar{X}$	5,7660	1,6608
σ	0,0847	0,0647

4.1.2. Extractivos

Tabla 6

Extractivos (%) en muestras de CMM

Muestra (N°)	Extractivos (%)
1	2,6300
2	2,5900
3	2,6420
$\bar{X}$	2,6200
σ	0,0264

4.1.3. Celulosa, hemicelulosa y lignina

Tabla 7

Composición lignocelulósica de la coronta de maíz morado

Muestra (N°)	Holocelulosa (%)	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)
1	77,8792	42,1615	35,7177	17,9000
2	77,8676	41,4743	36,4049	17,8000
3	78,7750	41,8071	36,0605	17,8584
$\bar{X}$	78,1739	41,8143	36,0610	17,8528
σ	0,5206	0,3437	0,3436	0,0502

Tabla 8*Comparación de los resultados con otras investigaciones*

Coronta de maíz: Procedencia	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)	Referencias
Nepal	38,8600	34,8900	22,0200	Bahadur et al. (2024)
Etiopia	45,0000	35,0000	13,3000	Demewoz & Demsash (2023)
Indonesia	40,9500	16,1200	7,1100	Hidayatullah et al.2024
Tailandia	33,1600 ± 3,06	44,9000 ± 1,17	16,6600 ± 0,30	Rasri et al. (2023)
Perú	40,9500 ± 0,38	38,9400 ± 1,72	16,5400 ± 0,38	Echevarría & Bazán (2017)
Lambayeque, Perú	41,8100 ± 0,34	36,0600 ± 0,34	17,8500 ± 0,05	Presente estudio

4.2 Extracción de celulosa

4.2.1. Tratamiento preliminar: Extracción de antocianinas

Tabla 9*Cuantificación de antocianinas a pH 4*

Muestra N°	PH1		PH4,5		A	Antocianinas (mg/L)	Antocianinas (mg/g)
	510nm	700nm	510nm	700nm			
1	0,0820	0,0040	0,0430	0,0050	0,0400	10,0193	0,7014
2	0,1320	0,0150	0,0850	0,0160	0,0480	12,0232	0,8416
3	0,1250	0,0210	0,0750	0,0190	0,0480	12,0232	0,8416
$\bar{X}$						11,0000	0,7948
σ						1,1569	0,0809

Tabla 10*Cuantificación de antocianinas a pH 2*

Muestra N°	PH1		PH4,5		A	Antocianinas (mg/L)	Antocianinas (mg/g)
	510nm	700nm	510nm	700nm			
1	0,0600	0,0090	0,0390	0,0090	0,0210	5,2601	0,3332
2	0,0580	0,0090	0,0400	0,0110	0,0200	5,0097	0,3173
3	0,0630	0,0100	0,0430	0,0110	0,0210	5,2601	0,3332
$\bar{X}$						5,1767	0,3279
σ						0,1446	0,0092

Figura 9

Muestras de coronta de maíz morado extraídas las antocianinas a pH 4



Nota. Imagen(izquierda) antes de la extracción de antocianinas e imagen (derecha) después de la extracción

Tabla 11

Comparación de los resultados con corontas maíz morado peruano

Procedencia	Variedad	Antocianinas (mg/g)	Referencias
Perú	Tacneño	22,6400	Delgado C y Bedoya J (2020)
	Arequipeño	8,4040 - 47,984	Gorriti et al. (2009)
	Canteño	7,0560	Lucas Fernández (2019)
		8,7400	Sánchez y Castro Vargas (2023)
		0,7948 ± 0,0809	Presente estudio

4.2.2. Rendimiento de extracción y pureza de celulosa

Tabla 12

Rendimiento de extracción en peso y pureza de celulosa

Extracción (%)	Pureza (%)
29,2680	91,0487

4.3. Obtención de nanocelulosa

4.3.1. Rendimiento de extracción y contenido de carboxilato en nanocelulosa

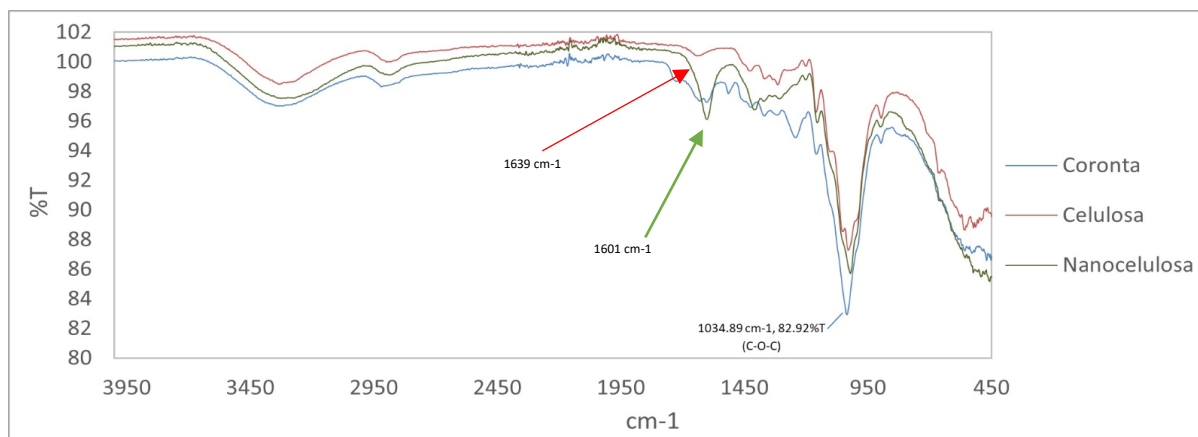
Tabla 13*Extracción en peso de nanocelulosa y contenido de carboxilato*

N° de Tratamiento	NaClO (mmol/g)	Tiempo de reacción (h)	Replicas	Extracción de nanocelulosa (%)	carboxilato (mmol/g)
1	10	4	R1	54,00	1,4475
			R2	53,00	1,3100
			R3	58,00	1,3830
			X	55,00	1,3802
			σ	2,65	0,0688
2	10	8	R1	30,00	1,7575
			R2	32,00	1,7200
			R3	28,00	1,7425
			X	30,00	1,7400
			σ	2,00	0,0189
3	30	4	R1	49,00	2,1500
			R2	52,00	2,2025
			R3	57,00	2,1776
			X	52,67	2,1767
			σ	4,04	0,0263
4	30	8	R1	37,00	2,3050
			R2	37,00	2,3028
			R3	34,00	2,3230
			X	36,00	2,3103
			σ	1,73	0,0111
5	20	6	R1	57,00	1,5950
			R2	59,00	1,6200
			R3	58,00	1,5850
			X	58,00	1,6000
			σ	1,00	0,0180
6	20	6	R1	56,00	1,5825
			R2	63,00	1,5725
			R3	59,50	1,6175
			X	59,50	1,5908
			σ	3,50	0,0236
7	20	6	R1	62,00	1,6070
			R2	57,00	1,6000
			R3	59,50	1,6230
			X	59,50	1,6100
			σ	2,50	0,0118
8	20	6	R1	62,00	1,5870
			R2	60,00	1,6155
			R3	61,00	1,5680
			X	61,00	1,5902
			σ	1,00	0,0239

4.3.2. Caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR- ATR)

Figura 10

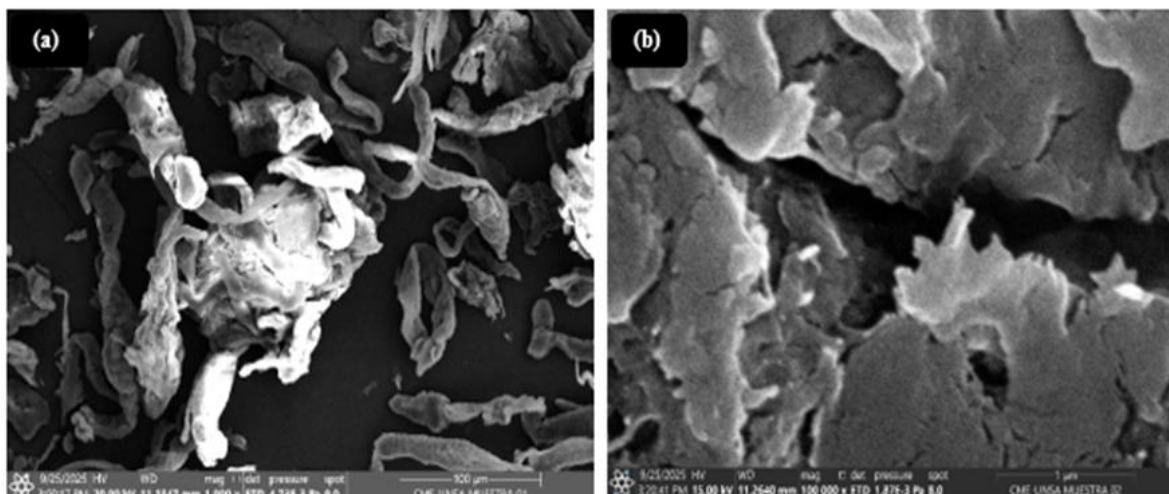
FTIR de coronta de maíz morado, celulosa y nanocelulosa



4.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Figura 11

Microscopía electrónica de barrido de celulosa y nanocelulosa



Nota. a) celulosa de coronta de maíz morado (10000x,) b) celulosa oxidada con TEMPO (100000x)

4.4. Análisis estadístico de datos

4.4.1. Rendimiento de extracción de nanocelulosa

Tabla 14

Varianza ANOVA para el rendimiento de la extracción de nanocelulosa

	SS	df	MS	F	p
(1) Sodium hypochlorite (L)	10.083	1	10.083	1.6635	0.212606
Sodium hypochlorite (Q)	1552.042	1	1552.042	256.0532	0.000000
(2) Reaction time (L)	1302.083	1	1302.083	214.8155	0.000000
1L by 2L	52.083	1	52.083	8.5926	0.008568
Error	115.167	19	6.061		
Total SS	3031.458	23			

Tabla 15

Coefficientes de regresión del rendimiento de extracción de nanocelulosa

	Regressn - Coeff.	Std.Err.	t(19)	p	-95.% - Cnf.Limt	+95.% - Cnf.Limt
Mean/Interc.	59.5000	0.710716	83,7184	0.000000	58,0125	60,9875
(1)Sodium hypochlorite(L)	1.8333	1.421432	1.2898	0.212606	-0.5709	2,4042
Sodium hypochlorite(Q)	-32,1667	2,010208	-16.017	0.000000	-18.1870	-13.9796
(2)Reaction time(L)	-20.8333	1.421432	-14.6566	0.000000	-11.9042	-8.9291
1L by 2L	4.1667	1.421432	2.9313	0.008568	0.5958	3.5709

Figura 12

Diagrama de Pareto para la respuesta de extracción de nanocelulosa

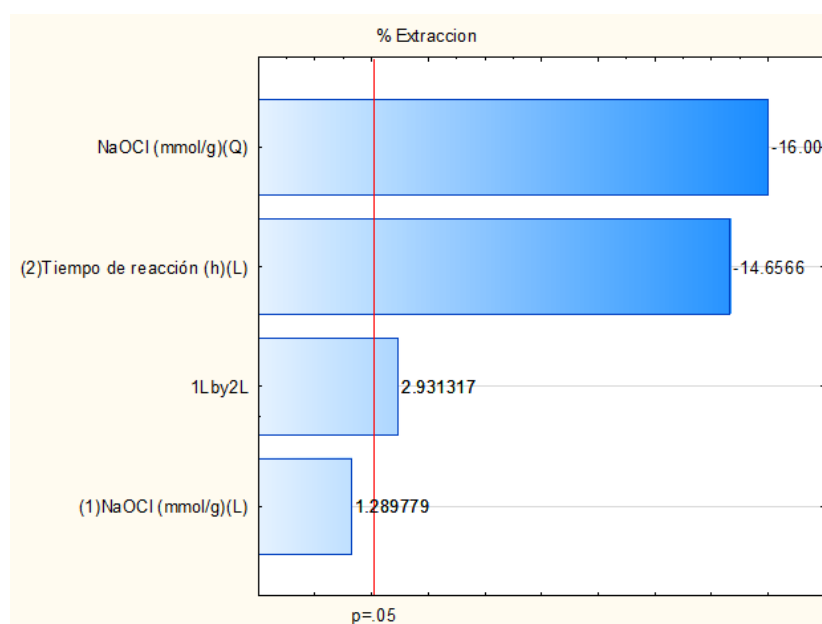


Figura 13

Gráfico de contorno de respuesta para el rendimiento de extracción de nanocelulosa en función hipoclorito de sodio y tiempo de reacción

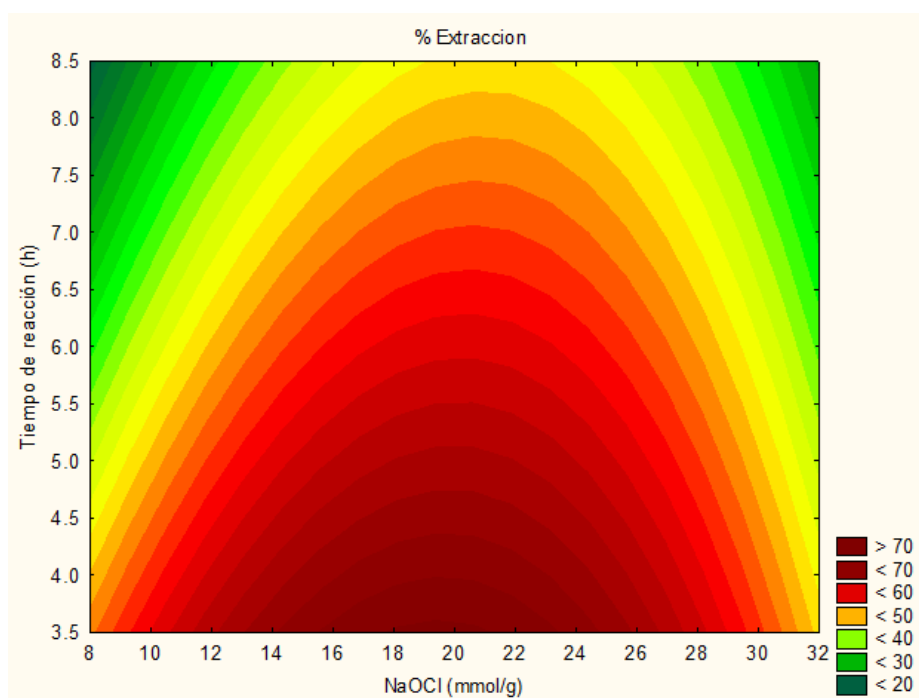
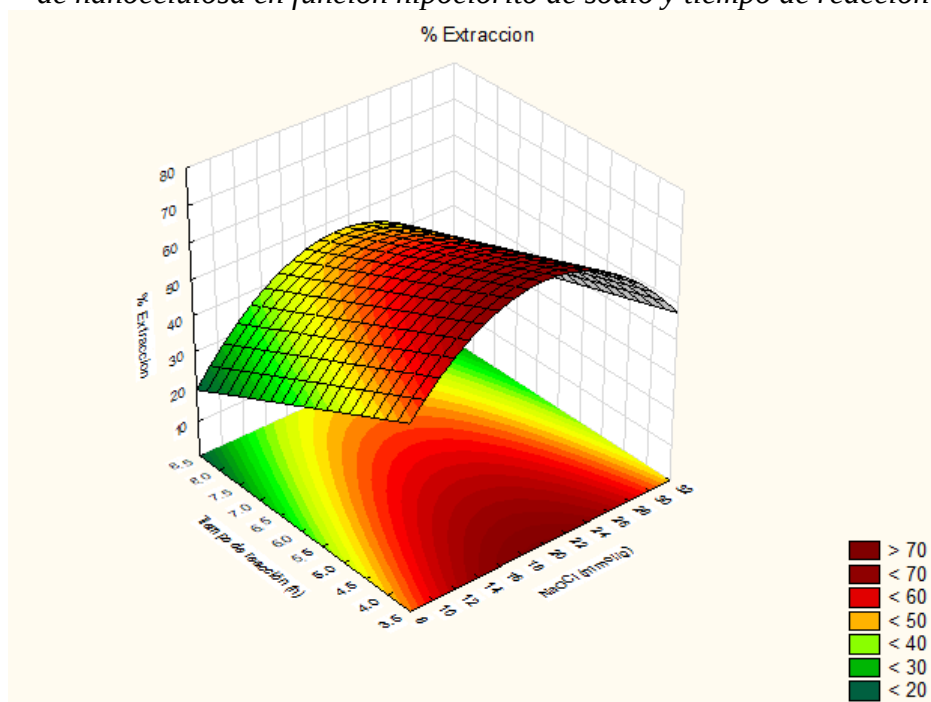


Figura 14

Gráfico de superficie de respuesta para el rendimiento de extracción de nanocelulosa en función hipoclorito de sodio y tiempo de reacción



4.4.2. Contenido de Carboxilatos

Tabla 16

Análisis de varianza ANOVA para del contenido de carboxilato

	SS	df	MS	F	p
(1)Sodium hypochlorite(L)	1.401107	1	1.401107	1687.879	0.000000
Sodium hypochlorite(Q)	0.554618	1	0.554618	668.134	0.000000
(2)Reaction time(L)	0.182583	1	0.182583	219.953	0.000000
1L by 2L	0.038297	1	0.038297	42.256	0.000002
Error	0.015772	19	0.000830		
Total SS	2.192476	23			

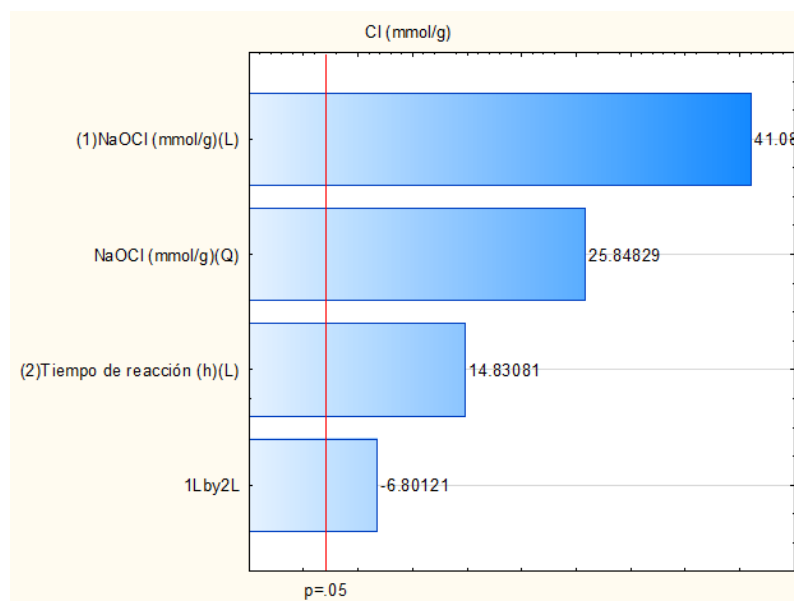
Tabla 17

Coefficientes de regresión para del contenido de carboxilato

	Regressn - Coeff.	Std.Err.	t(19)	p	-95.% - Cnf.Limt	+95.% - Cnf.Limt
Mean/Interc.	1.597750	0.008317	192.1031	0.000000	1.580342	1.615158
(1)Sodium hypochlorite(L)	0.683400	0.016634	41.0838	0.000000	0.324292	0.359108
Sodium hypochlorite(Q)	0608067	0.023524	25.8483	0.000000	0.279415	0.328652
(2)Reaction time(L)	0.246700	0.016634	14.8308	0.000000	0.105942	0.140758
1L by 2L	-0.113133	0.016634	-6.8012	0.000002	-0.073975	0.039159

Figura 15

Diagrama de Pareto para el contenido de carboxilato



4.5. Optimización del rendimiento de extracción de nanocelulosa

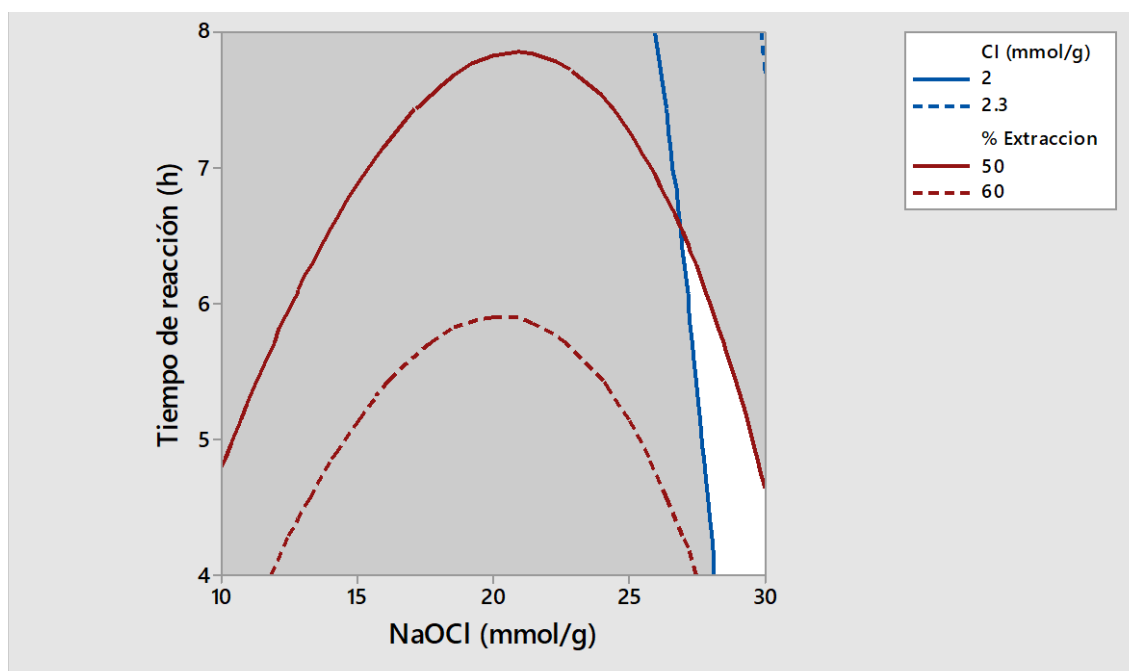
Tabla 18

Respuestas multiples

Solución	Sodium hypochlorite	Reaction Time	content Ajuste	yield Ajuste	Deseabilidad Compuesta
1	29.3939	4	2.11683	54.6278	0.778429
3	29.0760	4	2.08631	55.6092	0.777512

Figura 16

Gráfico de contorno de múltiple respuesta



V. DISCUSIONES

5.1. Caracterización de la coronta de maíz morado:

5.1.1. Humedad, ceniza y extractivos

El valor de humedad obtenido (Tabla 5) es comparable con lo reportado por Sartika et al. (2023) de 8,94 % en coronta de maíz de Indonesia, y por Burga Fernández (2022) de $5,48 \pm 0,58\%$ en coronta de maíz de Lambayeque, Perú. Con respecto al valor de ceniza obtenido es comparable con lo reportado por Demewoz & Demsash (2023) de 1,70% en coronta de maíz de Etiopia; por Burga Fernández (2022) de $1,55 \pm 0,004\%$ en coronta de maíz de Lambayeque, Perú; y por Louis & Venkatachalam (2020) de $3,10 \pm 0.50 \%$ en coronta de maíz de la India.

La coronta de maíz, a pesar de ser un residuo obtenido de la extracción de la chicha morada, todavía presenta extractivos como los pigmentos fenólicos (Demewoz & Demsash, 2023).

5.1.2. Celulosa, hemicelulosa y lignina

En la tabla 7 se muestra la composición lignocelulósica de la coronta de maíz morado, y en la tabla 8, se observa que los valores son cercanos a lo obtenido por otros investigadores con maíz amarillo.

Se asume que los extractivos, la celulosa, hemicelulosa, lignina y ceniza son los únicos compuestos de la biomasa (coronta de maíz) Demewoz & Demsash (2023). Por lo tanto, $(\text{Extractivos} + \text{hemicelulosa} + \text{lignina} + \text{ceniza} + \text{celulosa}) \% = 100 \%$; al reemplazar los valores sería: $(2,6200 + 36,0610 + 17,8528 + 1,6608 + 41,8143) \% = 100\%$ (tabla 5, 6 y 7).

5.2. Extracción de celulosa

5.2.1. Tratamiento preliminar: Extracción de antocianinas

En la tabla 9 se muestra los resultados de la cuantificación de antocianinas obtenido en pH 4, siendo el de mayor contenido que el de pH 2 (Tabla 10). El contenido de antocianinas fue de

$0,7948 \pm 0,0809$ mg/g de coronta de maíz morado agotada en pH 4. La extracción en diferentes soluciones de pH se puede apreciar visualmente en la figura 9.

La Tabla 11 muestra resultados comparables con otras investigaciones.

5.2.2. Rendimiento de extracción y pureza de celulosa

Los valores obtenidos de la tabla 12 son similares a Hidayatullah et al. (2024) y Rasri et al. (2023) en coronta de maíz, con pureza de celulosa de 75.32% y 77.4% respectivamente.

5.3. Obtención de nanocelulosa

5.3.1. Rendimiento de extracción y contenido de carboxilato de nanocelulosa

Se obtuvo rendimientos entre 30 – 61 % de extracción de nanocelulosa (tabla 13) comparables con Hop et al. (2022) en pulpa de madera blanqueada (87%) y con Zhang et al. (2020) en pulpa de semilla de limón (52.01%).

Los contenidos de grupos carboxilato fueron entre 1,38 y 2,31 mmol/g, con 10 y 30 mmol de NaClO (agente oxidante) /g de celulosa respectivamente, comparables con lo reportado por Isogai et al., (2011) con 1,70 mmol de carboxilato/g con 10 mmol de NaClO/g de celulosa y de Hastuti et al. (2019) con carboxilatos de 1,08 y 1,50 mmol de carboxilato/g de carboxilato con 10 y 20 mmol de NaClO/g de celulosa

Hop et al., (2022) obtuvo contenidos de carboxilatos de 0,4 a 1,2 mmol/g de celulosa al incrementar la concentración de NaClO de 5 a 12 mmol/g de celulosa de madera blanqueada, siendo el contenido óptimo de 1,18 mmol/g.

5.3.2. Caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR- ATR)

En la figura 10 se muestra los espectros FTIR de la coronta de maíz morado, celulosa y nanocelulosa que a continuación se describen.

5.3.2.1. Coronta de maíz morado

En el espectro FTIR se identifican las siguientes bandas de absorción: A 3339 cm^{-1} asociada a las vibraciones de estiramiento del grupo -OH , correspondientes a los enlaces de hidrógeno presentes en celulosa, hemicelulosa, y lignina. A 2921 cm^{-1} (región $2950\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$) atribuida al estiramiento de los enlaces C-H que se encuentra principalmente en las estructuras de celulosa, hemicelulosa y lignina (Charoensopa et al., 2024). A 1601 cm^{-1} (región $1685\text{--}1550\text{ cm}^{-1}$) corresponde a la vibración de estiramiento del doble enlace C=C de los anillos aromáticos, característico de la lignina, a 1245 cm^{-1} vibración de estiramiento del enlace C-O del grupo arilo, atribuida a la lignina (Mandal et al., 2011). A 1034 cm^{-1} atribuida a la vibración de estiramiento asimétrica C-O-C de los enlaces glicosídicos, indicando la presencia de hemicelulosa (Louis et al., 2020).

5.3.2.2. Celulosa

A 3333 cm^{-1} asociada con las vibraciones de estiramiento del grupo -OH . A 2893 cm^{-1} (entre $2950\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$) atribuida al estiramiento de los enlaces C-H de la celulosa después del tratamiento alcalino y blanqueamiento. A 1639 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de tensión del agua absorbida por los grupos O-H hidrófilos (Hop et al., 2022). A 1429 cm^{-1} (entre $1455\text{--}1399\text{ cm}^{-1}$) se debe a vibraciones de flexión del enlace C-H y son picos característicos de la celulosa en forma cristalina (Louis et al. 2020), a 1029 cm^{-1} asociada al estiramiento de los enlaces glucosídicos de la celulosa.

5.3.2.3. Nanocelulosa

A 3324 cm^{-1} asociada con las vibraciones de estiramiento del grupo -OH propio de los enlaces de hidrogeno en la celulosa. A 2891 cm^{-1} (entre $2950\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$) atribuida al estiramiento de los enlaces C-H de la celulosa. Después de la oxidación TEMPO de la celulosa, hubo un desplazamiento del pico 1639 cm^{-1} a 1601 cm^{-1} , lo que indica un debilitamiento de los enlaces OH, originando cambios en la estructura de la celulosa, como consecuencia de la conversión del grupo hidroxilo del C6 en grupo carboxilato C6 (Hop et al.,2022; Yang et al., 2017). Para la coronta, celulosa y nanocelulosa se observó a $1034,89\text{ cm}^{-1}$ que se atribuyó a los enlaces glucosídicos C-O-C presentes en la celulosa.

5.3.3. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las muestras fueron analizadas a diferentes magnificaciones con el propósito de observar el cambio entre la celulosa y la nanocelulosa TEMPO. En la figura (a) se muestra celulosa extraída de la coronta de maíz morado. La presencia de fibras de tamaño microscópico de forma irregular, es una indicación de que la hemicelulosa y la lignina se han eliminado eficazmente debido a los tratamientos químicos, corroborado por los FTIR de la celulosa. La figura (b) corresponde nanocelulosa TEMPO preparadas con un contenido de NaClO de 20 mmol/g, pH de 10, tiempo de reacción de 6 horas. La morfología de la nanocelulosa es irregular, tiende a aglomerarse durante el secado, por lo tanto, la caracterización en estado sólido puede reflejar ciertos cambios estructurales del secado y no necesariamente la naturaleza precisa de la nanocelulosa individual (Jiang et al., 2014).

5.4. Análisis estadísticos de datos

5.4.1. Rendimiento de extracción de nanocelulosa

La tabla 14 muestra el análisis de varianza ANOVA para los 8 tratamientos, con una influencia significativa ($p < 0.05$) del hipoclorito de sodio (mmol/g) y tiempo de reacción (h) en el rendimiento de extracción de nanocelulosa.

La tabla 15 se observa que mediante los coeficientes de regresión el incremento del rendimiento de extracción de la nanocelulosa ocurre con un aumento del hipoclorito de sodio y menor tiempo de reacción.

En el diagrama de Pareto (figura 12) se observa el efecto del hipoclorito de sodio (mmol/g y tiempo de reacción (h) de manera conjunta en el rendimiento de la extracción de nanocelulosa de la coronta de maíz morado.

En las figuras 13 y 14 de contorno y de superficie, se muestra que a un menor tiempo de reacción y concentración alta de hipoclorito de sodio se obtiene un mayor rendimiento de extracción de nanocelulosa.

5.4.2 Contenido de carboxilatos

Para el contenido de carboxilatos, en las tablas 16, 17 y figura 15, se observó influencia significativa ($p < 0.05$) del hipoclorito de sodio (mmol) y tiempo de reacción (h).

5.5. Optimización de rendimiento de extracción de nanocelulosa

El análisis de optimización del rendimiento de nanocelulosa se realizó mediante la función de deseabilidad (tabla 18) y se aplicó con el objetivo de maximizar el tiempo de reacción y la concentración de hipoclorito de sodio.

El mayor rendimiento de extracción se obtiene a una concentración de hipoclorito de sodio de 29,3939 milimoles /g con un tiempo de reacción de 4 h, obteniendo una deseabilidad de 0,77. Aproximándose al tratamiento T3 con un rendimiento de 52,67%.

VI. CONCLUSIONES

Se caracterizó la coronta de maíz morado residuo de la obtención de chica morada teniendo como resultado de celulosa $41,8143 \pm 0,34$, lignina $17,8528 \pm 0,05$, hemicelulosa $36,0610 \pm 0,34$, ceniza $1,6608 \pm 0,06$ y humedad $5,7660 \pm 0,08$ y extractivos $2,6200 \pm 0,02$, así como la identificación de sus grupos funcionales por Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia atenuada (FTIR- ATR).

Se extrajeron las antocianinas en pH 4 con un contenido $0,7948 \pm 0,08$ mg/g.

Se extrajo la celulosa por tratamiento alcalino utilizando NaOH y luego un blanqueamiento con peróxido obteniendo un rendimiento del 29,2680 % y una pureza de 91,0487 %, la misma que fue caracterizada por FTIR-ATR y Microscopía electrónica de barrido (SEM).

Se obtuvo la nanocelulosa por el método de oxidación TEMPO, obteniendo rendimientos entre 30 – 61 %, la misma que fue caracterizada por FTIR-ATR y SEM, y mediante la función de deseabilidad, el rendimiento óptimo a una concentración de 29,3939 mmol/g de NaClO y un tiempo de reacción de 4 horas.

VII. RECOMENDACIONES

Para la obtención nanocelulosa, la materia prima (celulosa) tiene que estar húmeda dado que la celulosa es insoluble en agua.

El reactivo tempo (2,2,6,6-tetrametil-1-piperidil-1-oxil) tiene que mantenerse refrigerado para su conservación.

Utilizar una centrifuga con altas revoluciones por minutos, para un mayor rendimiento de la extracción de nanocelulosa

Se requiere dializar la nanocelulosa por más de 5 días, utilizando nitrato de plata para verificar si ya no hay más iones cloruro en la muestra.

Al utilizar el ultrasonificador, la muestra debe estar refrigerada previamente, porque se produce un calentamiento.

Incentivar las investigaciones en el campo de la nanotecnología.

VIII. REFERENCIAS

- Abdo, N. I., Tufik, Y. M., & Abobakr, S. M. (2023). A comparison of nano-celluloses prepared with various terms of time and sulfuric acid concentration from bagasse derived cellulose: Physicochemical characteristics and process optimization. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 6, 100365. <https://doi.org/10.1016/J.CRGSC.2023.100365>
- American Society for Testing and Materials (1968). *Method of Test for Alpha-cellulose in Wood* [ASTM D1103-60]. ASTM International.
- AOAC International. (2012). Official methods of analysis of AOAC International (19th ed.). Gaithersburg, MD: AOAC International.
- AOAC International. (2016). Official methods of analysis of AOAC International (20th ed.). Gaithersburg, MD: AOAC International.
- American Society for Testing and Materials. (1977). Method of test for Holocellulose in wood (ASTM D1104-56). ASTM International.
- Bahadur, R., Awasthi, G. P., Shin, M., Sharma, K. P., Neupane, B., Kant Kalauni, S., Bhattarai, N., Yu, C., & Joshi, M.K. (2024). Nanocellulose from Mankamana-3 corncob biomass: Synthesis, characterization, surface 2 modification and potential applications. *Bioresource Technology Reports*, 28, 101971. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2024.101971>
- Balagot, K. W., Emprese, M., Delica-Balagot, K., Cuaresma, C., & Mari, E. (2024). Preliminary Study on the Chemical Properties of Non-Oak Wood Species: Suitability for Wooden Barrel Production. *Philippine Journal of Science*, 153(3). <https://doi.org/10.56899/153.03.39>
- Burga Fernández, M. (2022). Extracción de flavonoides del residuo de maíz morado por ultrasonido e identificación por espectrometría de masas [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo, Lambayeque, Perú]. <https://repositorio.unprg.edu.pe/handle/20.500.12893/643>
- Charoensopa, K., Thangunpai, K., Kong, P., Enomae, T., & Ploysri, W. (2024). Extraction of Nanocellulose from the Residue of Sugarcane Bagasse Fiber for Anti-Staphylococcus aureus (S. aureus) Application. *Polymers*, 16(11). <https://doi.org/10.3390/polym16111612>
- Coelho, C. C. S., Michelin, M., Cerqueira, M. A., Gonçalves, C., Tonon, R. V., Pastrana, L. M., Freitas-Silva, O., Vicente, A. A., Cabral, L. M. C., & Teixeira, J. A. (2018). Cellulose nanocrystals from grape pomace: Production, properties and cytotoxicity assessment. *Carbohydrate Polymers*, 192, 327–336. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.03.023>

- Cristianini, M., & Guillén Sánchez, J. S. (2020). Extraction of bioactive compounds from purple corn using emerging technologies: A review. In *Journal of Food Science*, 85 (4), 862–869). <https://doi.org/10.1111/1750-3841.15074>
- da Silva Perez, D., Montanari, S., & Vignon, M. R. (2003). TEMPO-mediated oxidation of cellulose III. *Biomacromolecules*, 4(5), 1417–1425. <https://doi.org/10.1021/bm034144s>
- Delgado C, y Bedoya J, E. V. (2020). Extracción de antocianinas a partir de la coronta y grano de maíz morado (Zea Mays L.) de la provincia de Tarata - Tacna, Perú. *REVISTA CIENCIA Y TECNOLOGÍA - Para El Desarrollo - UJCM*, 5(10), 4–9.
- Demewoz, G. E., & Demsash, H. D. (2023). Extraction, characterization, and optimization of cellulose nanocrystals from corncob. <https://doi.org/10.2139/ssrn.4533901>
- Debiagi, F., Faria-Tischer, P. C. S., & Mali, S. (2021). A Green Approach Based on Reactive Extrusion to Produce Nanofibrillated Cellulose from Oat Hull. *Waste and Biomass Valorization*, 12(2), 1051–1060. <https://doi.org/10.1007/s12649-020-01025-1>
- Dufresne, A. (2013). Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. *Materials Today*, 16(6), 220–227. <https://doi.org/10.1016/J.MATTOD.2013.06.004>
- Echevarría, C., & Bazán, G. (2017). Efecto del pre-tratamiento ácido y por congelación de fibra de coronta de maíz (Zea mays L.) en la hidrólisis con celulasa (E.C: 3.2.1.4) [Tesis de pregrado, Universidad Nacional de Trujillo]. <https://hdl.handle.net/20.500.14414/9768>
- Fukuzumi, H., Saito, T., Iwata, T., Kumamoto, Y., & Isogai A. (2009). Transparent and high gas barrier films of cellulose nanofibers prepared by TEMPO-mediated oxidation. *Biomacromolecules*. 10(1), 162-5. <https://doi.org/10.1021/bm801065u>
- Gorriti, A., Quispe, F., Arroyo, J. L., Córdova, A., Jurado, B., Santiago, I., & Taype, E. (2009). Extraction of anthocyanins from purple corn cobs of Zea mays L. *Ciencia e Investigación*, 64-7. <https://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/farma/article/view/3395>
- Habibi, Y., Lucia, L.A., & Rojas, O.J. (2010). Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications *Chem. Rev.* 110, 6, 3479–3500. <https://doi.org/10.1021/cr900339w>
- Hassan, S. H., Velayutham, T. S., Chen, Y. W., & Lee, H. V. (2021). TEMPO-oxidized nanocellulose films derived from coconut residues: Physicochemical, mechanical and electrical properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 180, 392–402. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.03.066>
- Hidayatullah, K., Rahayu, S., Wirawan, R., Masruroh, Sudirman, & Ali, M. (2024). Characterization of biopolymer nanocellulose fibre from corn cob waste (Zea Mays L) using chemical - mechanical treatments. *Rasayan Journal of Chemistry*, 17(3), 897–904. <https://doi.org/10.31788/RJC.2024.1738814>

- Hop, T. T., Thi Mai, D., Duc Cong, T., Thi Y. Nhi, T., Duc Loi, V., Thi Mai Huong, N., & Trinh Tung, N. (2022). A comprehensive study on preparation of nanocellulose from bleached wood pulps by TEMPO-mediated oxidation. *Results in Chemistry*, 4. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100540>
- Hu, L., Fang, X., Du, M., Luo, F., & Guo, S. (2020). Hemicellulose-Based Polymers Processing and Application. *American Journal of Plant Sciences*, 11(12), 2066–2079. <https://doi.org/10.4236/ajps.2020.1112146>
- INACAL. (2023). Boletín Normas Técnicas Peruanas y Textos Afines. In *Instituto Nacional de Calidad*. <https://cdn.www.gob.pe/uploads/document/file/4628217/Boletin%20N%C2%B0%2003.pdf>
- Isogai, A., Saito, T., & Fukuzumi, H. (2011). TEMPO-oxidized cellulose nanofibers. In *Nanoscale* (Vol. 3, Issue 1, pp. 71–85). <https://doi.org/10.1039/c0nr00583e>
- Jiang, F., Dallas, J.L., Ahn, B.K. y Hsieh, Y.-L. (2014). RMN 1D y 2D de nanocelulosa en suspensiones coloidales acuosas. *Carbohydr. Polym.* 110, 360–366. [doi:10.1016/j.carbpol.2014.03.043](https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.03.043).
- Jędrzejczyk, M., Soszka, E., Czapnik, M., Ruppert, A. M., & Grams, J. (2019). Physical and chemical pretreatment of lignocellulosic biomass. *Second and Third Generation of Feedstocks: The Evolution of Biofuels*, 143–196. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815162-4.00006-9>
- Kaur, P., Sharma, N., Munagala, M., Rajkhowa, R., Aallardyce, B., Shastri, Y., & Agrawal, R. (2021). Nanocellulose: Resources, Physio-Chemical Properties, Current Uses and Future Applications. In *Frontiers in Nanotechnology*, 3. <https://doi.org/10.3389/fnano.2021.747329>
- Lapuz, A. R., Tsuchikawa, S., Inagaki, T., Ma, T., & Migo, V. (2022). Production of Nanocellulose Film from Abaca Fibers. *Crystals*, 12(5). <https://doi.org/10.3390/cryst12050601>
- Li, J., Zhang, F., Zhong, Y., Zhao, Y., Gao, P., Tian, F., Zhang, X., Zhou, R., & Cullen, P. J. (2022). Emerging Food Packaging Applications of Cellulose Nanocomposites: A Review. In *Polymers*, 14(19). <https://doi.org/10.3390/polym14194025>
- Louis, A. C. F., & Venkatachalam, S. (2020). Energy efficient process for valorization of corn cob as a source for nanocrystalline cellulose and hemicellulose production. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163, 260–269. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.06.276>
- Lucas Fernández, M. D. (2019). Extracción de pigmentos antociánicos de la coronta de maíz (*Zea mays* L.) y uso como colorantes en la elaboración de yogurt [Tesis de Maestría, Universidad Nacional José Faustino Sánchez Carrión-Huacho]. <http://repositorio.unjfsc.edu.pe/handle/UNJFSC/3455>

- Madhushree, M., Vairavel, P., Mahesha, G. T., & Bhat, K. S. (2025). Oxidative Modifications of Cellulose: Methods, Mechanisms, and Emerging Applications. *Journal of Natural Fibers*, 22(1). <https://doi.org/10.1080/15440478.2025.2497910>
- Mandal A., Chakrabarty D. (2011). Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. *Carbohydr. Polym.*, 86(3), 1291–1299. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.030>
- Martínez-Ramírez, A. P., Rincón-Ortiz, S. A., Baldovino-Medrano, V. G., Blanco-Tirado, C., & Combariza, M. Y. (2023). Influence of reaction variables on the surface chemistry of cellulose nanofibers derived from palm oil empty fruit bunches. *RSC Advances*, 13(51), 36117–36129. <https://doi.org/10.1039/d3ra06933h>
- MIDAGRI. (2021). *El Maíz Morado Peruano*. <https://repositorio.midagri.gob.pe/bitstream/20.500.13036/1152/1/El%20Maiz%20Morado%20Peruano%20Un%20producto%20con%20alto%20contenido%20de%20antocianina%20c%20poderoso%20antioxidante%20natural.pdf>
- Mujtaba, M., Fernandes Fraceto, L., Fazeli, M., Mukherjee, S., Savassa, S. M., Araujo de Medeiros, G., do Espírito Santo Pereira, A., Mancini, S. D., Lipponen, J., & Vilaplana, F. (2023). Lignocellulosic biomass from agricultural waste to the circular economy: a review with focus on biofuels, biocomposites and bioplastics. *Journal of Cleaner Production*, 402. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.136815>
- Nargotra, P., Sharma, V., Tsai, M. L., Hsieh, S. L., Dong, C. Di, Wang, H. M. D., & Kuo, C. H. (2023). Recent Advancements in the Valorization of Agro-Industrial Food Waste for the Production of Nanocellulose. In *Applied Sciences (Switzerland)*, 13(10). <https://doi.org/10.3390/app13106159>
- Norizan, M. N., Shazleen, S. S., Alias, A. H., Sabaruddin, F. A., Asyraf, M. R. M., Zainudin, E. S., Abdullah, N., Samsudin, M. S., Kamarudin, S. H., & Norrahim, M. N. F. (2022). Nanocellulose-Based Nanocomposites for Sustainable Applications: A Review. In *Nanomaterials*, 12(19). <https://doi.org/10.3390/nano12193483>
- Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G. (2018). Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion*, 1(1), 32–43. <https://doi.org/10.1016/J.CRCON.2018.05.004>
- Pitcher, M. L., Koshani, R., & Sheikhi, A. (2024). Chemical structure–property relationships in nanocelluloses. In *Journal of Polymer Science*, 62(1), 9–31. <https://doi.org/10.1002/pol.20230558>
- Pradhan, D., Jaiswal, A. K., & Jaiswal, S. (2022). Emerging technologies for the production of nanocellulose from lignocellulosic biomass. *Carbohydrate Polymers*, 285, 119258. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2022.119258>
- Rajinipriya, M., Nagalakshmaiah, M., Robert, M., & Elkoun, S. (2018). Importance of Agricultural and Industrial Waste in the Field of Nanocellulose and Recent Industrial

- Developments of Wood Based Nanocellulose: A Review. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 6(3), 2807–2828. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b03437>
- Randhawa, A., Dutta, S. D., Ganguly, K., Patil, T. V., Patel, D. K., & Lim, K. T. (2022). A Review of Properties of Nanocellulose, Its Synthesis, and Potential in Biomedical Applications. In *Applied Sciences*, 12(14), 7090. <https://doi.org/10.3390/app12147090>
- Rashid, A. Bin, Hoque, M. E., Kabir, N., Rifat, F. F., Ishrak, H., Alqahtani, A., & Chowdhury, M. E. H. (2023). Synthesis, Properties, Applications, and Future Prospective of Cellulose Nanocrystals. In *Polymers*, 15(20). <https://doi.org/10.3390/polym15204070>
- Rasri, W., Thu, V. T., Corpuz, A., & Nguyen, L. T. (2023). Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from corncob via ionic liquid [Bmim][HSO₄] hydrolysis: effects of major process conditions on dimensions of the product. *RSC Advances*, 13(28), 19020–19029. <https://doi.org/10.1039/d3ra02715e>
- Sadare, O. O., Mabunda, N., Ikegwu, U. M., Keitemoge, M. K., Daramola, M. O., & Moothi, K. (2022). Parametric optimization of the production of cellulose nanocrystals (CNCs) from South African corncobs via an empirical modelling approach. *Scientific Reports*, 12(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-22865-y>
- Saito, T., Kimura, S., Nishiyama, Y., & A (2007). Cellulose Nanofibers Prepared by TEMPO-Mediated Oxidation of Native Cellulose. *Biomacromolecules*, 8, 2485–2491, <https://doi.org/10.1021/bm0703970>.
- Salazar Acevedo, M.L. (2024). Películas activas a partir de nanofibras de celulosa modificadas con nanopartículas de óxido de zinc como estrategia para prolongar la vida útil de productos cárnicos [Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD, Colombia] <https://repository.unad.edu.co/handle/10596/63057>
- Sánchez, E. R., & Castro Vargas, D. J. (2023). Extracción y cuantificación de Antocianinas de maíz morado (zea mays l.) utilizando dos solventes a diferentes temperaturas y tiempos de extracción. *Revista Latinoamericana de Difusión Científica*, 5(8), 47–80. <https://doi.org/10.38186/difcie.58.04>
- Sankaran, R., Markandan, K., Khoo, K. S., Cheng, C. K., Ashokkumar, V., Deepanraj, B., & Show, P. L. (2021). The Expansion of Lignocellulose Biomass Conversion Into Bioenergy via Nanobiotechnology. In *Frontiers in Nanotechnology*, 3. <https://doi.org/10.3389/fnano.2021.793528>
- Sartika, D., Firmansyah, A. P., Junais, I., Arnata, I. W., Fahma, F., & Firmanda, A. (2023). High yield production of nanocrystalline cellulose from corn cob through a chemical-mechanical treatment under mild conditions. *International Journal of Biological Macromolecules*, 240. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124327>
- Shaikh, K., Ahmed Khan, W., Salim Newaz Kazi, Md., & Nashrul Mohd Zubir, M. (2024). Nanocellulose: Fundamentals and Applications. In *Nanocellulose-Sources, Preparations, and Applications*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.114221>

- Silva-Yumi, J., Peralta Holguin, W., & Medina Serrano, C. (2021). Agroindustrial Waste As Potential Source for Obtaining Nanocellulose. *ESPOCH Congresses: The Ecuadorian Journal of S.T.E.A.M.* <https://doi.org/10.18502/epoch.v1i2.9529>
- Stănilă, A., Pop, T.D. & Diaconeasa, Z.M.(2023).Purple Corn Cob: Rich Source of Anthocyanins with Potential Application in the Food Industry. DOI: 10.5772/intechopen.107258. En Hafiz Muhammad Khalid Abbas(Ed), *Flavonoid Metabolism - Recent Advances and Applications in Crop Breeding*. IntechOpen
- Tang, Z., Lin, X., Yu,M., Mondal,A.K. &Wu.H.(2024). Recent Advances in TEMPO-Oxidized Cellulose Nanofibers: Oxidation Mechanism, Characterization, Properties and Applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 259, Part I,129081. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.129081>
- TAPPI (2008). T 207 cm-99: Water solubility of wood and pulp). Peachtree Corners, GA: TAPPI Press.
- TAPPI (2015). T 222 om-15: Acid-insoluble lignin in wood and pulp. Peachtree Corners, GA: TAPPI Press.
- TAPPI (1999). T 203 om-99: Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. Atlanta, GA: TAPPI Press.
- Thakur, M., Sharma, A., Ahlawat, V., Bhattacharya, M., & Goswami, S. (2020). Process optimization for the production of cellulose nanocrystals from rice straw derived α -cellulose. *Materials Science for Energy Technologies*, 3, 328–334. <https://doi.org/10.1016/j.mset.2019.12.005>
- Trache, D., Tarchoun, A. F., Derradji, M., Hamidon, T. S., Masruchin, N., Brosse, N., & Hussin, M. H. (2020). Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications. In *Frontiers in Chemistry* (8). <https://doi.org/10.3389/fchem.2020.00392>
- United National Environment Programme. (2024). *Global Waste Management Outlook 2024: Beyond an age of waste - Turning rubbish into a resource*. Nairobi. <https://wedocs.unep.org/20.500.11822/44939>
- Vijayalekshmi, V., Vijayan, P. P., Dominic, C. M., & Thomas, S. (2022). Understanding the role of TEMPO-oxidized cellulose nanofiber on natural rubber latex nanocomposites. *Polymers from Renewable Resources*.13(3),136-153. doi:10.1177/20412479221122271
- Wahib, S. A., Da'na, D. A., & Al-Ghouti, M. A. (2022). Insight into the extraction and characterization of cellulose nanocrystals from date pits. *Arabian Journal of Chemistry*, 15(3), 103650. <https://doi.org/10.1016/J.ARABJC.2021.103650>
- Wang, Y., Zhang, Y., Cui, Q., Feng, Y., & Xuan, J. (2024). Composition of Lignocellulose Hydrolysate in Different Biorefinery Strategies: Nutrients and Inhibitors. In *Molecules* 29(10). <https://doi.org/10.3390/molecules29102275>

- Wrolstad Ronald E. (2001). Characterization and Measurement of Anthocyanins by UV-Visible Spectroscopy. In *Current Protocols in Food Analytical Chemistry*. <https://doi.org/10.1002/0471142913.faf0102s00>
- Xu, H., Sanchez-Salvador, J. L., Blanco, A., Balea, A., & Negro, C. (2023). Recycling of TEMPO-mediated oxidation medium and its effect on nanocellulose properties. *Carbohydrate Polymers*, 319, 121168. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2023.121168>
- Xu, K., Chen, Y., Du, G., & Wang, S. (2022). Preparation, Properties, and Advanced Functional Applications of Nanocellulose. DOI: 10.5772/intechopen.105807
- Yang, X., Han, F., Xu, Ch., J., Jian, S., Huang, L., Liu, L., Xia, Z. (2017). Effects of preparation methods on the morphology and properties of nanocellulose (NC) extracted from corn husk. *Industrial Crops and Products*, 109, 241–247. doi:10.1016/j.indcrop.2017.08.032
- Yoo, C. G., Meng, X., Pu, Y., & Ragauskas, A. J. (2020). The critical role of lignin in lignocellulosic biomass conversion and recent pretreatment strategies: A comprehensive review. *Bioresource Technology*, 301, 122784. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2020.122784>
- Zoghalmi, A., & Paës, G. (2019). Lignocellulosic Biomass: Understanding Recalcitrance and Predicting Hydrolysis. In *Frontiers in Chemistry*, 7. <https://doi.org/10.3389/fchem.2019.00874>
- Zhang, H., Chen, Y., Wang, S., Ma, L., Yu, Y., Dai, H., & Zhang, Y. (2020). Extraction and comparison of cellulose nanocrystals from lemon (*Citrus limon*) seeds using sulfuric acid hydrolysis and oxidation methods. *Carbohydrate Polymers*, 238. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116180>

IX. ANEXOS

ANEXO 1. Preparación de la muestra CMM

Figura 17

Coronta lavada y secada



Figura 18

Coronta seca en Molino IKA/M 20 para molienda



Figura 19

Tamizado y almacenamiento de la muestra en desecador



ANEXO 2. Análisis proximal de la muestra CMM

Figura 20

Determinación de humedad en estufa



Figura 21

Determinación de ceniza en mufla



Figura 22

*Determinación de extractivos en
baño maría*



Figura 23

Determinación de lignina



Figura 24

Determinación de celulosa



Figura 25

Determinación de holocelulosa



ANEXO 3. Extracción de antocianinas de CMM

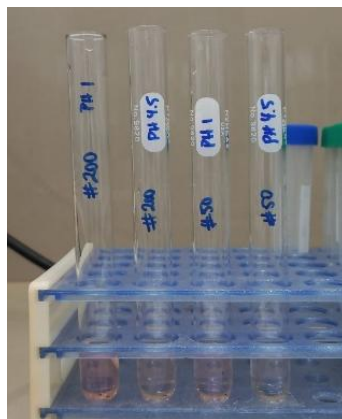
Figura 26

Extracción de antocianinas en estufa



Figura 27

Cuantificación de antocianinas en espectrofotómetro



ANEXO 4. Extracción de celulosa

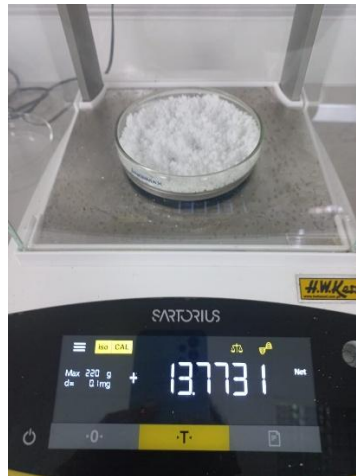
Figura 28

Harina de maíz morado después del tratamiento alcalino



Figura 29

Celulosa Blanqueada



ANEXO 5. Extracción de nanocelulosa

Figura 30

Gel de nanocelulosa refrigerada

