

PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE FIBRA TEXTIL A BASE DE CÁSCARA DE
NARANJA.

LAURA TATIANA ROMERO BERNAL

ANGIE ROCÍO VERGARA PINEDA

Proyecto Integral de Grado para optar al título de

INGENIERO QUÍMICO

Director

JAIME EDUARDO ARTURO CALVACHE

Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍA

PROGRAMA INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C

2023

NOTA DE ACEPTACIÓN

Ing.

Bogotá D.C, febrero 2023

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro.

DR. MARIO POSADA GARCÍA PEÑA

Consejero Institucional

DR. LUIS JAIME POSADA GARCÍA PEÑA

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

DRA. ALEXANDRA MEJÍA GUZMÁN

Vicerrector Administrativo y Financiero

DR. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretaria General

DR. JOSÉ LUIS MACÍAS RODRÍGUEZ

Decano Facultad de Ingeniería

DR. NALINY PATRICIA GUERRA PRIETO

Director de Programa de Ingeniería Química

DRA. NUBIA LILIANA BECERRA OSPINA

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

AGRADECIMIENTOS

Expresamos nuestros agradecimientos a la Fundación Universidad de América por prestarnos sus aulas durante nuestro proceso de formación como profesionales, a los profesores de la facultad y colegas que nos acompañaron en este camino.

Le damos las gracias a SENA- Tecnoparque por prestarnos sus instalaciones de laboratorio y orientarnos para la culminación de este proyecto.

DEDICATORIA

Agradezco a Dios por forjarme como la persona que soy, por haberme otorgado a la persona que más creyó en mí, mi mamá Claudia Bernal quien siempre estuvo brindándome su apoyo, cariño, amor incondicional para no rendirme y alcanzar mis metas, a mi abuela Tilcia Torres por estar presente en la noches donde ya no tenía fuerzas y con sus consejos me aliviaba, a mi hermano Carlos Mora por sacarme las risas más sinceras en las traspasadas, a la maravillosa y alegre Familia Bernal Torres quienes con sus chistes, risas, consejos, fiestas y unión familiar siempre me enseñaron a no dar un paso al costado a lucharla hasta el fin y a mis compañeros de facultad por brindarme su apoyo en este recorrido.

Finalmente dedico este trabajo a mi compañera de aventuras, risas, fiestas, chismes, polas, consejos y tesis Angie Vergara que más que ser una compañera es una amiga luchadora y lo demostró a lo largo de este trabajo, gracias por tú dedicación, persistencia y tus cuidados que sin ellos no hubiéramos llegado a la culminación de este camino.

Laura Tatiana Romero Bernal

Dedico la realización y culminación de esta etapa y este proceso especialmente a mi mamá Doris Pineda, quien ha sido un pilar fundamental en mi vida como persona y estudiante, siendo consejera, guía y amiga durante todo este proceso y la razón de la finalización de este nuevo logro.

A mis hermanos Juan Vergara y Cristina Vergara que me han acompañado estos años de crecimiento personal brindándome su apoyo incondicional, a mi tía Nubia Pineda ingeniera química, que es mi ejemplo a seguir profesionalmente y a toda mi familia. Agradezco a todos mis compañeros de la universidad que me ofrecieron su amistad y ayuda en todo el ámbito académico y a mi compañera de tesis Laura Romero por su paciencia en el desarrollo de este proyecto.

Angie Rocío Vergara Pineda

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	14
INTRODUCCIÓN	16
OBJETIVOS	19
1. GENERALIDADES	20
1.1 Naranja	20
<i>1.1.1 Morfología de la naranja</i>	20
<i>1.1.2 Variedades de naranja</i>	21
1.2 Fibra	22
<i>1.2.1 Fibra Textil</i>	22
<i>1.2.2 Fibras Naturales</i>	23
<i>1.2.3 Fibras Naturales Celulósicas</i>	23
<i>1.2.4 Composición de la Fibra</i>	23
1.3 Métodos de Extracción de Celulosa	25
<i>1.3.1 Método Kraft</i>	25
<i>1.3.2 Método soda</i>	26
<i>1.3.3 Método Santanocito</i>	26
<i>1.3.4 Obtención de fibra Lyocell:</i>	28
1.4 Hilado	30
<i>1.4.1 Métodos de Hilado de Celulosa</i>	30
1.5. Tipos de escalas en un proceso	31
<i>1.5.1. Escala Laboratorio</i>	31
<i>1.5.2. Escala Piloto</i>	31
<i>1.5.3. Escala Industrial</i>	32
2. CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA	
PROPUESTA	33
2.1. Propiedades fisicoquímicas de la naranja	33
<i>2.1.1 Humedad</i>	33

2.1.2	<i>Ceniza</i>	33
2.1.3	<i>Grasa</i>	33
2.1.4	<i>Fibra cruda</i>	34
2.1.5	<i>Proteína</i>	34
2.1.6	<i>Carbohidratos</i>	34
2.2	Preparación de la muestra	34
2.3	Evaluación de propiedades fisicoquímicas	35
2.3.1	<i>Cálculo de porcentaje de humedad</i>	35
2.3.2	<i>Cálculo de porcentaje de ceniza</i>	39
2.3.3	<i>Cálculo de porcentaje de grasa</i>	43
2.3.4	<i>Cálculo de porcentaje de fibra</i>	49
3.	PROCESO DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA	55
3.1.	Procedimiento y resultados	55
3.1.2.	<i>Descripción de equipos necesarios para el procedimiento:</i>	56
3.2.	Preparación de la muestra y materiales	56
3.3	Proceso de Digestión	57
3.3.1.	<i>Preparación NaOH 20% p/v</i>	57
3.3.2	<i>Preparación licor de digestión</i>	58
3.3.3	<i>Mezcla</i>	58
3.3.4	<i>Filtración licor de digestión</i>	59
3.4	Blanqueamiento de celulosa	60
3.5	Filtración celulosa	61
3.6	Maduración de celulosa	61
3.7	Cálculo de alfa celulosa	64
3.7.1	<i>Reflujo</i>	65
4.	EVALUACIÓN PROCESO DE HILADO A NIVEL LABORATORIO	69
4.1	Procedimiento	69

4.2 Preparación y precipitación del sulfato de cobre	70
4.3 Adición de amoníaco al carbonato de cobre	70
4.4 Adición de la celulosa obtenida	71
4.5 Preparación de baño ácido	71
4.6 Extrusión viscosa obtenida en baño ácido	71
5. DIAGRAMAS DE PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE FIBRA TEXTIL	75
5.1 Descripción del proceso	75
5.2 Diagramas de proceso	76
5.2.1 <i>Diagramas de bloques</i>	76
5.2.2 <i>Diagrama PFD</i>	76
5.3 Balance de masa	84
6. CONCLUSIONES	86
BIBLIOGRAFIA	87
ANEXOS	92

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Partes de la naranja	21
Figura 2. Diagrama de flujo del método Kraft para extracción de celulosa	25
Figura 3. Diagrama de flujo del método soda	26
Figura 4. Diagrama de flujo método santanocito	27
Figura 5. Diagrama de flujo método Lyocell	28
Figura 6. Método Lyocell	29
Figura 7. Muestras iniciales de naranja	35
Figura 8. Diagrama de flujo para la determinación de porcentaje de humedad	36
Figura 9. Secado cáscaras de naranja	38
Figura 10. Muestras de cáscaras secas y molidas	39
Figura 11. Diagrama de flujo para la determinación de porcentaje de ceniza	40
Figura 12. Muestras calcinadas de naranja tipo valencia	41
Figura 13. Muestras calcinadas de naranja tipo tangelo	42
Figura 14. Diagrama de flujo para determinar el porcentaje de grasa	45
Figura 15. Montaje equipo soxhlet	46
Figura 16. Separación en rota evaporador	47
Figura 17. Grasa extraída	47
Figura 18. Diagrama de flujo para la determinación de porcentaje de fibra	50
Figura 19. Método de digestión ácida	51
Figura 20. Filtración al vacío de filtrado de la digestión ácida	51
Figura 21. Calcinación en la mufla de muestras	52
Figura 22. Gráfico propiedades de la naranja tipo valencia y tangelo	53
Figura 23. Diagrama de flujo para la extracción de celulosa	55
Figura 24. Reactivos y materiales	57
Figura 25. Montaje proceso de Digestión NaOH-Muestra	59
Figura 26. Montaje equipo de filtración al vacío	60
Figura 27. Blanqueamiento del filtrado	60

Figura 28. Celulosa blanqueada húmeda	61
Figura 29. Viscosa obtenida sin madurar	62
Figura 30. Celulosa viscosa obtenida seca en etapa de maduración	63
Figura 31. Viscosa obtenida madurada	63
Figura 32. Diagrama de flujo para la determinación de alfa celulosa	64
Figura 33. Reflujo para la determinación de alfa celulosa	66
Figura 34. Muestras de alfa celulosa secas	66
Figura 35. Diagrama de flujo para hilado celulosa	69
Figura 36. Adición de bicarbonato de sodio a sulfato de cobre	70
Figura 37. Adición de amoniacó al 25% al sulfato de cobre	71
Figura 38. Hilado de viscosa obtenida	72
Figura 39. Remoción de iones de cobre	72
Figura 40. Hilo blanco obtenido en baño ácido	73
Figura 41. Muestras de hilo obtenido seco	73
Figura 42. Hilo más largo obtenido a partir de cascara de naranja tangelo	74

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Tipos de naranja manipuladas	22
Tabla 2. Estructura química componentes de la celulosa	24
Tabla 3. Cuadro comparativo de los 4 métodos de extracción de celulosa	29
Tabla 4. Cuadro comparativo de los 4 métodos de hilado	31
Tabla 5. Cuadro explicativo tipos de escala en un proceso	32
Tabla 6. Datos tomados en el laboratorio para el cálculo de humedad de la naranja tipo valencia	37
Tabla 7. Datos tomados en el laboratorio para el cálculo de humedad de la naranja tipo tangelo	38
Tabla 8. Resultados para el cálculo de porcentaje de ceniza naranja tipo valencia	42
Tabla 9. Resultados para el cálculo de porcentaje de ceniza naranja tipo tangelo	43
Tabla 10. Datos para la determinación del porcentaje de grasa para la naranja tipo valencia	48
Tabla 11. Datos para la determinación del porcentaje de grasa para la naranja tipo tangelo	48
Tabla 12. Resultados de porcentaje de fibra para naranja tipo valencia	52
Tabla 13. Resultados de porcentaje de fibra para naranja tipo Tangelo	53
Tabla 14. Resultados promedio de las características fisicoquímicas calculadas	53
Tabla 15. Datos para el cálculo de NaOH requerido	58
Tabla 16. Resultados de alfa celulosa obtenidos para naranja tipo valencia	67
Tabla 17. Resultados de alfa celulosa obtenidos para naranja tipo Naranja	67
Tabla 18. Resultados promedios alfa celulosa	68
Tabla 19. Balance de masa. Zona 1: Tratamiento de materia prima	84
Tabla 20. Balance de masa. Zona 2: Extracción de celulosa	84
Tabla 21. Balance de masa. Zona 3: Hilado de celulosa	85

RESUMEN

En el presente documento se expone una forma de obtención de fibra textil a partir de residuos de cáscara de naranja, esta propuesta se realiza debido a la búsqueda de alternativas amigables con el medio ambiente ante la actual situación de contaminación proveniente del sector textil a nivel nacional y mundial haciendo uso de desperdicios orgánicos que no son reutilizados y por el contrario son desechados en los suelos causando el deterioro de los mismos, por tal motivo se opta por el uso de cáscara de naranja desechada por pequeñas y grandes industrias que usan la naranja para bebidas, además la cáscara de esta fruta contiene en su composición un contenido apreciable de fibra indicada para poder producir a partir de ella fibra textil.

Se tomaron los dos tipos de naranja más comunes en Colombia, naranja tipo valencia y naranja tipo tangelo, a cada clase de cáscara se le realizó una caracterización fisicoquímica (porcentaje de humedad, ceniza, grasa y fibra), con el fin de compararlas. Los resultados obtenidos mostraron que la naranja tipo valencia tiene más contenido de humedad y fibra (67,8% y 9,6% respectivamente) en comparación con la naranja de tipo tangelo (56,2% y 8,7% respectivamente), mientras que esta última mostró un mayor contenido de ceniza y grasa (4,8% y 3,3%) frente a la naranja tipo valencia (0,9% y 1,6%).

Con las cáscaras desengrasadas de ambas clases de naranja se procedió a realizar la extracción de celulosa haciendo uso del método sosa, este último consta de remover la celulosa por medio de una digestión con NaOH al 20% en una relación 1:7 con la materia prima, la reacción se realizó durante 2 horas a agitación constante y temperatura controlada de 90°C, posteriormente se filtró y el contenido sólido traspasado se sometió a un blanqueamiento con peróxido de hidrógeno al 50% por 24 horas, para ser filtrado nuevamente y secado a temperatura ambiente consiguiendo así la celulosa a partir de los dos tipos de cáscaras.

Una vez la celulosa estuvo seca, se realizó la maduración de la misma con NaOH al 18% y sulfuro de carbono (CS₂), dejándose madurar durante 72 horas para obtener así fibras celulósicas secas similares a la de un algodón. A estas fibras se les calculó el porcentaje de alfa celulosa presente por medio del método de Kurschner y Hoffer el cual dio como resultado que la celulosa extraída y madurada de la naranja valencia tiene un contenido de 45,5% de alfa celulosa mientras que la naranja tangelo tiene un contenido de 37,8% de alfa celulosa.

Para obtener la fibra textil, se usó el método de hilado de celulosa de rayón cuproamónico, en donde a partir de amoníaco al 30% y carbonato de cobre se consigue una solución de azul intenso, que al agregar la celulosa madurada obtenida se diluía totalmente aumentando su viscosidad, esta nueva solución se extruyó en ácido sulfúrico al 5% y se mantuvo allí hasta que la solución extruida se tornó totalmente blanca, el hilo en el baño ácido se separó, se lavó con agua destilada y por último se dejó secar a temperatura ambiente.

Finalmente, se propuso un diagrama BFD y PFD para el proceso de obtención de fibra textil, haciendo además un balance de materia, el cual muestra que se obtienen 2,69 kg de fibra a partir de 3kg de residuos de cáscara de naranja. En estos diagramas se presentaron las condiciones de operación, las materias primas y equipos requeridos para todo el proceso.

Palabras claves: Celulosa, fibra textil, extracción de celulosa, cáscara de naranja, método soda, hilado de celulosa.

INTRODUCCIÓN

La fabricación de textiles es la segunda industria más contaminante después de la petrolera, debido a la cantidad de agua usada por prenda y de tintes nocivos que desembocan en aguas limpias, sumado a que la demanda y consumo que ha generado la industria de la moda haya aumentado alrededor del mundo. “La industria de la moda es responsable del 10% de las emisiones mundiales, no solo eso, los impactos de la industria textil - sobre todo aquella relacionada a la “moda rápida”- se traducen en más de 92 millones de toneladas de desechos producidos por año y 1,5 billones de litros de agua consumidos” [7].

En Colombia el crecimiento de la industria se ha mantenido estable en los últimos cinco años (hasta 2018) a pesar del aumento en la demanda, impuesto en los últimos años por la tendencia de moda conocida como “fast-fashion”, la cual se ha suplido con la importación de productos textiles. Sin embargo, en términos de su impacto ambiental es preocupante que, de las 829 empresas registradas, solo el 33% elabora informes de sostenibilidad, denotando su responsabilidad socioambiental [1].

Además, según la revista Caracol Radio, en 2021 menos de un 5 % de los desechos textiles se reciclan en el país, actualmente impactan los recursos hídricos, la calidad del aire y el ambiente en general [6]. Esta alarmante representa un reto y una necesidad de innovación amigable con el medio ambiente en el sector textil, es así que en Colombia varias empresas, se han unido a la tendencia de moda sostenible en donde desde las materias primas hasta el producto final, reducen el consumo de agua, utilizando fibras de botellas recicladas, con iniciativas de economía circular, entre otras, sin embargo, Liliana Mejía, abogada y experta en sostenibilidad, explica que en el país las compañías del sector entraron a la conversación respondiendo a una tendencia y no como un paradigma ético [2]. Sin embargo, los métodos sostenibles en cualquier proceso son muy importantes en estos días en donde el calentamiento global representa una fuerte amenaza para la vida en todo el planeta. Ante esta situación las industrias buscan principalmente disminuir las emisiones de dióxido de carbono en la atmósfera y gases de efecto invernadero.

Innovaciones como las fibras textiles a partir de botellas recicladas son una muy buena alternativa ya que se obtienen a partir de desechos que van a vertederos de basura. Dado que las fibras para textiles son polímeros que tienen una alta cantidad de celulosa en su composición se pueden obtener fibras naturales a base de alguna materia prima orgánica con alto valor de

celulosa, dicha materia orgánica para que represente sostenibilidad debe tratarse de algún desecho.

A nivel nacional, “Según Benítez, la industria colombiana desecha de 15 a 25 toneladas semanales de cáscara de naranja para la producción de jugos cítricos, las cuales actualmente están siendo dispuestas a los rellenos sanitarios generando gases de efecto invernadero al aire que contribuyen al calentamiento global” [3].

Si bien Á. M. Trujillo, señala que, los residuos orgánicos no tienen efectos significativos, ha habido un crecimiento colosal en la generación de basura a causa del consumo desorbitado y mal manejo de las basuras pues en la ciudad de Bogotá se generaron (hasta 2018) al menos 6300 toneladas de basura siendo gran parte de ellas desechos orgánicos que afectan directamente el agua y generan lixiviados, que también afectan el suelo [5].

Con el fin de solucionar esta problemática tanto en la industria textil colombiana como en el sector de desechos orgánicos, se propone la producción de una fibra textil a partir de las cáscaras de naranjas desechadas, en donde se evaluarán los distintos tipos de extracción de celulosa y de hilado de la misma. Obteniendo así un panorama de opciones para reducir el impacto ambiental que genera la producción de textiles sintéticos y lograr el aprovechamiento de la cáscara de naranja como desecho.

«MADE-BY, organización europea de moda sostenible, elaboró un listado de las fibras más respetuosas con el ambiente para confeccionar ropa. En este trabajo, uno de los indicadores fue la huella de carbono generada por los materiales. De acuerdo con esta publicación, la camiseta que menos emisiones de efecto invernadero genera a lo largo de su ciclo de vida es la elaborada con algodón ecológico generando 3,09 kilos de CO₂. Según este trabajo de Anvil, la siguiente con menos emisiones es la fabricada a partir de botellas de plástico PET (3,29 kg CO₂), luego la de algodón convencional (3,87 kg CO₂) y finalmente la de algodón reciclado (3,99 kg CO₂)» [8]

Concluyendo así que los textiles a base de fuentes naturales son una opción viable, responsable y sostenible puesto que una camiseta poliéster puede llegar a emitir hasta 5,5 kg de CO₂ [8].

Se realiza este proyecto investigativo, para la innovación en el sector textil colombiano haciendo un aprovechamiento de materias primas orgánicas, como la cáscara de naranja, que van a vertederos de basura en el país generando gases contaminantes. Se estudia la posibilidad de implementar fibras textiles biodegradables en Colombia con el fin de ayudar al desarrollo sostenible en este sector industrial y del país.

OBJETIVOS

Objetivo General

Producir fibra textil usando desechos de cáscara de naranja por medio de extracción e hilado de celulosa.

Objetivos Específicos

- a) Identificar las propiedades fisicoquímicas de la materia prima propuesta.
- b) Extraer celulosa por unidad de materia prima en el laboratorio.
- c) Evaluar el método de hilado de celulosa a nivel laboratorio.
- d) Proponer un diagrama de procesos BFD y PFD para la obtención de fibra textil.

1. GENERALIDADES

En este capítulo se mencionan las generalidades de la naranja en cuanto a sus clases, indicando sus partes su composición, y los dos tipos de naranja más cultivados en Colombia, tratándose de la naranja tipo valencia y tangelo. También se muestra los distintos métodos para extraer el contenido de celulosa existente en la cáscara de naranja y de hilado son descritos en esta sección teniendo en cuenta sus ventaja y desventajas.

1.1 Naranja

1.1.1 *Morfología de la naranja*

La naranja es la fruta cítrica del naranjo (*Citrus aurantium*). “Es un hesperidio de tamaño y color variable con la especie y la variedad, al igual que su forma, que puede ser oval, piriforme, esférica achatada, o no. La corteza es gruesa, indehisciente, con la superficie externa más o menos lisa o rugosa y cuyo color depende en gran medida de la temperatura a la que se desarrolla” [19].

Están conformados por las siguientes partes:

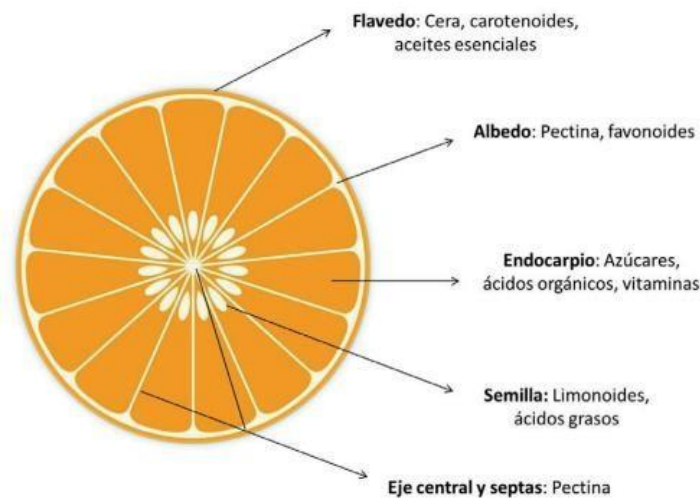
1.1.1.a El exocarpo o flavedo. Este es conocido como la cáscara de la naranja. Está formado por una epidermis e hipodermis, que es de color verde cuando aún no está madura, y color naranja cuando ya está en su punto de maduración. Esta parte está compuesta de pequeñas vesículas que contienen aceites esenciales, que se utilizan principalmente para realizar perfumes y aromatizantes [19].

1.1.1.b Mesocarpo o albedo. Esta parte también forma parte de la cáscara de la naranja. Su aspecto es esponjoso y de color blanco. Es la parte de la naranja que contiene más pectinas y glucósidos [19].

1.1.1.c. Endocarpo. Región más interna y está constituida por lóculosa que contienen las vesículas de zumo, formadas por un cuerpo de células completamente vacuolizadas y un pedúnculo que las mantiene unidas a la epidermis dorsal de los carpelos y limitadas lateralmente por los septos [19].

Figura 1.

Partes de la naranja.



Nota. La figura 1 señala las partes de la naranja con sus nombres y de qué están compuestas cada una de sus partes. Tomado de: Cítricos: Cultivo, Poscosecha e Industrialización (Capítulo 12) por J. Londoño Londoño, J. Sierra, R. Álvarez, A.M. Restrepo Duque, C.P. Passaro Carvalho. 2012. Caldas, Colombia.

1.1.2 Variedades de naranja

De acuerdo al manual, “Naranja (*Citrus sinensis* [L.] Osbeck): Manual de recomendaciones técnicas para su cultivo en el departamento de Cundinamarca (2021)”, los tipos de naranja más cultivadas en Colombia son las naranjas de ombligo o tangelo que pertenecen al grupo Navel y la variedad valencia del grupo blanca o redondo [19].

1.1.2.a. Naranja valencia. “Es la variedad de naranja dulce más cultivada en las regiones citrícolas del mundo al igual que en Colombia, siendo las regiones subtropicales las responsables de más del 85% de la producción mundial” [20]. Además, este fruto es de tamaño mediano, corteza un tanto gruesa, dura y coriácea su superficie es lisa y cada fruto contiene menos de seis semillas. Su madurez tardía hace que sea de óptimo uso en la industria de jugos [14].



1.1.2.b. Naranja tangelo. Según la revista Orinoquía 2007, el tangelo ‘Minneola’ proviene de un cruzamiento de la mandarina Dancy (*Citrus reticulata* Blanco) por toronja Duncan (*Citrus paradisi* Macfad) [17], denominado como híbrido.

«La principal característica del Tangelo es su elevado contenido de líquido, con un sabor entre

la mandarina y la naranja. Siendo de gran consumo por su gran aporte de Vitamina C. Su aspecto físico suele presentarse en forma alargada, con un color anaranjado profundo, bajo contenido de semillas y de cáscara granulosa, en resumen, su morfología se asemeja a la de una pera» [18]

Tabla 1.

Tipos de naranja.

Naranja Valencia	Naranja Tangelo
	
<p>Fuente: Mercados Campesinos. "Naranja Valencia". [En línea]. Disponible: https://www.mercadoscampesinos.gov.co/tienda/frutas/naranja-valencia-2/</p>	<p>Fuente: "Tangelo Cítricos, variedades, producción, estacionalidad. [En línea]. Disponible: https://www.libertyprim.com/es/lexique-familles/463/tangelo-lexique-des-citricos.htm.</p>

Nota. La tabla 1 muestra las imágenes de los dos tipos de naranja más cultivados en Colombia.

1.2 Fibra

Unidad básica de la estructura de un textil [10].

1.2.1 Fibra Textil

El ministerio de comercio, industria y turismo colombiano en la resolución 1950 de 2009 denominó la fibra textil como: «Materiales compuestos de filamentos y susceptibles de ser usados para formar hilos o telas, bien sea mediante tejido o mediante otros procesos físicos o químicos. Pueden ser de origen natural entre estas la vegetal (de fruto, tallo, hoja, ejemplo algodón, lino yute), animal (de lana, pelos, seda, ejemplo merino, cabra) y mineral (ejemplo amianto, asbesto), las semisintéticas (por ejemplo, la viscosa), y las sintéticas (poliésteres (PES), PA6, PA66)» [12].

1.2.2 Fibras Naturales

Las fibras naturales se han definido como aquellas que se presentan como tales en forma natural. Tradicionalmente se dividen como fibras de origen animal (provenientes del pelo animal o de una red o malla extruida), vegetal (provenientes de las hojas, las semillas o el tallo) y mineral [10].

1.2.3 Fibras Naturales Celulósicas

“Las fibras celulósicas naturales se presentan en la naturaleza como parte integral de algunas plantas. El término celulósica describe la composición química de estas fibras” (Santacruz, 2001) [10].

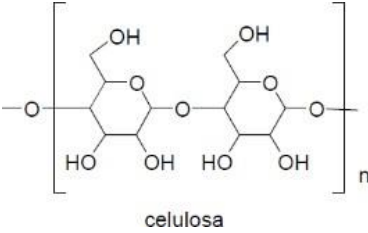
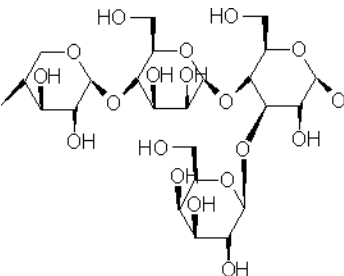
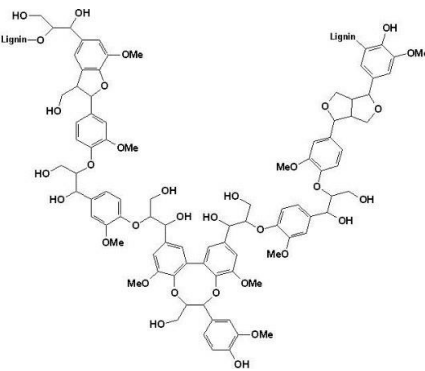
1.2.4 Composición de la Fibra

1.2.4.a. Celulosa. “La celulosa es un polímero lineal polidisperso cuyas moléculas se encuentran a menudo en forma fibrilar debido a sus potentes enlaces de hidrógeno intermoleculares” [9].

1.2.4.b. Hemicelulosa. Las hemicelulosas son heteropolisacáridos de pared celular que no contienen ni celulosa ni pectina, son varios polímeros que varían en la composición de monosacáridos y enlaces glucosídicos, patrón de sustitución y grado de polimerización, las hemicelulosas tienen un fuerte efecto sobre las interacciones entre las microfibrillas de celulosa [21].

1.2.4.c. Lignina. “La lignina es un polímero fenólico natural que confiere rigidez a la pared celular de las plantas, es esencial, junto con la celulosa, para el soporte mecánico de tallos, ramas y hojas. La lignina nativa suele contener 11 fragmentos monómeros, su conformación molecular básica es un polímero tridimensional del grupo 4-hidroxi-4-metoxi-fenilpropano” [13].

Tabla 2.*Estructura química componentes de la celulosa.*

Celulosa	Hemicelulosa	Lignina
 <p style="text-align: center;">celulosa</p>		
Polímero líneal polidisperso	Heteropolisacárido	Polímero fenólico natural
<p>Fuente: "Tecnología de la celulosa. La industria papelera". por A. Sanz Tejedor. [En Línea]. Disponible en: https://www.eii.uva.es/orgánica/qoi/tema-03.php.</p>	<p>Fuente: "Visión general del aprovechamiento de residuos cítricos como materia prima de biorrefinerías" Por: A. Gómez Manrique</p>	<p>Fuente: "Monolignol Ferulate Transferase Introduces Chemically Labile Linkages into the Lignin Backbone. Science" 2014</p>

Nota: La tabla 2 muestra la estructura química de los 3 principales componentes de la celulosa

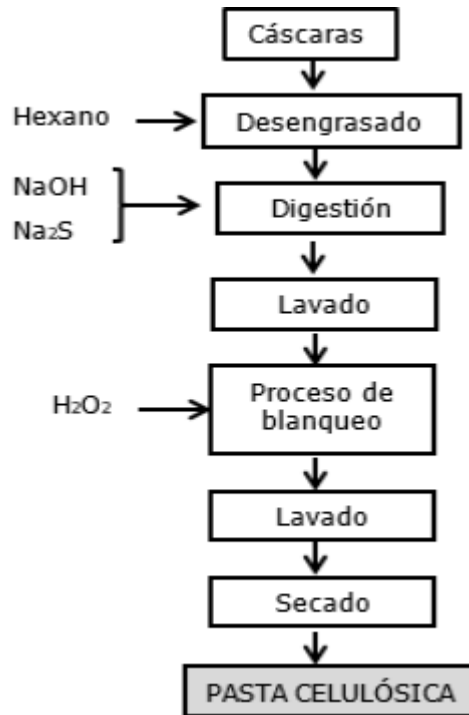
1.3 Métodos de Extracción de Celulosa

1.3.1 Método Kraft

Este proceso es muy conocido industrialmente, entre sus ventajas se encuentra que no es selectivo con la materia prima y sus tiempos de cocción son bajos. Se trata de la extracción de celulosa por medio de una cocción en una solución alcalina de sulfuro de sodio (Na₂S) e hidróxido de sodio (NaOH), esta solución es conocida como licor de cocción, y al agotarse contiene elementos no celulósicos es llevado a un tratamiento de recuperación para ser reutilizado [4].

Figura 2.

Diagrama de flujo del método Kraft para extracción de celulosa.



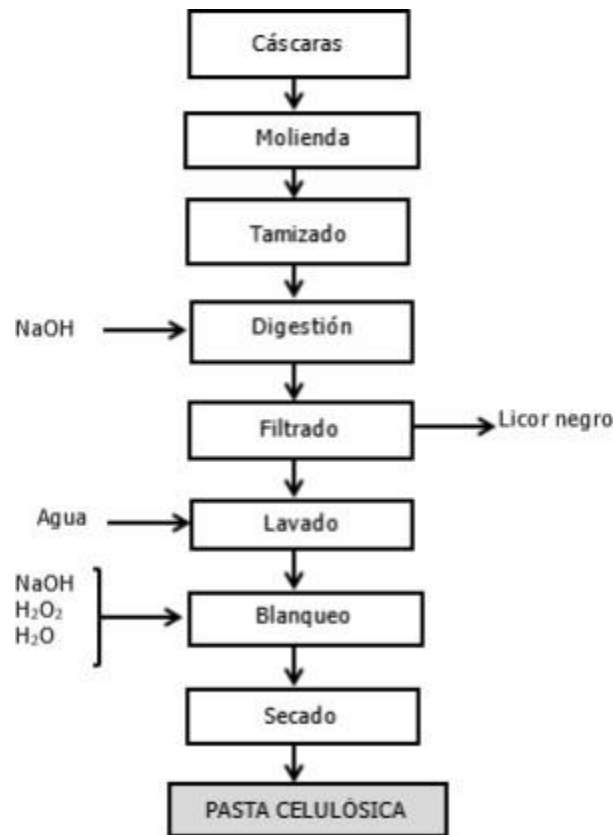
Nota: La figura 2 muestra el diagrama de flujo que se emplea para la extracción de celulosa por el método Kraft. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”. 2019.

1.3.2 Método soda

“Se acondiciona la materia prima que consiste en la extracción de aceites esenciales, secado, triturado y tamizado. Luego, se procede a la digestión donde el hidróxido, mediante reacciones de naturaleza hidrolíticas, consigue extraer de la cáscara los constituyentes no celulósicos conformando un efluente oscuro” (Guarnizo, 2016) [4].

Figura 3.

Diagrama de flujo del método soda.



Nota: La figura 3 muestra el diagrama de flujo que se emplea para la extracción de celulosa por el método soda. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”. 2019.

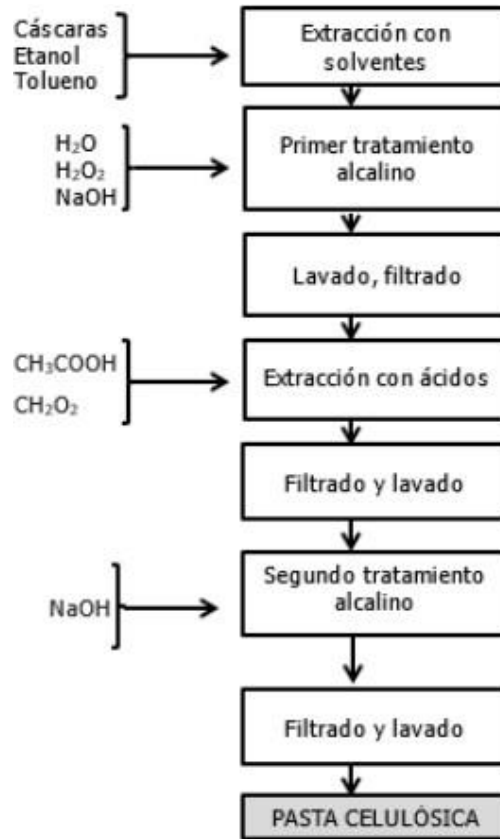
1.3.3 Método Santanocito

«Para la extracción de la celulosa mediante este proceso, la cáscara se trata en una solución formada por etanol y tolueno para extraer la cáscara. Al sólido libre de cáscara se le añade agua destilada y H₂O₂; la suspensión resultante se calienta y se le ajusta el pH neutro con NaOH en continua agitación mecánica. El sólido se filtra a temperatura ambiente y se lava con agua destilada hasta que el pH del filtrado sea neutro, finalmente se lava con acetona y se seca con aire a temperatura constante. Luego, el material es tratado con una solución de ácido fórmico (CH₂O₂), ácido acético (CH₃COOH) y H₂O₂. La suspensión se calienta con agitación magnética, se filtra a temperatura ambiente, se lava con agua hasta un pH neutro y luego con acetona posteriormente, se seca con aire. Finalmente se añade una solución de NaOH y se

calienta con agitación, después se enfría, se filtra y se lava hasta un pH neutro con agua destilada, luego con acetona y se seca con aire» (Subramanian Senthilkannan, M., 2017) [4].

Figura 4.

Diagrama de flujo método Santanocito.



Nota: La figura 4 muestra el diagrama de flujo que se emplea para la extracción de celulosa por el método Santonocito. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”.2019

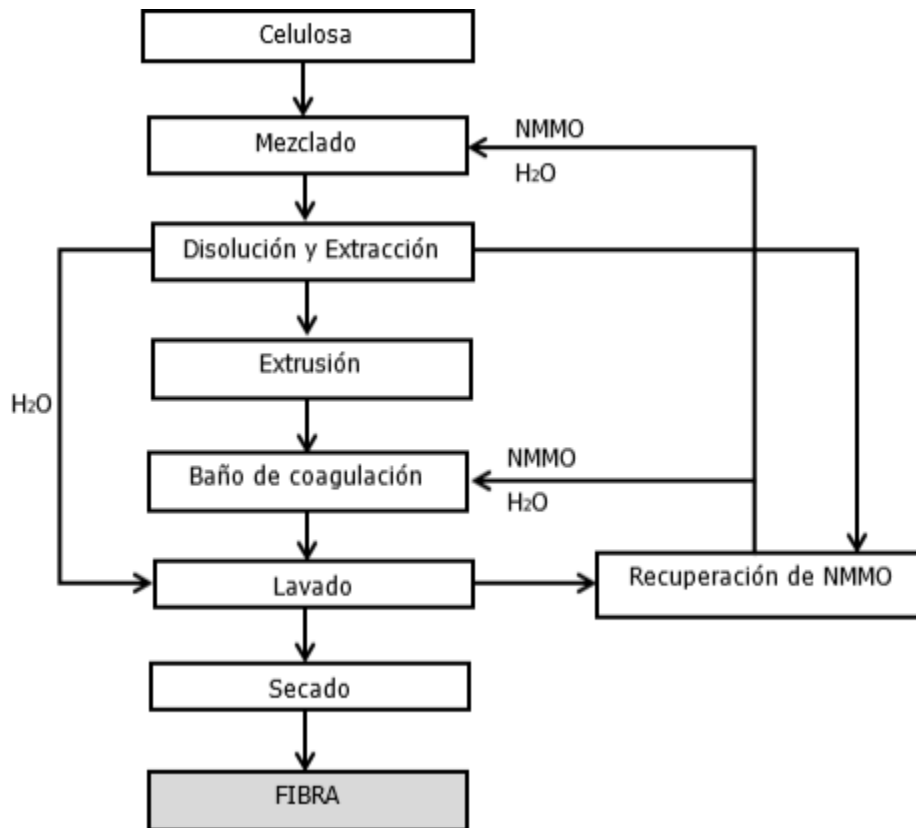
1.3.4 Obtención de fibra Lyocell:

Las fibras tipo Lyocell son fibras textiles manufacturadas a partir de la celulosa, se produce a partir de un desarrollado proceso de hilado con un disolvente orgánico llamado N-óxido de N-metilmorfolina (NMMO). Este proceso consta de tres etapas, la disolución de celulosa, hilatura y posterior tratamiento de las fibras y la recuperación del disolvente y reciclado [4].

“Cuando el solvente está caliente, disuelve la celulosa y produce una solución muy clara y viscosa que se filtra, se hila en un baño de coagulación que contiene una solución diluida de disolvente. El baño de coagulación elimina el óxido de amina de las fibras, que se lavan y se secan; el disolvente eliminado se regenera para ser reutilizado” [25].

Figura 5.

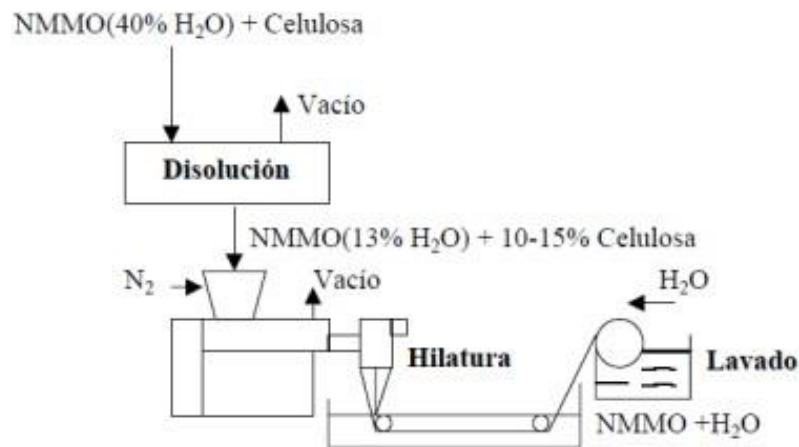
Diagrama de flujo método Lyocell.



Nota: La figura 5 muestra el diagrama de flujo que se emplea para la extracción de celulosa por el método Lyocell. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”. 2019.

Figura 6.

Método Lyocell.



Nota: La figura 6 muestra la descripción grafica que se emplea para la extracción de celulosa por el método Lyocell. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”.2019

Tabla 3.

Cuadro comparativo de los 4 métodos de extracción de celulosa.

Extracción de Celulosa				
Método	Kraft	Soda	Santanocito	Lyocell
Ventajas	Muy conocido industrialmente. Tiempos de cocción bajos	Simple en cuanto a instalaciones, insumos y equipos.	Esta ideado especialmente para cascaras de cítricos. Utiliza productos poco contaminantes	Involucra un único solvente por lo que prácticamente es un proceso físico. Involucra pocas etapas.
Desventajas	Altamente contaminante y costoso. Involucra numerosas etapas y equipos.	Se obtiene un efluente alcalino por lo que requiere tratamiento de efluente.	Proceso complejo en cuanto a la cantidad de etapas, insumos y equipos requeridos.	Solvente difícil de conseguir

Nota: La tabla 3 muestra las ventajas y desventajas de los 4 métodos que se emplean para la extracción de celulosa. Fuente: A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, “Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos”. 2019.

1.4 Hilado

Según el informe de la determinación del potencial técnico y económico de URE para el sector textil colombiano: “El hilado es el proceso mediante el cual la fibra se convierte en hebra o hilo. Se lleva a cabo después de la preparación inicial de la fibra y consiste en lograr la tensión y torsión de las fibras hasta obtener la hebra, la cual se enrolla en carretes, bobinas, conos u otras bases de soporte adecuadas” [10].

1.4.1 Métodos de Hilado de Celulosa

1.4.1.a. Extrusión. “La operación o procedimiento de extrusión es la acción de forzar el paso de un plástico o material fundido, por medio de presión, a través de un dado o boquilla” (Gómez y Gutiérrez, 2007) [11].

1.4.1.b. Hilatura por chorro de aire. La hilatura por chorro de aire aplica la torsión mediante un vórtice giratorio de aire comprimido, ofrece una alta productividad y un bajo costo debido a su alto rendimiento y a la eliminación de fases de elaboración [16].

1.4.1.d. Hilatura de Viscosa. El proceso de viscosa o seda artificial, es el proceso de solución-hilatura más conocido, la pulpa de celulosa se transforma en xantato de celulosa soluble en donde se produce tritocarbonato de sodio, mediante alcalinización con NaOH y una reacción posterior con sulfuro de carbono el cual posteriormente, se precipita en un baño de coagulación con ácido sulfúrico (H_2SO_4), que también contiene una sal de sulfato de zinc ($ZnSO_4$) [4].

1.4.1.e. Hilatura de rayón cuproamónico. Este proceso consta de preparar el reactivo Schweitzer que se prepara a partir de la reacción de una disolución acuosa de amoníaco con sulfato de cobre sólido, dicho reactivo es una base fuerte y reacciona con las cadenas de celulosa dando como resultado un complejo de cobre soluble en agua, que permite su hilado. La viscosa obtenida se trata con ácido sulfúrico en baja concentración para la regeneración de celulosa, la cual recibe como nombre rayón cuproamoniacal. [22]

Tabla 4.*Cuadro comparativo de los 4 métodos de hilado.*

Hilado de Celulosa				
Método	Viscosa	Rayón cuproamónico	Chorro de aire	Extrusión
Ventajas	Muy conocido y utilizado industrialmente.	Fácil de elaborar. Hilos con diámetros menores al de viscosa.	Hilo con baja vellosidad. Mayor elongación en su procesamiento.	Maquinaria con material resistente a los ácidos y álcalis.
Desventajas	Altamente contaminante. Involucra muchas etapas y reactivos.	Contaminante.	Difícil acceso a la maquinaria.	Alto costo de maquinaria.

Nota: La tabla 4 muestra las ventajas y desventajas de 4 métodos que se llevan a cabo para el hilado de celulosa.

1.5 Tipos de escalas en un proceso

1.5.1 Escala Laboratorio

El laboratorio constituye la unidad primaria de investigación en la que queda determinado el proceso y se establecen las condiciones bajo las cuales se obtienen los mejores resultados. El laboratorio confirma o rechaza las hipótesis obtenidas del conocimiento previo y de la literatura. Se obtienen datos que contribuyen a enriquecer la información sistematizada, que constituye la base para el trabajo a escala de banco y/o planta piloto [30].

1.5.2 Escala Piloto

Los estudios de escala piloto ayudan para el cambio de escala en muchos procesos, sin embargo, poseen un alto costo y la decisión de su realización debe estar subordinada a factores como tipo de proceso, nivel de formación disponible y tamaño propuesto para la unidad industrial [30].

1.5.3 Escala Industrial

Establece además de una prueba de validación de las experiencias precedentes, sino también enriquece la información ingenieril disponible y los modelos matemáticos formulados y brinda información para el mejoramiento de equipos y optimización del proceso productivo [30].

Tabla 5.

Cuadro explicativo tipos de escalas en un proceso.

	Escala laboratorio	Escala Piloto	Escala Industrial
Objetivo	Revela la esencia de los fenómenos que ocurren en los procesos y los pasos controlantes o críticos en las operaciones, verificar hipótesis de modelos matemáticos y aportar información para cálculos y diseños de ingeniería.	Evalúa la factibilidad de un proceso tecnológico, obtiene la información para el diseño de una planta comercial y cantidades de productos con fines de ensayo o promoción.	Enriquece la información ingenieril disponible y los modelos matemáticos formulados y brinda información de gran valor para el perfeccionamiento de equipos

Nota. La tabla 5 muestra el objetivo de cada tipo de escala en un proceso. Tomado de: en base a: "Hacia una definición de fibra alimentaria" por O. E. García Ochoa, R. B. Infante y C. J. Rivera. 2008

2. CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA DE LA MATERIA PRIMA

PROPUESTA

En el presente capítulo se muestra la descripción y elaboración en el laboratorio para la caracterización fisicoquímica de cáscara de naranja de tipo valencia y tangelo, las propiedades fisicoquímicas determinadas en este capítulo fueron, porcentaje de humedad, porcentaje de ceniza, porcentaje de grasa y porcentaje de fibra, adicionalmente se hizo uso de las normas “Métodos no oficiales de análisis de alimentos” (A.O.A.C, 1990), la NTC la Norma técnica colombiana 668. “Alimentos y materias primas. Determinación de los contenidos de grasa y fibra cruda” y la norma ISO 6865:2000 “Método con filtración intermedia para la determinación del contenido en fibra bruta”. La naranja de tipo tangelo presentó un menor porcentaje de humedad (en promedio 56%) que la naranja tipo valencia (en promedio 68%), la naranja tiene un mayor porcentaje de ceniza (en promedio 4,8%) en comparación con la valencia (en promedio 1,6%).

2.1 Propiedades fisicoquímicas de la naranja

Los principales componentes de mayor importancia a analizar en alimentos son: humedad, grasa, proteínas, cenizas y carbohidratos [28]. Se tiene también en cuenta el porcentaje de fibra ya que este contenido es el que indicará la cantidad de fibra textil que pueda ser extraída.

2.1.1 Humedad

Cantidad de agua que se encuentra en un alimento, esta garantiza la calidad de los alimentos en diversas industrias, el cálculo de humedad en alimentos permite conservar la adecuada humedad de algunos productos, ya que en algunas circunstancias el máximo contenido admisible puede estar regulado por leyes sobre alimentación [26].

2.1.2 Ceniza

El porcentaje de ceniza representa la cantidad de materia inorgánica de la muestra, se obtiene al incinerar la materia seca al destruir la materia orgánica [27].

2.1.3 Grasa

El contenido de "grasa" se puede considerar como compuesto de lípidos "libres", o sea aquéllos que pueden ser extraídos por disolventes menos polares como éter de petróleo [28]

2.1.4 Fibra cruda

Son todas las sustancias orgánicas no nitrogenadas, que no se disuelven tras hidrólisis sucesivas; una en medio ácido y otra en medio alcalino. El principal componente de la fibra cruda es la celulosa (90%), hemicelulosas y lignina, estos componentes, conforman en su mayoría la fracción insoluble de la fibra [29].

2.1.5 Proteína

Contenido de proteína o aminoácidos individuales en la muestra de un alimento [28]

2.1.6 Carbohidratos

Cantidad de azúcar en una muestra de alimento.

Las propiedades fisicoquímicas determinadas durante esta sección serán porcentaje de humedad, ceniza, grasa y fibra. El contenido de carbohidratos y proteínas no será tenido en cuenta ya que la naranja tiene un bajo contenido de hidratos de carbono (sacarosa, dextrosa y levulosa) y proteínas [29], aunque también presenta un bajo contenido de grasa, este sí se determinará debido a que las muestras de cáscaras de naranja deben ser desengrasadas para los posteriores procesos, así que es necesario reconocer la cantidad de grasa que puede ser removida.

2.2 Preparación de la muestra

Se tomaron 240 g de cáscaras de naranja tipo valencia y 200g de cáscaras de naranja tipo tangelo, esta cantidad fue utilizada para todo el procedimiento experimental y fue el total conseguido en un puesto informal de preparación de jugo de naranja en la ciudad de Bogotá.

Figura 7.

Muestras iniciales de naranja.



Nota. La figura 7 representa las muestras tomadas iniciales de cáscaras de naranja tipo valencia y tangelo.

2.3 Evaluación de propiedades fisicoquímicas

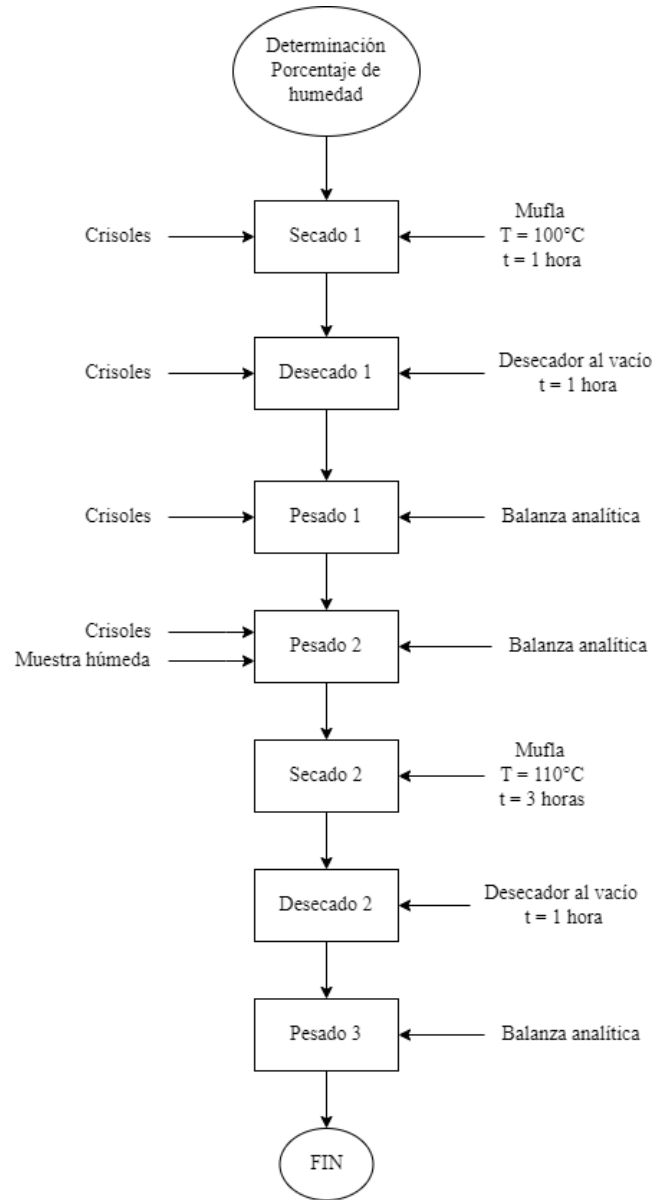
Para la determinación de cada una de las propiedades fisicoquímicas realizadas en el laboratorio, se calcularon cuatro réplicas diferentes para cada una, haciendo uso de las normas específicas estandarizadas para el porcentaje de humedad, ceniza, grasa y fibra. Posteriormente, las cuatro réplicas fueron promediadas para obtener un dato representativo de cada propiedad.

2.3.1 Cálculo de porcentaje de humedad

Siguiendo los procedimientos estandarizados por “Métodos no oficiales de análisis de alimentos” (AOAC Official Method. Moisture in Meat, 950.46) [34], se calcula el porcentaje de humedad. Inicialmente, los crisoles son secados en la mufla por 60 minutos a 110°C y posteriormente desecados en un desecador al vacío durante una hora, para evitar la absorción de humedad y que los resultados se vean afectados, se pesan vacíos y luego con 10 gramos de muestra húmeda, como lo indica la norma. Posteriormente, se secan en la mufla a 110°C durante 3 horas.

Figura 8.

Diagrama de flujo para la determinación de porcentaje de humedad.



Nota: La figura 8 muestra el diagrama de bloques que se emplea para la determinación del porcentaje de humedad. Tomado de: “AOAC Official Method. Moisture in Meat, 950.46, Association of Official Analytical Chemists International, 1950”.

Ecuación 1.

Cálculo de porcentaje de humedad.

$$\% \text{ Humedad: } \frac{(B - A) - (C - A)}{(B - A)} * 100$$

A: Peso capsula seca (g)

B: Peso capsula seca con muestra húmeda (g)

C: Peso capsula seca con muestra seca (g)

Nota. La ecuación 1 muestra el cálculo para hallar el porcentaje de humedad. Norma: “AOAC Official Method. Moisture in Meat, 950.46, Association of Official Analytical Chemists International, 1950”.

En las tablas 6 y 7 se muestran los resultados obtenidos, haciendo uso de la Ecuación 1, a partir de los dos tipos de naranja valencia y tangelo respectivamente. Cada tabla cuenta con los resultados para cuatro muestras diferentes de cada tipo de naranja, con el fin de promediar el valor obtenido.

Tabla 6.

Datos tomados en el laboratorio para el cálculo de humedad de la naranja tipo valencia

	Naranja Valencia			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
A: Peso capsula seca (g)	54,57	57,95	56,57	58,06
B: Peso capsula seca con muestra húmeda (g)	64,67	68,01	66,25	67,23
C: Peso capsula seca con muestra seca (g)	57,60	61,59	59,65	60,88
Porcentaje de humedad (%)	70,01%	63,83%	68,12%	69,24%

Nota. La tabla 6 muestra los datos obtenidos en el laboratorio pesando los crisoles o cápsulas con las muestras secas para hallar la cantidad de humedad para la naranja tipo valencia.

Tabla 7.

Datos tomados en el laboratorio para el cálculo de humedad de la naranja tipo tangelo.

	Naranja Tangelo			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
A: Peso capsula seca (g)	51,11	57,13	55,15	52,29
B: Peso capsula seca con muestra húmeda (g)	61,31	67,12	65,93	61,74
C: Peso capsula seca con muestra seca (g)	55,36	61,58	59,80	56,62
Porcentaje de humedad (%)	58,34%	55,45%	56,85%	54,13%

Nota. La tabla 7 muestra los datos obtenidos en el laboratorio pesando los crisoles o cápsulas con las muestras secas para hallar la cantidad de humedad para la naranja de tipo tangelo.

Para facilitar el manejo de las muestras durante los procesos de evaluación fisicoquímica, estas fueron molidas después de haber sido secadas en la mufla por 3 horas a 110°C como lo muestra la figura 9.

Figura 9.

Secado de cáscaras de naranja.

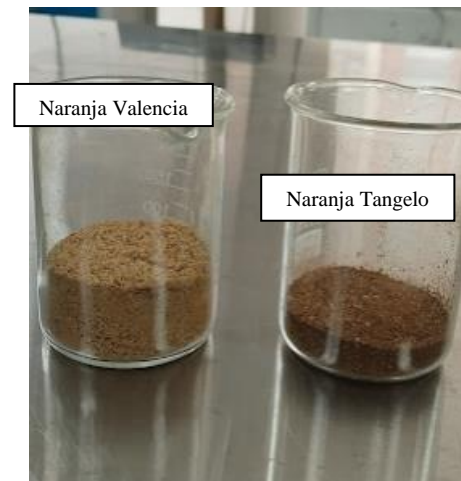


Nota. La figura 9 muestra las cáscaras de naranja ingresadas en la mufla para ser secadas a 110°C durante 3 horas.

Las muestras fueron molidas en un molino tradicional de tornillos manual, una vez molidas todas las muestras, se pasaron por un tamiz con diámetro de abertura igual a 1mm las partículas más grandes que este diámetro fueron nuevamente molidas.

Figura 10.

Muestras de cáscaras secadas y molidas.



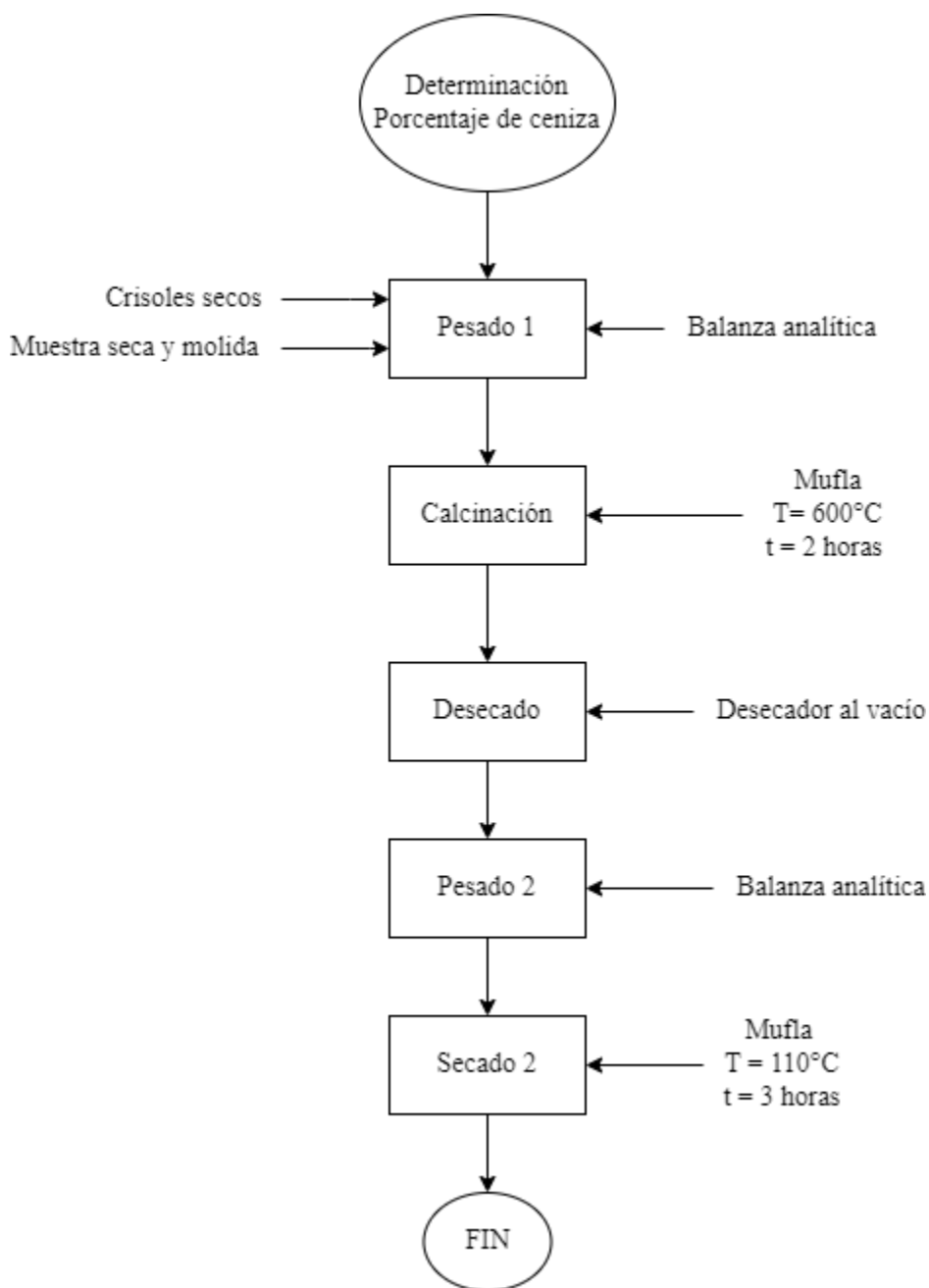
Nota. La figura 10 muestra las cáscaras de naranja de tipo valencia y tangelo secas y molidas con $D_p < 1\text{mm}$.

2.3.2 Cálculo de porcentaje de ceniza:

Se pusieron 4 muestras de 5 g de muestra seca y molida en dos crisoles diferentes para obtener distintos resultados por cada tipo de naranja. Se llevaron los crisoles secos con la muestra húmeda y acondicionados a la mufla y se calcinaron a 600°C durante 2 horas y se realizó el mismo procedimiento para cada muestra [35].

Figura 11.

Diagrama de flujo para la determinación del porcentaje de ceniza.



Nota: La figura 11 muestra el diagrama de bloques que se emplea para la determinación del porcentaje de ceniza. Tomado de: “Métodos no oficiales de análisis de alimentos” (A.O.A.C, 1990).

Ecuación 2.

Cálculo para el porcentaje de ceniza

$$\% \text{ Ceniza: } \frac{P - p}{M} * 100$$

p: Masa del crisol vacío (g)

P: Masa del crisol con ceniza (g)

M: Masa de la muestra (g)

Nota. La ecuación 2 muestra el cálculo para hallar el porcentaje de ceniza. Norma “AOAC Official Method. Ash of Animal Feed, 942.05, Association of Official Analytical Chemists International, 1942”.

Las figuras 12 y 13 evidencian las cenizas obtenidas para las muestras calcinadas, además los datos calculados a partir de la ecuación 2 para el porcentaje de ceniza se encuentran en las tablas 8 y 9 de 4 muestras diferentes para cada tipo de naranja.

Figura 12.

Muestras calcinadas de naranja tipo valencia



Nota. La figura 12 presenta la incineración para dos muestras de cáscara de naranja tipo valencia.

Figura 13.

Muestras calcinadas de naranja tipo tangelo.



Nota. La figura 13 presenta la incineración para dos muestras de cáscara de naranja tipo tangelo

Tabla 8.

Resultados para el cálculo de porcentaje de ceniza naranja tipo valencia.

	Naranja Valencia			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
p: Masa del crisol vacío (g)	57,96	55,41	52,87	53,33
P: Masa del crisol con ceniza (g)	58,05	55,50	52,95	53,41
M: Masa de la muestra (g)	5,03	5,08	5,12	5,48
Porcentaje de ceniza (%)	1,78%	1,64%	1,50%	1,63%

Nota. La tabla 8 muestra el porcentaje de ceniza calculado para la naranja tipo valencia.

Tabla 9.*Resultados para el cálculo de porcentaje de ceniza naranja tipo tangelo*

	Naranja Tangelo			
	Muestra1	Muestra 2	Muestra3	Muestra4
p: Masa del crisol vacío (g)	67,54	51,94	66,24	58,63
P: Masa del crisol con ceniza (g)	67,80	52,15	66,50	58,86
M: Masa de la muestra (g)	5,00	5,00	5,11	5,01
Porcentaje de ceniza (%)	5,11%	4,24%	5,26%	4,50%

Nota. La tabla 9 muestra el porcentaje de ceniza calculado para la naranja de tipo Tangelo.

2.3.3 Cálculo de porcentaje de grasa:

Descripción de equipos necesarios para el procedimiento.

2.3.3. a. Extracción Soxhlet. Este método se utiliza para remover compuestos como grasa y esencias de una muestra, haciendo uso de un disolvente orgánico que hace que el compuesto de baja solubilidad deseado sea extraído por medio repetidos lavados. El lavado se realiza a manera de recirculación, el solvente que se encuentra inicialmente en el matraz es calentado con una plancha de calentamiento, hasta su punto de ebullición y pasa sobre el sólido ubicado en el extractor Soxhlet que está ubicado entre el matraz y un condensador el cual vuelve el solvente en líquido y se vierte en el extractor hasta que este se llena y realiza el sifón ingresando por una abertura en la parte de arriba del extractor devolviéndose al matraz.

2.3.3. b. Rota evaporador. Este equipo realiza una destilación para separar por puntos de ebullición una muestra de un solvente. Consta de una bomba de vacío que permite reducir la presión para poder disminuir el punto de ebullición y facilitar la separación, un condensador de serpentín por el que circula agua refrigerante que permite pasar de gas a líquido el solvente a separar que es recolectado en un matraz, un sistema rotatorio que aumenta el área de contacto de la muestra para que la evaporación sea más rápida y un equipo a baño maría con agua o combustible, en el que se calienta la muestra de manera controlada (véase figura 16).

2.3.3. c. Equipo de Filtración al vacío. Esta filtración se utiliza para separar sólidos de líquidos, la bomba de vacío se conecta por medio de una manguera a un Erlenmeyer con desprendimiento lateral, en el que se encuentra un embudo de buchner con papel filtro. El vacío succiona la

mezcla, dejando el sólido en el papel filtro y el resto atraviesa el papel filtro quedando depositada en el matraz.

El porcentaje de grasa se realizó desengrasando la muestra con éter de petróleo, hasta que este compuesto no tuviera coloración alguna en el equipo Soxhlet (al menos 3 horas), el balón fue debidamente secado, acondicionado y pesado antes de ser usado para posteriormente ser pesado con la cantidad de grasa extraída de la cada uno de los tipos de naranja.

Para el montaje de la extracción Soxhlet se hizo uso de un equipo de reflujo de bolas (chiller) con agua como refrigerante a 4°C, un extractor Soxhlet, un balón de 500 mL y la muestra a desengrasar de 10 g se introdujo en papel filtro a manera de cartucho. La plancha se llevó a una temperatura tal que el éter petróleo llegara a su punto de ebullición (40-60°C) y así poder realizar los lavados a la muestra, este montaje se ve evidenciado en la figura 15.

La muestra de grasa extraída fue separada del éter de petróleo por medio de una destilación simple, en un rotaevaporador a baño maría, con el agua a 60°C, una presión de vacío de 260 mbar y 60 rpm tal como se muestra en la figura 16, la figura 17 muestra la grasa extraída de la naranja y separada del éter de petróleo.

Ecuación 3.

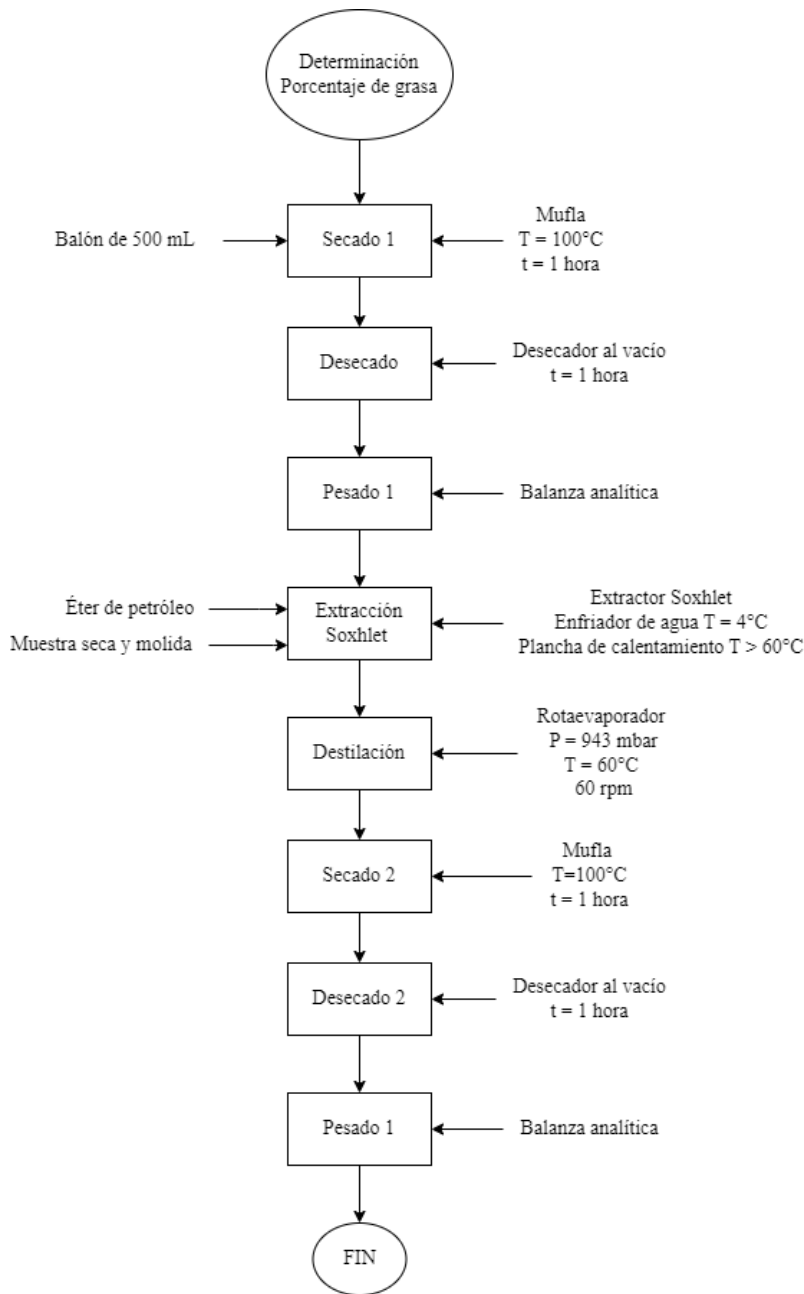
Cálculo para determinar el porcentaje de grasa.

$$\% \text{ Grasa: } \frac{\text{Peso final} - \text{Peso del balón}}{\text{vacío Peso de la muestra}} * 100$$

Nota. La ecuación 3 muestra el cálculo para hallar el porcentaje de grasa. Norma técnica colombiana 668. “Alimentos y materias primas. Determinación de los contenidos de grasa y fibra cruda”.

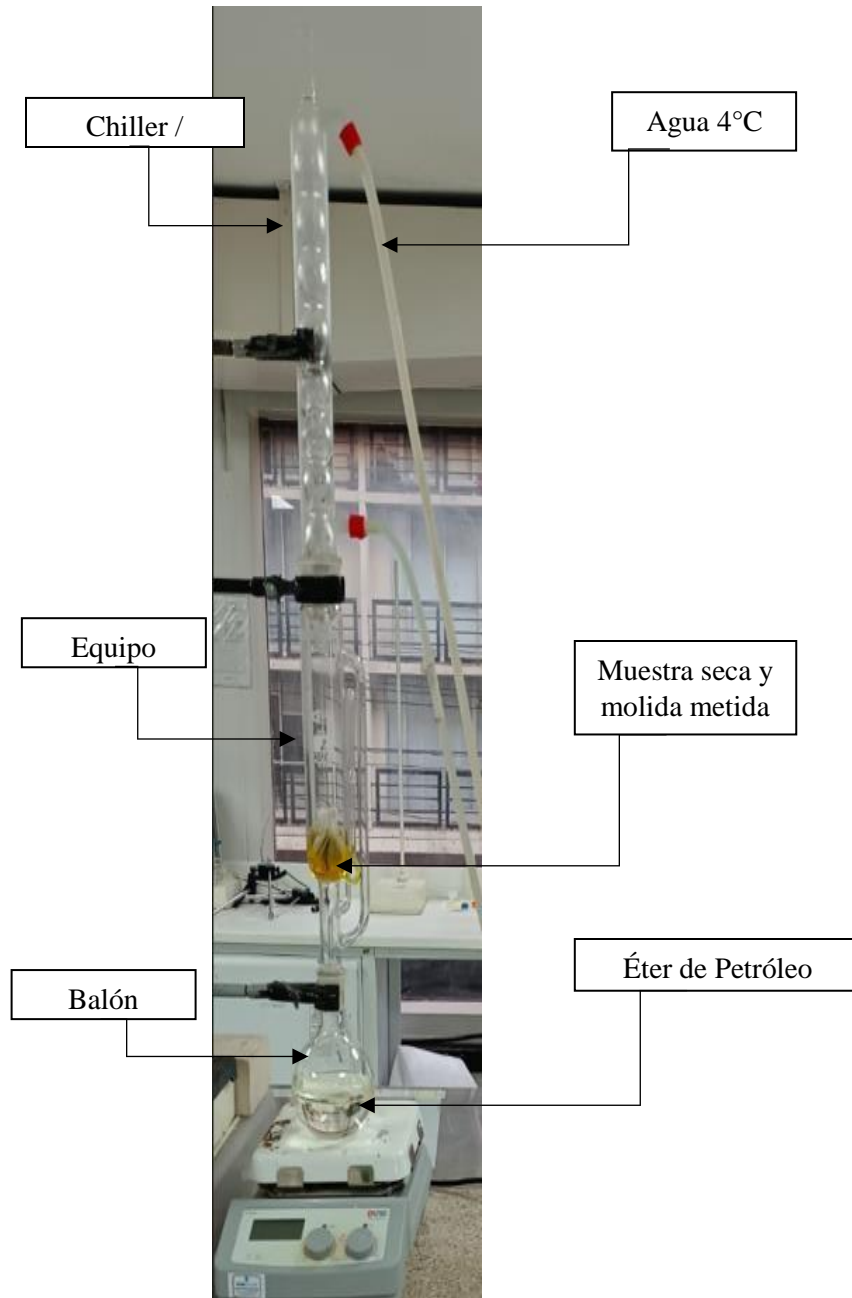
Figura 14.

Diagrama de flujo para determinar el porcentaje de grasa



Nota: La figura 14 muestra el diagrama de bloques que se emplea para la determinación del porcentaje de grasa. Tomado de: a partir de Norma técnica colombiana 668. "Alimentos y materias primas. Determinación de los contenidos de grasa y fibra cruda"

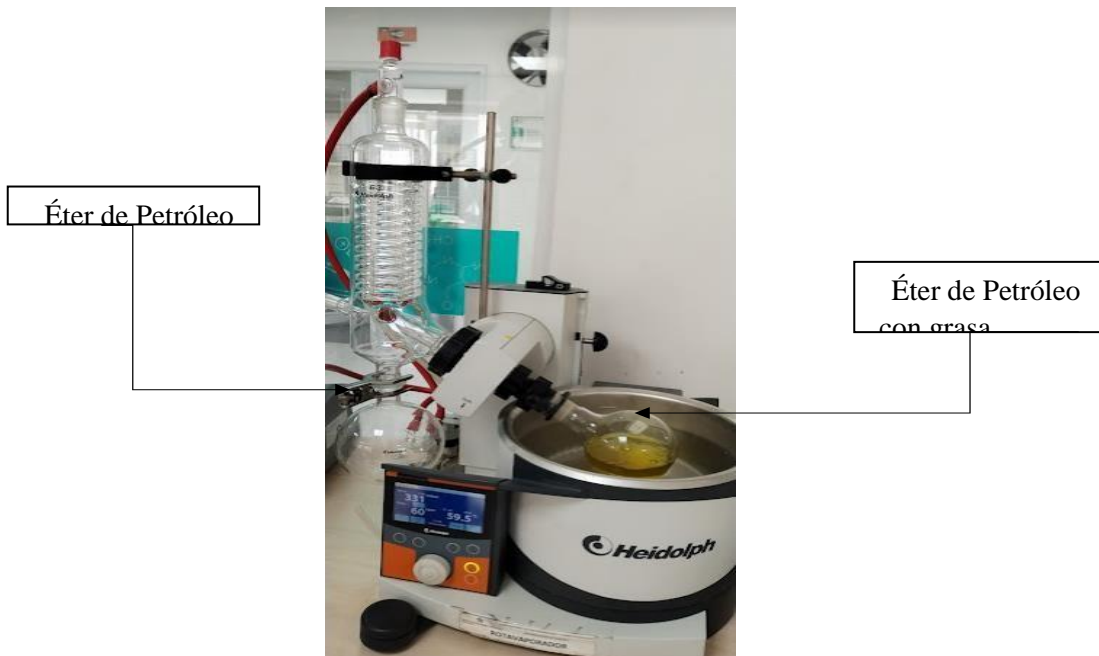
Figura 15.
Montaje Equipo Soxhlet.



Nota. La figura 15 muestra el montaje para la extracción Soxhlet, se indican las partes que lo conforman.

Figura 16.

Separación en rota evaporador.



Nota. La figura 16 muestra la separación de la grasa extraída del éter de petróleo a 60 rpm.

Figura 17.

Grasa Extraída.



Nota. La figura 17 muestra la grasa extraída y separada del éter de petróleo en la rota evaporadora.

El balón con la grasa extraída fue secado en la mufla a 100°C durante 60 minutos se dejó enfriar en el desecador y posteriormente se pesó, se consiguieron los siguientes resultados:

Tabla 10.

Datos para la determinación del porcentaje de grasa para la naranja tipo valencia.

	Naranja Tipo Valencia			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Peso balón vacío (g)	158,07	173,34	158,06	173,32
Peso balón con grasa (g)	158,17	173,43	158,17	173,41
Peso de la muestra (g)	10,00	10,53	12,06	10,99
Porcentaje de grasa %	0,93%	0,86%	0,94%	0,83%

Nota. La tabla 10 expone los datos obtenidos en el laboratorio y el porcentaje de grasa para la naranja tipo valencia.

Tabla 11.

Datos para la determinación del porcentaje de grasa para la naranja de tipo tangelo.

	Naranja Tipo Tangelo			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Peso balón vacío (g)	173,09	173,11	173,10	173,16
Peso balón con grasa (g)	173,41	173,50	173,44	173,63
Peso de la muestra (g)	10,08	13,05	10,21	12,01
Porcentaje de grasa %	3,16%	2,98%	3,31%	3,88%

Nota. La tabla 11 indica los datos obtenidos en el laboratorio y el porcentaje de grasa para la naranja de tipo tangelo.

2.3.4 Cálculo de porcentaje de fibra:

Siguiendo la norma ISO 6865:2000, se realiza el método de digestión ácida con 2 gramos de materia seca desengrasada, se colocaron en un matraz de 500 mL, luego se agregaron 200 mL de ácido sulfúrico al 10%, se agitó la mezcla y se calentó el contenido del matraz hasta ebullición, se dejó durante 30 minutos. Una vez pasado el tiempo, se realiza una filtración al vacío hasta que el líquido ácido filtrado tenga un pH neutro. Posteriormente, el residuo filtrado se puso en crisoles y se calcinó en la mufla a 500°C durante dos horas.

Ecuación 4.

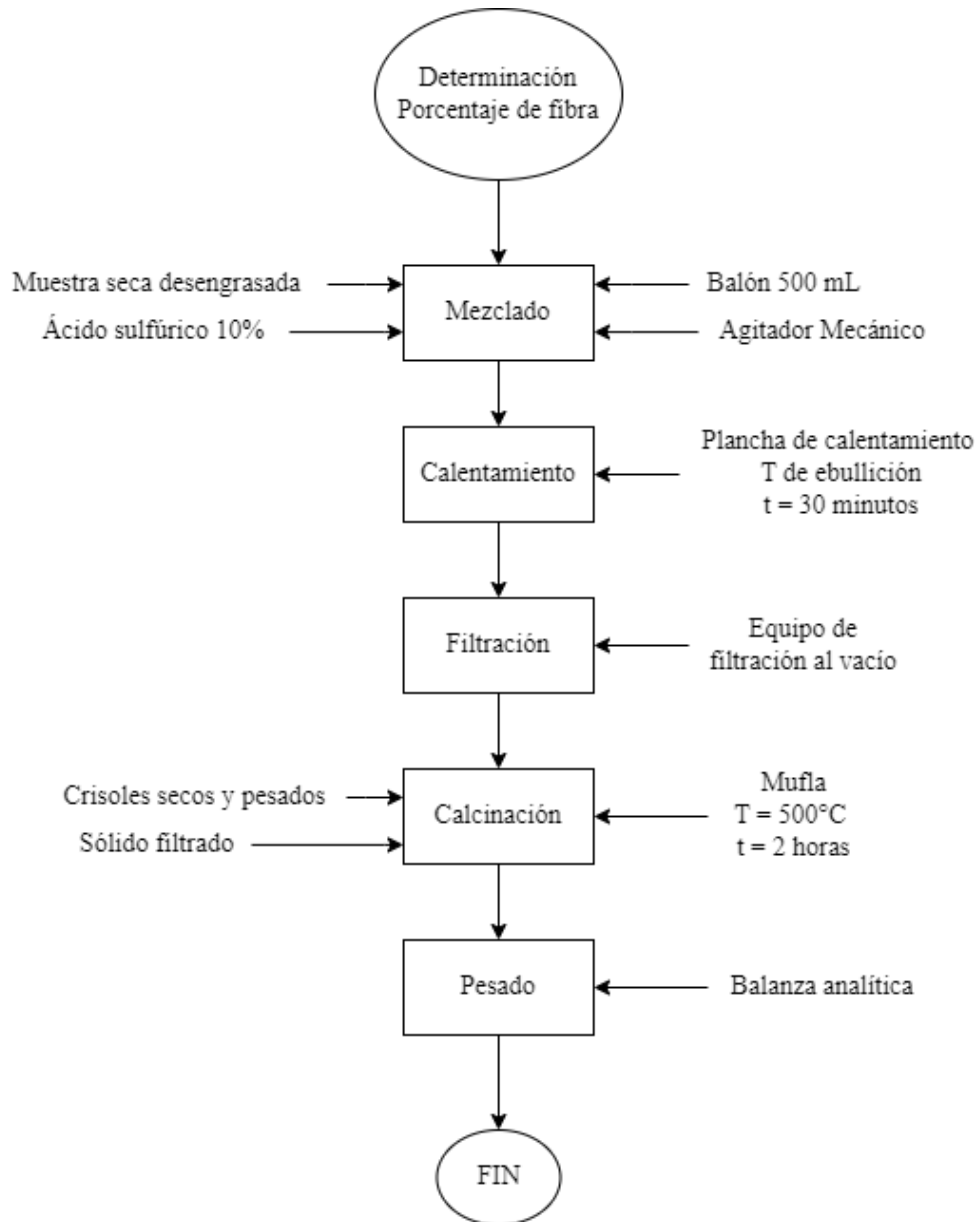
Cálculo de porcentaje de fibra.

$$\% \text{ Fibra: } \frac{\text{Peso inicial} - \text{Peso final}}{\text{Peso inicial}} * 100$$

Nota. La ecuación 4 muestra el cálculo para hallar el porcentaje de fibra.

Figura 18.

Diagrama de flujo para la determinación de porcentaje de fibra.



Nota: La figura 18 muestra el diagrama de bloques que se emplea para la determinación del porcentaje de fibra.

Figura 19.

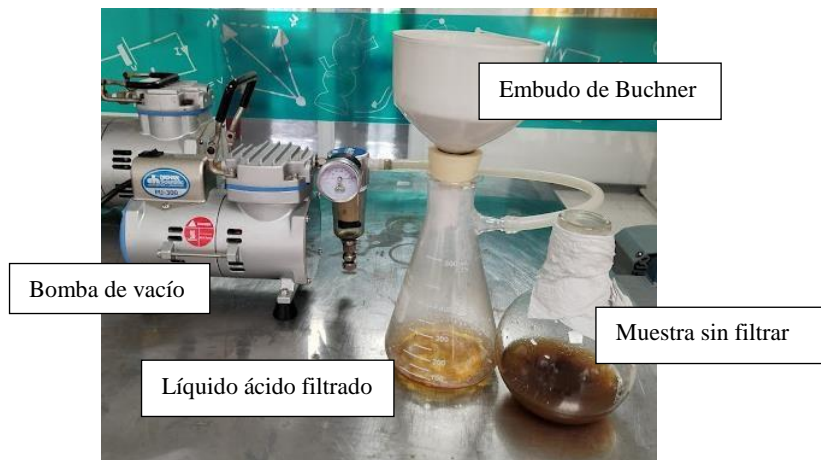
Método de digestión ácida.



Nota. La figura 19 muestra la digestión en ácido sulfúrico al 10% de las muestras desengrasadas de cáscaras de naranja.

Figura 20.

Filtración al vacío de filtrado de la digestión ácida.



Nota. La figura 20 muestra el filtrado al vacío de la digestión ácida y el líquido ácido filtrado.

Figura 21.

Calcinación en la mufla de muestras.



Nota. La figura 21 expone la calcinación en la mufla a 500°C, durante dos horas, de las muestras.

Los datos calculados de porcentaje de fibra se muestran en las tablas 12 y 13 para 4 muestras diferentes de cada uno de los tipos de naranja tipo valencia y tipo tangelo respectivamente.

Tabla 12.

Resultados de porcentaje de fibra para naranja tipo valencia.

	Naranja Valencia			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Crisol seco con muestra (g)	57,57	51,88	56,20	54,52
Crisol con muestra incinerada (g)	51,81	46,94	50,97	49,19
Porcentaje de fibra %	9,99%	9,53%	9,31%	9,77%

Nota. La tabla 12 muestra los datos calculados del porcentaje de fibra para las cáscaras de naranja tipo valencia.

Tabla 13.

Resultados de porcentaje de fibra para naranja tipo tangelo.

	Naranja Tangelo			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Resol seco con muestra (g)	63,57	53,57	45,98	55,99
Resol con muestra incinerada (g)	57,94	48,95	41,99	51,19
Porcentaje de fibra %	8,84%	8,63%	8,67%	8,55%

Nota. La tabla 13 expone los datos calculados del porcentaje de fibra para las cáscaras de naranja tipo tangelo.

Tabla 14.

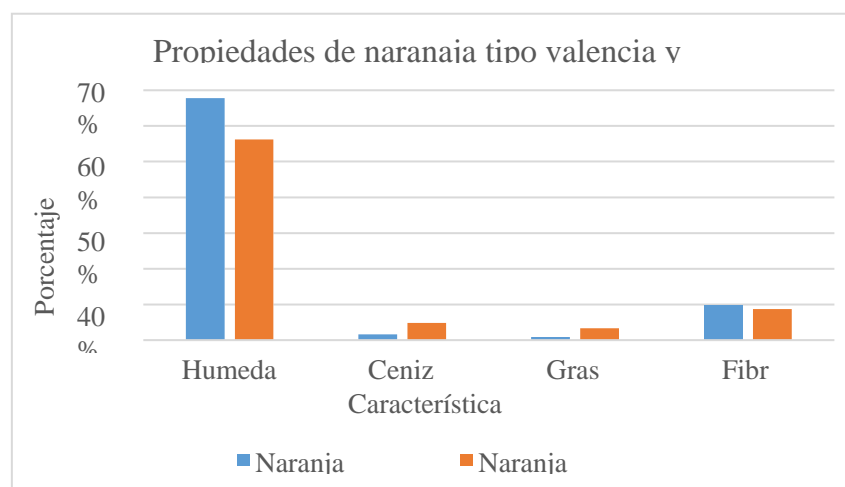
Resultados promedio de las características fisicoquímicas calculadas.

	Naranja Valencia	Naranja Tangelo
% Humedad	67,80%	56,19%
% Ceniza	1,64%	4,78%
% Grasa	0,89%	3,33%
% Fibra	9,65%	8,67%

Nota. La tabla 14 muestra los promedios de los porcentajes de cada característica fisicoquímica hallada para cada tipo de naranja.

Figura 22.

Propiedades de la naranja tipo valencia y tangelo.



Nota. La figura 22 muestra la comparación de las propiedades fisicoquímicas obtenidas en el laboratorio para dos tipos de naranja.

Finalmente, para la terminación de este capítulo se calcularon los promedios de cada característica fisicoquímica para ambos tipos de naranja, los datos medios se encuentran

expresados en la tabla 14 y el gráfico 1 indica la comparación de los datos, en donde:

La naranja de tipo valencia tiene un 11,6% más de humedad que la naranja tangelo, esto se pudo evidenciar durante el secado en la mufla ya que, al secar las muestras a la misma temperatura durante el mismo tiempo, las de tipo tangelo ya se encontraban secas y quemadas mientras que las de tipo valencia seguían húmedas.

Como la naranja tipo valencia tiene menos humedad, contiene un 3,14% más de ceniza que la naranja de tipo valencia.

El porcentaje de grasa de la naranja tipo valencia es menor a la naranja de tipo tangelo, esto se observó ya que la naranja tangelo requirió de un número mayor de lavados para la extracción y la muestra de grasa final era de menor volumen en comparación con el volumen de la grasa extraída de la naranja tangelo.

La naranja valencia tiene un 1% más de fibra que la naranja tangelo esto indica que la cantidad de celulosa a extraer de la naranja valencia será mayor que la de la naranja tangelo.

Los datos se validaron a partir de la tesis “Caracterización fisicoquímica de las cáscaras de naranja (*Citrus sinensis* L.) y pomelo (*citrus grandis*), para obtener bioetanol”. En donde los datos obtenidos de humedad, ceniza, grasa y fibra fueron: 64,44%, 1,29%, 0,89% y 10,89% respectivamente [43].

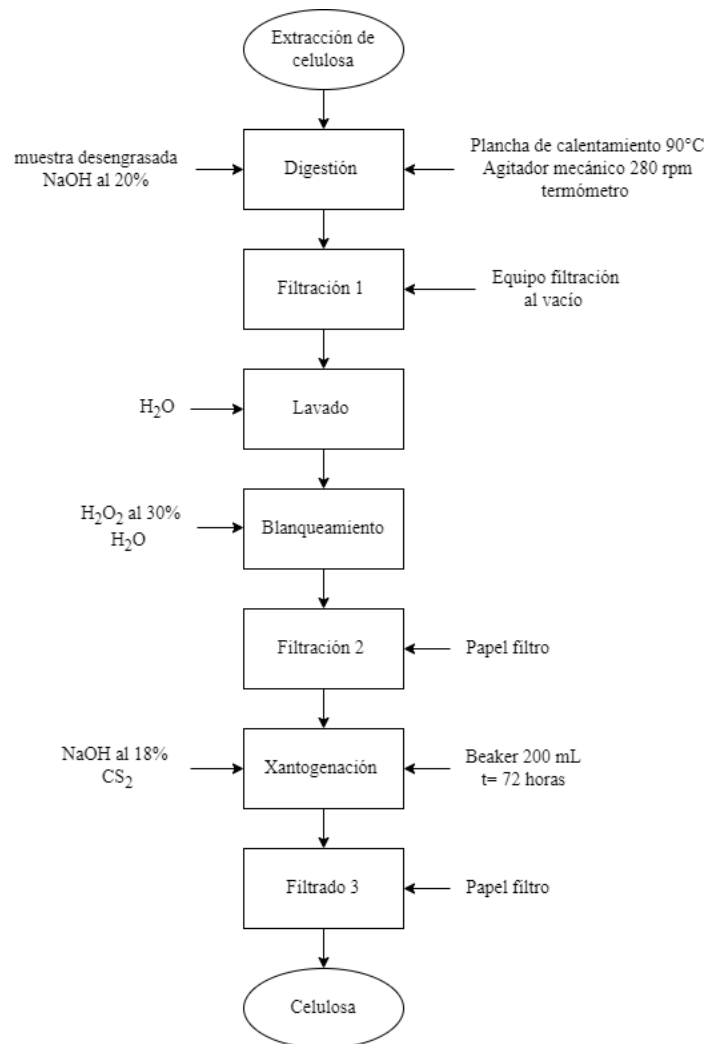
3. PROCESO DE EXTRACCIÓN DE CELULOSA

En el siguiente capítulo se observa el proceso de extracción de celulosa para la cáscara de naranja tipo valencia y tangelo, empleando el método soda, método usado comúnmente para la extracción de celulosa a nivel laboratorio e industrial, se sigue la metodología diseñada por Suarez Guarnizo, Erika Mishelle Obtención de pulpa de papel a partir de residuos de la naranja común y limón ponderoso [31].

3.1 Procedimiento y resultados

Figura 23.

Diagrama de flujo para la extracción de celulosa.



Nota: La figura 23 muestra el diagrama de bloques que se emplea para la extracción de celulosa por el método soda

3.1.2. Descripción de equipos necesarios para el procedimiento:

3.1.2.a. Agitador Mecánico. Se conoce como un instrumento el cual consta de un motor y un agitador de aspas que mediante un movimiento rotatorio se encargan de realizar operaciones de mezclado y agitación con el objetivo de homogenizar un flujo en un tanque. (véase figura 25)

3.1.2.b. Equipo de reflujo. El reflujo se usa principalmente para evitar la evaporación excesiva de los líquidos, se realiza un calentamiento de sustancias con reacciones que tienen mayor temperatura que la temperatura ambiente, por lo que es necesario mantener su volumen constante por esta razón el reflujo actúa como un circuito de refrigeración encargándose de que no hallan pérdidas de solventes en lapsos de tiempo. Montaje en la figura 33.

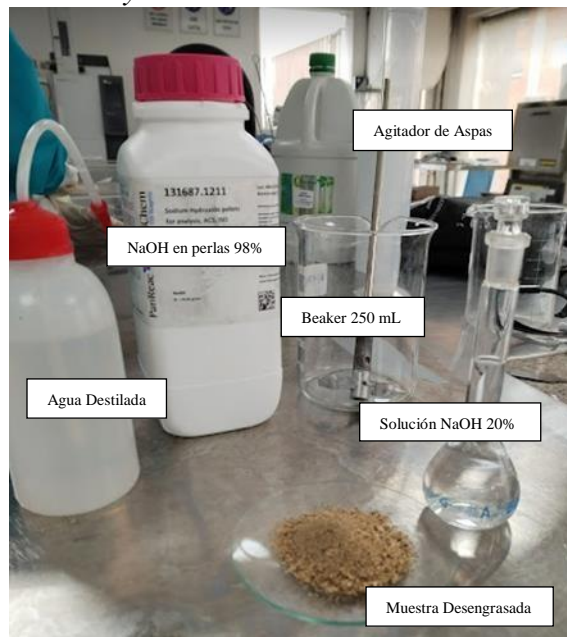
3.2 Preparación de la muestra y materiales

Se toman las muestras de las cascara de naranja debidamente desengrasadas estas con un peso de 72 g de cascara de naranja valencia, y 56 g de cascara de naranja tangelo, siendo estas las cantidades sobrantes de la caracterización fisicoquímica.

Se tienen en cuenta los siguientes reactivos como en NaOH en perlas 98%, Agua destilada, solución NaOH 20% para su posterior procedimiento en la extracción de celulosa.

Figura 24.

Reactivos y materiales.



Nota: La figura 23 muestra los materiales y reactivos que se requieren para la extracción de celulosa.

3.3 Proceso de Digestión:

3.3.1 Preparación NaOH 20% p/v

Para el proceso de digestión se tomó una relación 1:7, para facilitar la preparación de NaOH al 20% haciendo uso de un balón aforado de 50mL. Con los datos calculados de NaOH se pesaron en la balanza analítica, con el peso tomado se pasó a un vaso de precipitado, se agregó el NaOH y se agitó hasta su disolución, pasándolo al balón aforado de 50mL y llenándolo con agua destilada hasta su aforo, empleando la siguiente ecuación.

Ecuación 5.

Determinación cantidad NaOH.

$$m_{NaOH\text{requerido}} = \text{Tamaño sln requerida}_{mL\text{sln}} \frac{\text{Pureza requerida}_{gNaOH}}{100mL} * \frac{100g_{\text{reactivo}}}{98g_{NaOH}}$$

Nota. La ecuación 5 indica el cálculo para determinar la cantidad de NaOH requerida para el proceso de digestión.

Tabla 15.

Datos para el cálculo de NaOH requerido.

Volumen de solución requerido (mL)	Tamaño muestra (g)	Pureza Requerida (%)	NaOH requerido (g)
50,00	7,14 (Tangelo)	20,00	10,20
504,00	72,00 (Valencia)	20,00	102,85
392,00	56,00 (Tangelo)	20,00	80,00

Nota: La tabla 15 muestra los datos de las 3 muestras de cascara de naranja tipo valencia y tangelo y el NaOH requerido para cada solución.

3.3.2 Preparación licor de digestión

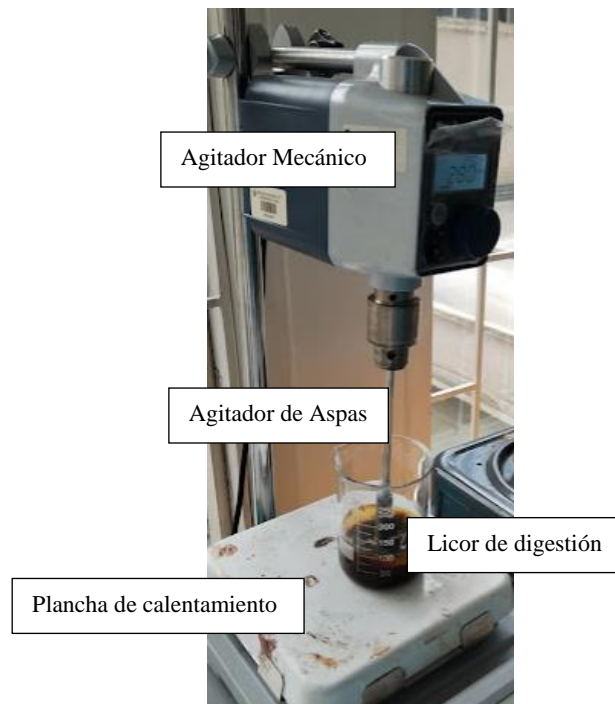
Para el licor de digestión se procede a adicionar la solución de NaOH preparada junto con las muestras desengrasadas, una vez agregada, se generó un color oscuro y un olor característico.

3.3.3 Mezcla

Se realizó el montaje de digestión, haciendo uso de un agitador mecánico insertando el agitador de aspas a este, al no contar con el equipo de reflujo se optó por mitigar las pérdidas de agua agregando agua destilada caliente cada que el volumen de licor de digestión disminuyera, se empleó una plancha de calentamiento controlando la temperatura del licor a 90°C constantes con un termómetro de mercurio, la reacción se efectuó durante 2 horas a 280 rpm.

Figura 25.

Montaje Proceso de Digestión NaOH- Muestra.



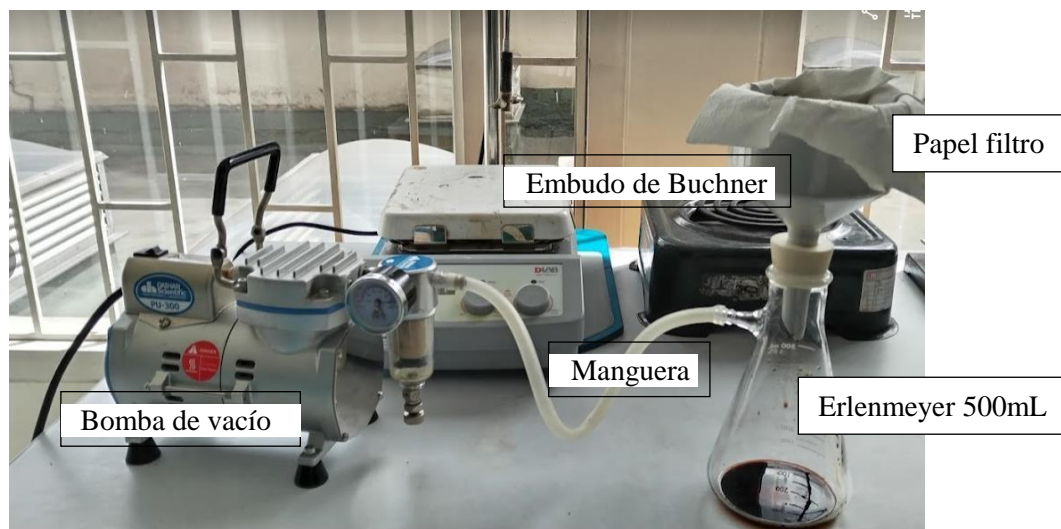
Nota: La figura 25 muestra el montaje requerido para llevar a cabo la cocción del licor de digestión.

3.3.4 Filtración licor de digestión:

Después del tiempo de reacción de la muestra se procede a realizar la filtración del licor negro con ayuda de un equipo de filtración al vacío, tal como se muestra a continuación. La filtración tarda aproximadamente 30 minutos debido a que el líquido era muy viscoso.

Figura 26.

Montaje equipo de filtración al vacío.



Nota: La figura 26 muestra el montaje que se lleva a cabo para el proceso de filtración de licor de digestión.

3.4 Blanqueamiento de celulosa:

Se midieron 30mL de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30% en una probeta, se añadieron a un vaso de precipitado de 250mL y posteriormente se agregaron 200mL de agua destilada, a esta solución se adicionó el filtrado obtenido anteriormente y se dejó reposar durante 24 horas, inmediatamente la solución reacciona dando color blanco a la celulosa.

Figura 27.

Blanqueamiento del filtrado.



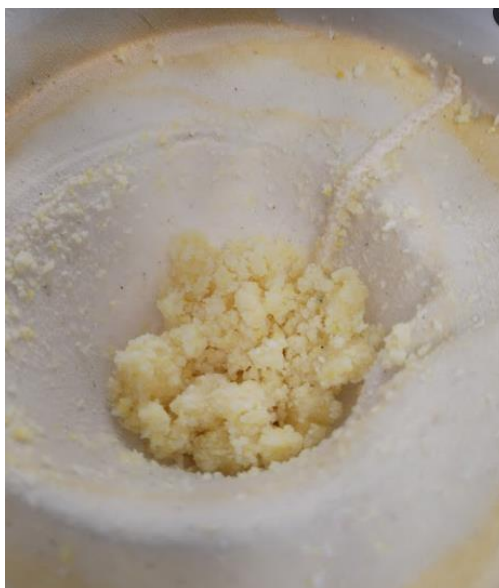
Nota: La figura 27 muestra la solución de H_2O_2 junto con la celulosa extraída por método sosa.

3.5 Filtración celulosa

Esta última filtración se hizo con ayuda de una malla filtrante (abertura 0,0331 in) pasadas las 24 horas de reposos y reacción. La celulosa que se obtuvo fue una masa blanca húmeda inodora, luego de secarse a temperatura ambiente durante un periodo de 72 horas se obtiene fibra similar al algodón.

Figura 28.

Celulosa Blanqueada Húmeda.



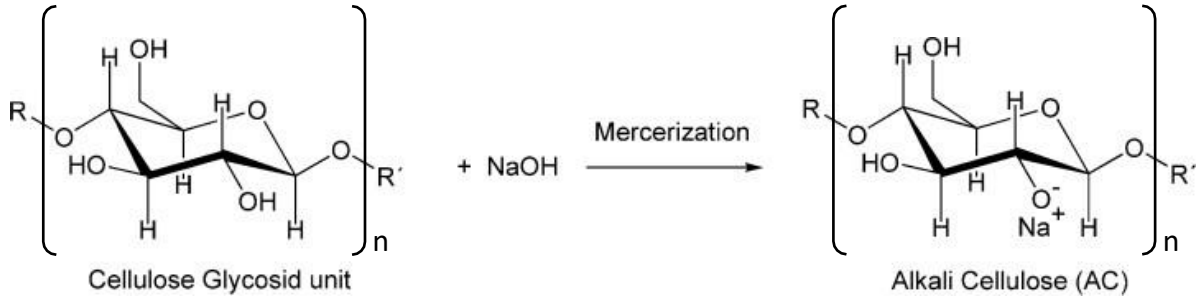
Nota: En la figura 28 se observa la fibra de celulosa filtrada después de realizar el blanqueamiento durante 24 horas.

3.6 Maduración de celulosa

La celulosa obtenida, procedente de la pulpa de celulosa, se transforma en xantato de celulosa soluble, mediante alcalinización con NaOH al 18% denominada mercerización, la cual permite que los hilos y tejidos resulten brillantes (véase reacción 1) y una reacción posterior con disulfuro de carbono CS₂ (véase reacción 2), un proceso conocido como xantogenación [23, 32]:

Reacción 1.

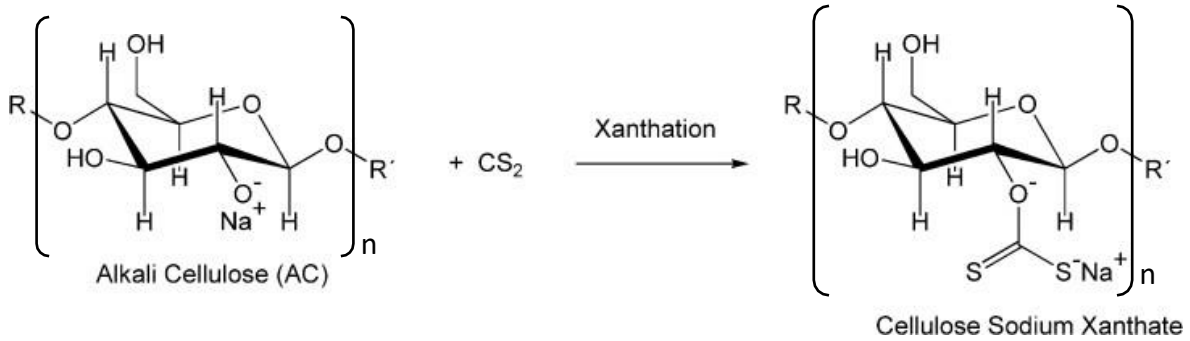
Alcalinización de celulosa.



Fuente: "Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers" por P. Strunk, 2012.

Reacción 2.

Reacción de xantogenación.



Fuente: "Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers" por P. Strunk, 2012.

«Durante la etapa de formación de xantato de celulosa se desencadena una reacción secundaria, por reacción parcial de entre el sulfuro de carbono y en hidróxido sódico contenido en el álcali de celulosa, esto produce tritio-carbonato de sodio como producto final de diversas reacciones intermedias (véase reacción 3), que origina el color anaranjado característico de la viscosa» [23].

Reacción 3.

Tritio-carbonato de sodio como producto.

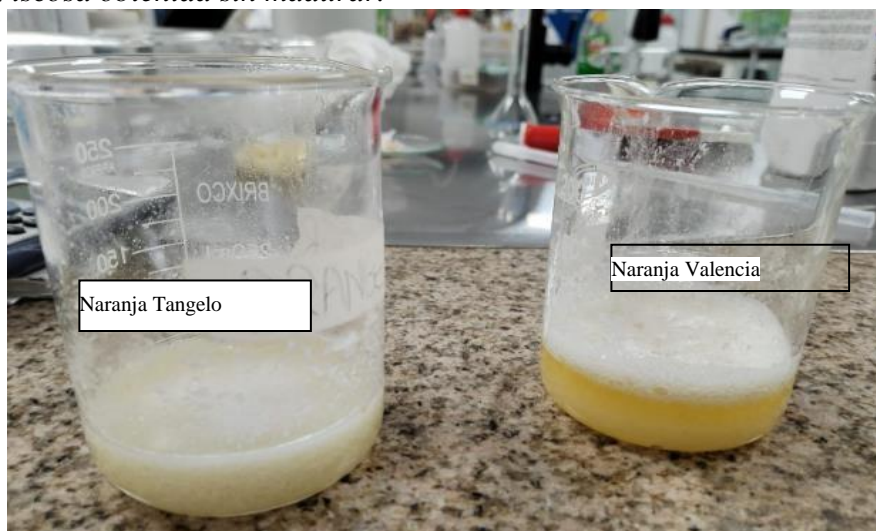


Fuente: "Comportamiento cinético de fibras tencell con colorantes directos." Por M. J. Lis Arias 2002.

Para llevar a cabo la xantogenación, se agregaron por cada 5g de celulosa extraída 20mL de la solución de NaOH, se agitó y posteriormente la cantidad de disulfuro de carbono a agregar era el 30% de la masa de la celulosa obtenida, se filtró con una malla filtrante y el sólido viscoso obtenido se dejó madurando durante 72 horas a temperatura ambiente [33].

Figura 29.

Viscosa obtenida sin madurar.



Nota. La figura 29 muestra la celulosa viscosa obtenida en los dos tipos de naranja después de agregar NaOH al 18% y CS₂.

Figura 30.

Celulosa viscosa obtenida seca en etapa de maduración.



Nota: En la figura 30 se muestra la viscosa seca a temperatura ambiente.

Figura 31.

Viscosa obtenida madurada.

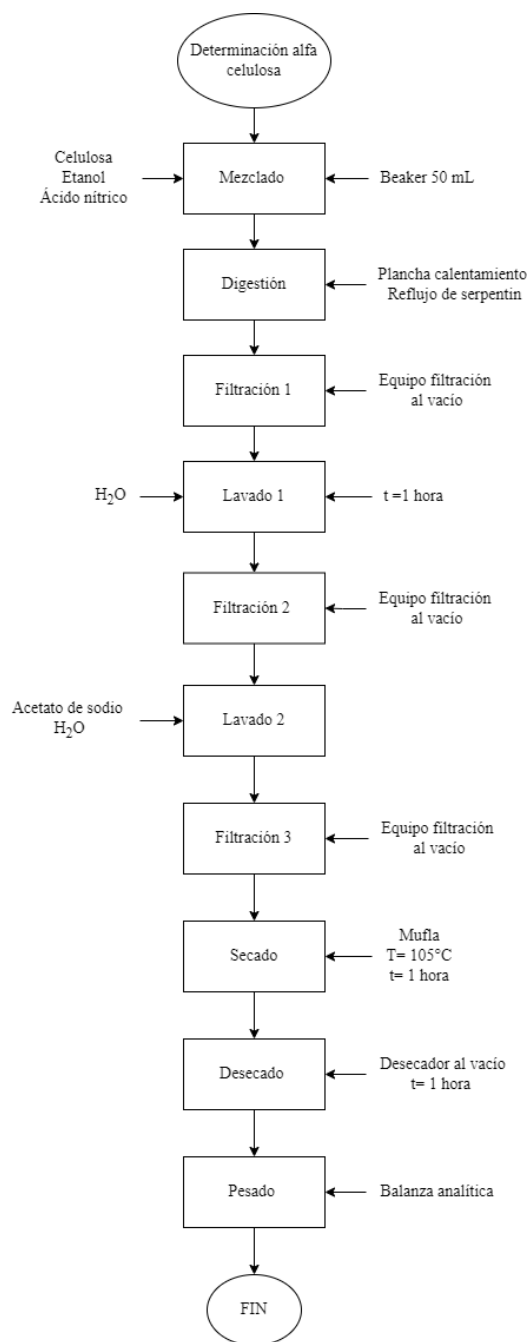


Nota. La figura 31 presenta la celulosa obtenida totalmente madurada.

3.7 Cálculo de alfa celulosa.

Figura 32.

Diagrama de flujo para la determinación de alfa celulosa.



Nota: La figura 32 muestra el diagrama de bloques que se emplea para el porcentaje de alfa celulosa por el método Kurschner y Hoffer.

Se hace la determinación de alfa celulosa de la celulosa extraída de la cáscara de naranja de ambos tipos (la cual ya pasó por la etapa de maduración) debido a que la alfa celulosa es el principal tipo de celulosa encontrado en los textiles. El método empleado es el método de Kurschner y Hoffer.

Ecuación 6.

Cálculo para el porcentaje de alfa celulosa.

$$\% \text{ alfa celulosa} = \frac{P_{or}}{P_o} * 100$$

Por: Peso seco del residuo

Po: Peso de la muestra desengrasada

Nota. La ecuación 6 muestra el cálculo para determinar el porcentaje de alfa celulosa por el método Kurschner y Hoffer

3.7.1 Reflujo

Se tomó un gramo de cáscara desengrasada, se colocó en un matraz, se le añadió 20 mL de etanol y 5 mL de ácido nítrico al 65% y se hirvió en reflujo durante 30 minutos. El montaje de reflujo se encuentra representado en la figura 33.

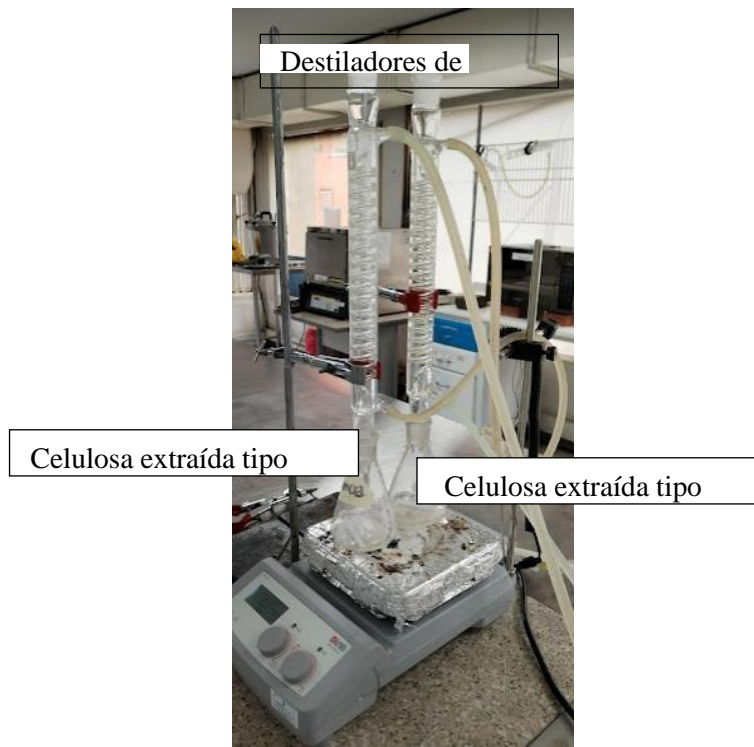
3.7.1.a. Filtración 1 y segunda digestión. La solución se hizo pasar por una malla filtrante, el líquido se desechó y el sólido se sometió a una segunda digestión de 30 minutos con 25 mL de etanol-ácido nítrico.

3.7.1.b. Filtración 2 y tercera digestión. Se filtra nuevamente y se efectuó una tercera digestión con 100 mL de agua destilada por una hora.

3.7.1.c. Lavado con solución saturada: La muestra se filtró, se lavó con agua destilada caliente y posteriormente con 100 mL de solución saturada de acetato de sodio y por último con 500 mL de agua destilada caliente. Para la preparación de la solución saturada de acetato de sodio se tuvo en cuenta la solubilidad del mismo (46,5g/100mL), por lo tanto, se pesaron 46,5g de acetato de sodio y se añadieron 100mL de agua en un vaso de precipitado, se agitó hasta su completa disolución.

Figura 33.

Reflujo para la determinación de alfa celulosa.

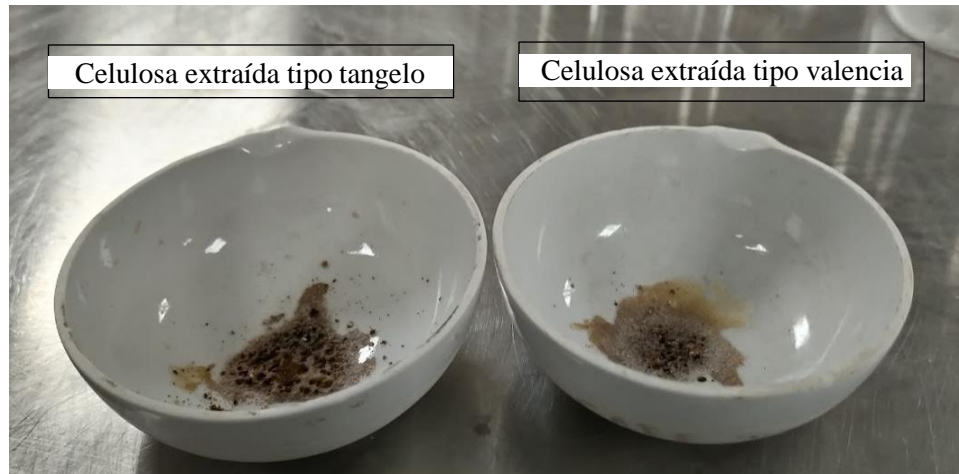


Nota. La figura 33 representa el montaje de reflujo realizado con un destilador de serpentín.

3.7.1.d. Secado y pesado. El residuo se secó en la mufla a una temperatura de $105 \pm 3^\circ\text{C}$ durante una hora para luego enfriarlo en un desecador de cristal sobre sílice gel y pesarlo [24].

Figura 34.

Muestras de alfa celulosa secas.



Nota: La figura 34 enseña las muestras secas para la determinación de alfa celulosa.

Tabla 16.

Resultados de alfa celulosa obtenidos para naranja tipo valencia.

	Naranja Tipo Valencia			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Peso cápsula seca y vacía (g)	53,48	53,32	53,28	53,31
Peso cápsula con residuo (g)	53,89	53,73	53,70	53,79
Peso de la muestra (g)	0,85	0,94	0,95	1,01
Porcentaje de α celulosa %	47,23%	43,43%	43,79%	47,53%

Nota: La tabla 16 muestra los datos obtenidos para el cálculo de alfa celulosa para la naranja de tipo valencia.

Tabla 17.

Resultados de alfa celulosa obtenidos para naranja tipo tangelo.

	Naranja Tipo Tangelo			
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Peso cápsula seca y vacía (g)	51,85	51,95	51,83	51,82
Peso cápsula con residuo (g)	52,25	52,32	52,21	52,20
Peso de la muestra (g)	1,04	0,98	1,01	0,99
Porcentaje de α celulosa %	38,07%	37,39%	37,67%	37,98%

Nota: La tabla 17 muestra los datos obtenidos para el cálculo de alfa celulosa para la naranja de tipo Tangelo.

Tabla 18.

Resultados promedio de alfa celulosa.

Tipo de naranja	Porcentaje de αcelulosa %
Valencia	45,50%
Tangelo	37,78%

Nota: La tabla 18 muestra el promedio de los datos obtenidos de alfa celulosa para los dos tipos de naranja.

Para la culminación de este objetivo y capítulo se realizó la extracción de celulosa en donde como efluente se tienen el licor negro de cocción alcalino, la maduración de celulosa y las reacciones de xantogenación y alcalinización para ambos tipos no presentaron diferencias. Por otra parte, se encontró que la naranja tangelo tiene aproximadamente un 8% más de alfa celulosa en comparación con la naranja valencia, lo cual afirma la presunción del capítulo anterior, la cual señalaba que, de la naranja valencia se podría extraer más celulosa ya que esta tenía un mayor porcentaje de fibra.

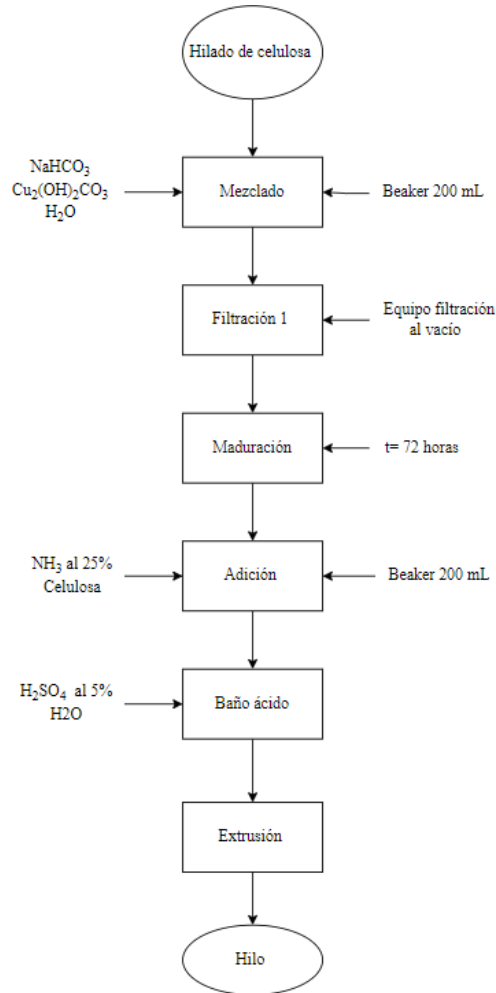
4. EVALUACIÓN PROCESO DE HILADO A NIVEL LABORATORIO

En este capítulo se presenta el hilado posterior a la maduración de la celulosa, para realizar este último se hizo uso del método de rayón cuproamoniacal, el cual se realizó en el laboratorio, en donde se obtuvo carbonato de cobre ($\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$) a partir de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) y sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4(\text{H}_2\text{O})_5$), se filtró este sólido y se diluyó en amoníaco al 30%, a esta dilución se le añadió la celulosa obtenida dando como resultado un líquido viscoso el cual fue extruido en un baño de ácido sulfúrico al 5%, el hilo se separó del baño una vez este había perdido su color azul intenso, se lavó con agua y se dejó secando al ambiente.

4.1. Procedimiento

Figura 35.

Diagrama de flujo para el hilado de celulosa.



Nota: La figura 35 muestra el diagrama de bloques que se emplea para el hilado de celulosa por el método rayón cuproamonio.

4.2. Preparación y precipitación del sulfato de cobre

Según el Informe "Obtención de Rayón Cuproamónico" de 2016 por P. G. Yomar y G. L. Ider, se pesaron 15g de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) y 22,5g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4(\text{H}_2\text{O})_5$) en dos vasos diferentes de precipitado, posteriormente se agregaron 25mL y 40mL de agua destilada respectivamente. La solución de bicarbonato de sodio pentahidratado en agua se agrega paulatinamente a la solución de sulfato de cobre ya que esta reacción libera CO_2 causando derrames. Se realiza una filtración, se desecha el líquido y el sólido filtrado se deja en reposo por 72 horas. La reacción dada es:

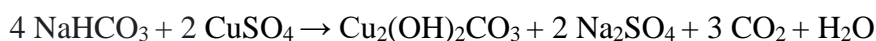


Figura 36.

Adición de bicarbonato de sodio a sulfato de cobre.



Nota. La figura 36 muestra la reacción entre el bicarbonato de sodio y el sulfato de cobre pentahidratado la cual libera CO_2 .

4.3. Adición de amoníaco al carbonato de cobre

A 5g del sólido obtenido de la reacción anterior se le agregan 30mL de amoníaco al 25%, la reacción genera un color azul intenso. Se deja decantar y se pasa el líquido a otro vaso de precipitado. La reacción dada es:

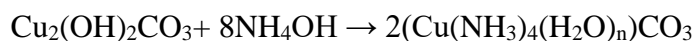


Figura 37.

Adición de amoníaco al 25% al sulfato de cobre.



Nota. La figura 37 muestra el color azul intenso obtenido de la reacción entre NH_3 y $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$.

4.4. Adición de la celulosa obtenida

Se adiciona la celulosa madurada obtenida a la solución preparada de color azul intenso, se añade celulosa hasta que la consistencia de la solución sea altamente viscosa (aproximadamente 1,5g para 30mL de solución).

4.5. Preparación de baño ácido

El baño ácido consta de ácido sulfúrico al 5%, su preparación se realizó midiendo con una pipeta 5mL de ácido sulfúrico concentrado al 98% y se vertieron a 95 mL de agua destilada en un vaso de precipitado.

4.6. Extrusión viscosa obtenida en baño ácido

Se realizó una extrusión, en donde se presiona el material a través de una boquilla, obteniendo un producto de forma simple y diámetro pequeño como lo es un hilo. La viscosa conseguida se extruyó con una hilandera metálica, esta última se sumerge en el ácido diluido hasta agotar la viscosa. El material extruido se deja en reposo hasta que este se torne de color blanco, puesto que la viscosa se recompone formando la seda, a este proceso se le conoce como polimerización, después de pasar un tiempo el hilo en el baño ácido va perdiendo su color azulado puesto que los iones de cobre se disuelven en el ácido lo que hace este último que se torne de color azul celeste.

Figura 38.

Hilado de líquido viscoso o rayón obtenido.



Nota. La figura 38 muestra la obtención del hilo de viscosa obtenido y siendo extruido en el baño ácido.

Figura 39.

Remoción de iones de cobre.



Nota. La figura 39 muestra la remoción de iones de cobre de la viscosa hilada y se tiñe de color azul.

Figura 40.

Hilo blanco obtenido en baño ácido.



Nota. La figura 40 muestra el hilo blanco en el baño ácido.

Figura 41.

Muestras de hilo obtenido seco.



Nota. La figura 41 muestra el hilo obtenido final a partir de los dos tipos de naranja, los más gruesos corresponden a la naranja de tipo valencia, los más finos corresponden a los extraídos de la naranja de tipo tangelo.

Figura 42.

Hilo más largo obtenido a partir de cáscaras de naranja tangelo.



Nota. La figura 42 muestra el hilo extraído de la cáscara de naranja tipo tangelo, cuya longitud máxima es de 7,5 cm.

A partir del hilado de la celulosa madurada obtenida se obtuvieron las fibras de hilo, las cuales mostraron que las fibras extruidas a partir de la naranja tipo valencia son más gruesas que las extruidas a partir de la naranja tangelo este grosor indica que, efectivamente y como se venía afirmando se obtienen más fibras de hilo a partir de la naranja valencia ya que esta tiene un mayor porcentaje de fibra y un mayor porcentaje de alfa celulosa

5. DIAGRAMAS DE PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE FIBRA TEXTIL

En este capítulo se presenta la propuesta del proceso en una planta piloto para la obtención de fibra textil a base de cáscara de naranja, se tomaron en cuenta las etapas de los procesos realizados en este documento junto con las condiciones de operación, las cuales serán plasmadas en un diagrama de flujo de bloques (BFD) y diagrama de flujo de proceso (PFD). Se realizó un balance de materia para 3kg de materia prima en donde se obtuvieron 2,69 kg de fibra textil.

5.1. Descripción del proceso

Para el pretratamiento de la materia prima, se toman cáscaras de naranja desechadas en puntos informales de venta de jugos de naranja en la ciudad de Bogotá. Estas cáscaras son limpiadas con agua para eliminar impurezas posteriormente se les remueve la pulpa que no se logró exprimir, tal que quede solamente la cáscara.

Las cáscaras con la pulpa removida se llevan a un proceso de secado en un horno de bandejas a 110°C durante 3 horas, para ser posteriormente molidas en un molino de rodillos hasta tener un diámetro de partícula menor a 1mm. Una vez molida la materia prima esta sufre un proceso de desengrasado y extracción de esencias en mezcla con de éter de petróleo, esta mezcla se filtra obteniendo como sólido la cáscara desengrasada y sin esencias y un líquido filtrado de color amarillo éter de petróleo con la grasa extraída correspondiente al 1% de la materia prima inicial. Para poder reciclar en un 98% el éter de petróleo se realiza una destilación por diferentes puntos de ebullición en donde este se recupera saliendo por cimas y siendo condensado, por fondos se retira la grasa extraída.

Con la materia prima desengrasada se extrae la celulosa contenida, esto se logra por medio de una digestión en un reactor con NaOH al 20% en una relación 1:7 con una temperatura controlada de 90°C, una agitación constante con la cual no se genere turbulencia ni puntos muertos en el reactor (mayor o igual 280 rpm) durante 2 horas, esta reacción separa la lignina de la hemicelulosa y la celulosa, componentes principales presentes en la cáscara de naranja. Después del tiempo de reacción el licor negro de digestión es filtrado y desechado, el sólido filtrado consta del 50% de la materia prima que ingresa al reactor, este debe ser llevado a un proceso de blanqueamiento con peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 50% y agua destilada, se deja reaccionar por un tiempo de mínimo 24 horas para posteriormente realizar un filtrado, en donde el líquido filtrado consta de agua, peróxido de hidrógeno y un 5% de la materia prima a

blanquear que ingresó inicialmente. El sólido filtrado de color blanco reacciona con disulfuro de carbono (CS_2) en una etapa conocida como xantogenación, la cantidad necesaria para esta reacción requiere que 32,5% del peso de la materia prima sea disulfuro de carbono, seguidamente se agrega una solución de NaOH al 18% en relación 1:1 y se filtra nuevamente, el sólido recuperado tiene el 60% del peso que ingresa a la disolución, de igual manera éste procede a una etapa de maduración durante 72 horas en donde la celulosa toma una forma similar al algodón (véase figura 18), el líquido restante de la filtración se desecha.

Al requerirse de un tiempo de retención en el proceso (72 horas para que se dé la reacción de polimerización de celulosa y se estabilice el producto), se indica que, e proceso por lotes, el cual se caracteriza por obtener la cantidad total de producto pasado un tiempo definido, una vez ingresada la cantidad de materia prima.

Para obtener el hilo propuesto se realiza el hilado de rayón cuproamónico el cual consiste en hacer reaccionar amoniaco al 30% con carbonato de cobre, esta solución tiene un 85,7% de amoniaco y el restante es carbonato de cobre, se agrega la celulosa madurada para conseguir un líquido altamente viscoso (1,5g por cada 30mL de NH_3).

Finalmente, con una máquina extrusora el líquido altamente de viscoso pasa a través de ella para ser ingresado a un baño de ácido sulfúrico al 5%, al tener una concentración mayor el hilo se descompone por esta razón se maneja concentración de 5%, allí permanecerá hasta que su color se torne de azul intenso a blanco, una vez esto suceda el hilo se retira del baño ácido para ser lavado con agua destilada y posteriormente secado a temperatura ambiente, produciendo la fibra textil.

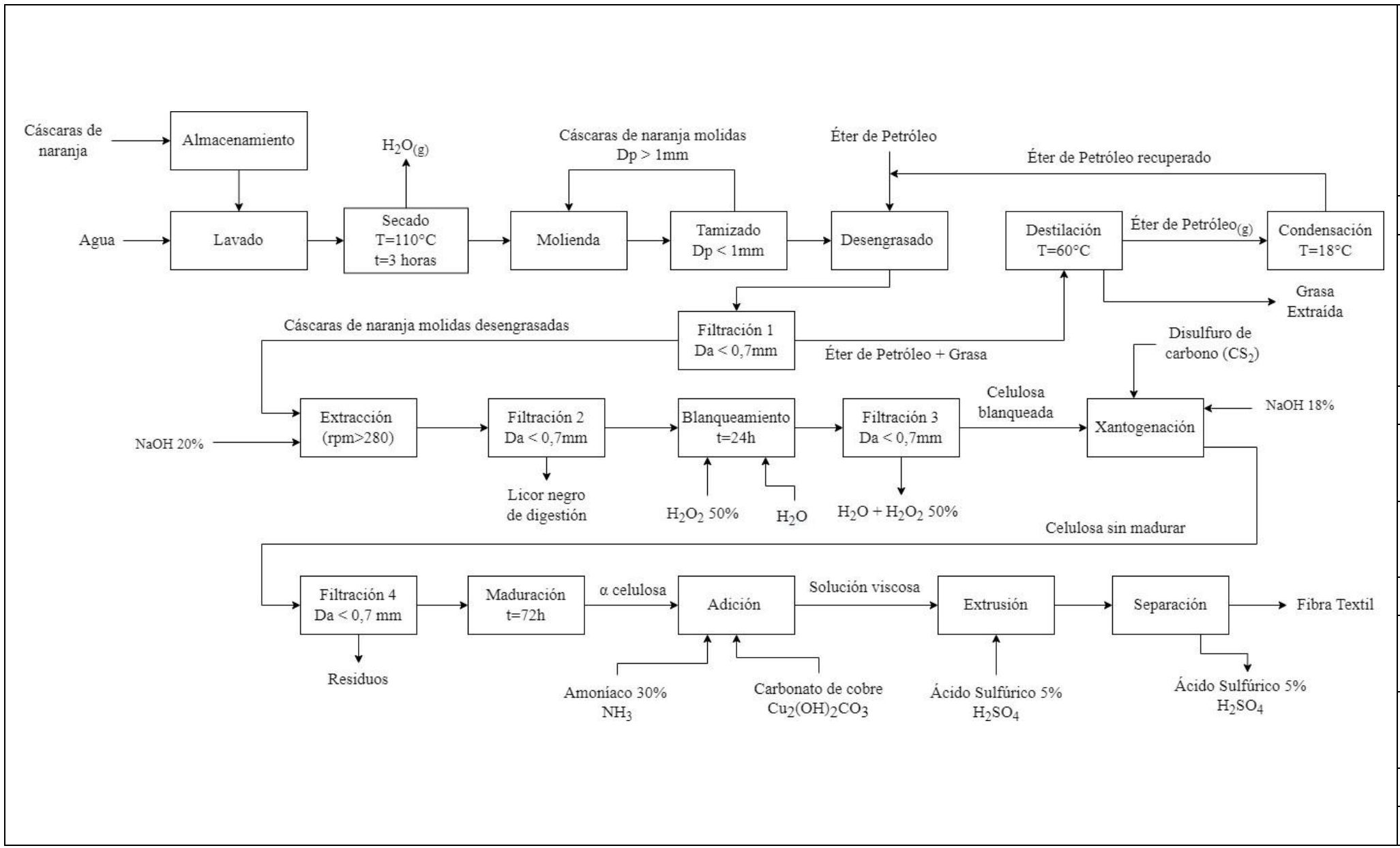
5.2. Diagramas de proceso

5.2.1. Diagrama de bloques

Se presenta el diagrama de bloques correspondiente para la obtención de fibra textil a partir de la cáscara de naranja, se tendrán en cuenta las operaciones y procesos unitarios presentes de la propuesta realizada, en cada bloque, así como también algunas condiciones de operación y las materias primas requeridas para la obtención de la fibra.

5.2.2 Diagrama PFD

El diagrama PFD realizado muestra los equipos junto con su nomenclatura y las corrientes de proceso, el balance de masa requerido mostrado en las tablas adjuntas al diagrama y su composición, muestra que a partir de 3kg de materia prime se obtienen hasta 12 kg de fibra.



Fundación
Universidad de América

Título

Diagrama de bloques
para la producción de
fibra textil a partir de
cáscara de naranja

Realizado por:

Laura Tatiana Romero
Bernal

Angie Rocío Vergara
Pineda

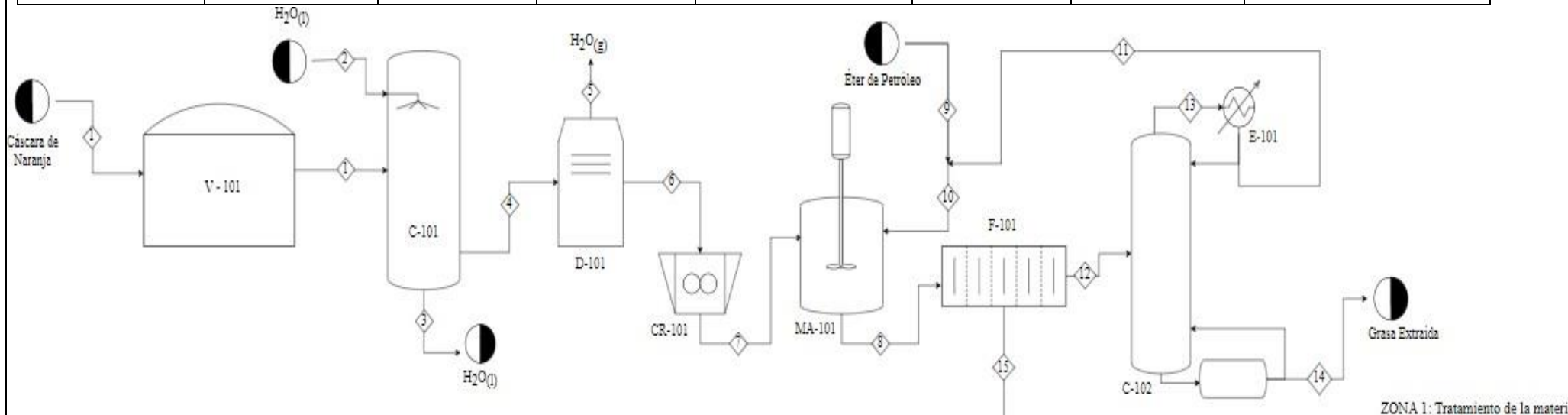
Fundación Universidad
de América

Programa Ingeniería
Química

Noviembre 2022

Bogotá D.C Colombia

V-101 Tanque de almacenamiento	C-101 Columna de lavado	D-101 Horno de bandejas	CR-101 Molino de rodillos	MA-101 Agitador mecánico	F-101 Filtro	E-101 Condensador	C-102 Columna de destilación
-----------------------------------	----------------------------	----------------------------	------------------------------	-----------------------------	-----------------	----------------------	---------------------------------



Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura (°C)	18	18	18	18	110	110	18	18	18	18	18	18	50	18	18
Flujo másico (kg/día)	3	6	6	3,00	1,80	1,20	1,20	7,44	0,12	6,24	6,12	6,25	6,12	0,01	1,19
Flujo volumétrico (L/día)	-	6	6	-	-	-	-	-	0,19	9,60	9,41	-	9,41	-	-
Fracción másica (x)															
Cáscara	1,00	0,00	0,00	1,00	0,00	1,00	1,00	0,15	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,99
Celulosa	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
H₂O	0,00	1,00	1,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Éter de Petróleo	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,84	1,00	1,00	0,98	0,99	0,98	0,02	0,01
Grasa extraída	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,02	0,01	0,02	0,98	0,00
NaOH al 20%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00



Fundación
Universidad de América

Título

Diagrama de proceso para la producción de fibra textil a partir de cáscara de naranja

Nota: El diagrama muestra la zona 1 para la producción de la fibra textil (tratamiento de la materia prima). Las tablas hacen referencia al balance de masa para cada corriente junto con su composición

Realizado por:

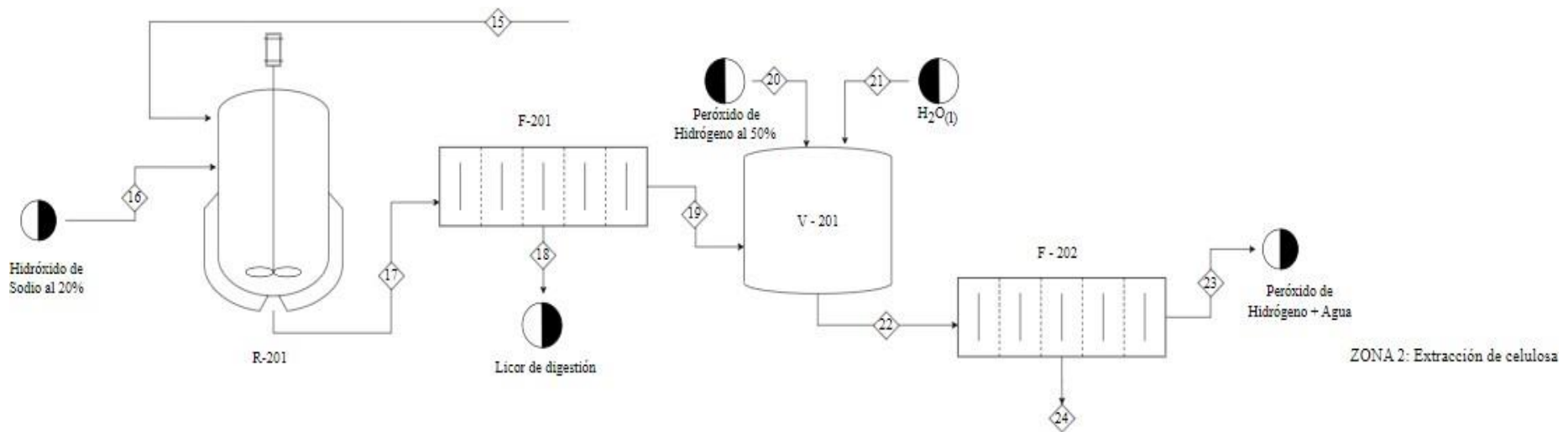
Laura Tatiana Romero Bernal

Angie Rocío Vergara Pineda

Fundación Universidad de América

Programa Ingeniería Química

R-201 Reactor de digestión	F-201 Filtro	V-201 Tanque de blanqueamiento	F-202 Filtro
-------------------------------	-----------------	-----------------------------------	-----------------

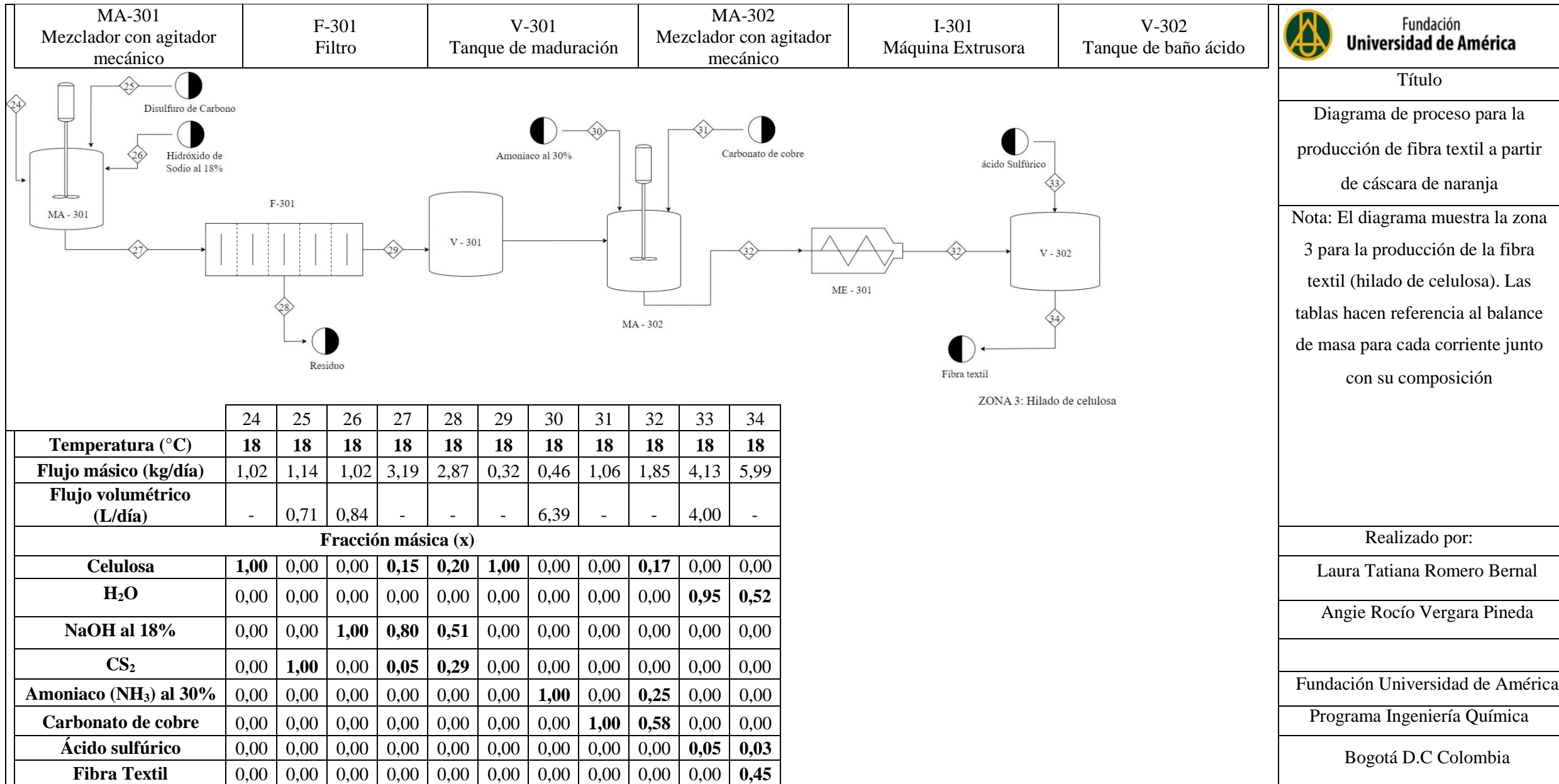


	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Temperatura (°C)	18	90	40	40	18	18	18	18	18
Flujo másico (kg/día)	10,13	11,32	10,49	0,83	2,66	0,33	3,82	2,80	1,02
Flujo volumétrico (L/día)	8,32	-	-	-	2,21	0,33	-	-	-
Fracción másica (x)									
Cáscara	0,00	0,10	0,30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Celulosa	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,23	0,01	1,00
H₂O	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,66	0,85	0,00
NaOH al 20%	1,00	0,90	0,70	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
NaOH al 18%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
H₂O₂ al 50%	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,11	0,14	0,00



**Fundación
Universidad de América**

Título
Diagrama de proceso para la producción de fibra textil a partir de cáscara de naranja
Nota: El diagrama muestra la zona 2 para la producción de la fibra textil (Extracción de celulosa). Las tablas hacen referencia al balance de masa para cada corriente junto con su composición
Realizado por:
Laura Tatiana Romero Bernal
Angie Rocío Vergara Pineda
Fundación Universidad de América
Programa Ingeniería Química



5.3. Balance de masa

Tabla 19.

Balance de masa. Zona 1: Tratamiento de la materia prima

Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura (°C)	18	18	18	18	110	110	18	18	18	18	18	18	50	18	18
Flujo másico (kg/día)	3	6	6	3,00	1,80	1,20	1,20	7,44	0,12	6,24	6,12	6,25	6,12	0,01	1,19
Flujo volumétrico (L/día)	-	6	6	-	-	-	-	-	0,19	9,60	9,41	-	9,41	-	-
Fracción másica (x)															
Cáscara	1,00	0,00	0,00	1,00	0,00	1,00	1,00	0,15	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,99
Celulosa	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
H₂O	0,00	1,00	1,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Éter de Petróleo	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,84	1,00	1,00	0,98	0,99	0,98	0,02	0,01
Grasa extraída	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,02	0,01	0,02	0,98	0,00
NaOH al 20%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Nota. La Tabla 19 muestra las temperaturas de operación, los flujos y las fracciones másicas correspondientes para cada una de las corrientes de la zona 1 del proceso, tratamiento de la materia prima.

Tabla 20.*Balance de masa. Zona 2: Extracción de celulosa*

	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Temperatura (°C)	18	90	40	40	18	18	18	18	18
Flujo másico (kg/día)	10,13	11,32	10,49	0,83	2,66	0,33	3,82	2,80	1,02
Flujo volumétrico (L/día)	8,32	-	-	-	2,21	0,33	-	-	-
Fracción másica (x)									
Cáscara	0,00	0,10	0,30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Celulosa	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,00	0,23	0,01	1,00
H₂O	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,66	0,85	0,00
NaOH al 20%	1,00	0,90	0,70	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
NaOH al 18%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
H₂O₂ al 50%	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,11	0,14	0,00

Nota. La Tabla 20 muestra las temperaturas de operación, los flujos y las fracciones másicas correspondientes para cada una de las corrientes de la zona 2 del proceso, extracción de celulosa.

Tabla 21.*Balace de masa. Zona 3: Hilado de celulosa*

	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
Temperatura (°C)	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18
Flujo másico (kg/día)	1,02	1,14	1,02	3,19	2,87	0,32	0,46	1,06	1,85	4,13	5,99
Flujo volumétrico (L/día)	-	0,71	0,84	-	-	-	6,39	-	-	4,00	-
Fracción másica (x)											
Celulosa	1,00	0,00	0,00	0,15	0,20	1,00	0,00	0,00	0,17	0,00	0,00
H₂O	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,95	0,52
NaOH al 18%	0,00	0,00	1,00	0,80	0,51	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
CS₂	0,00	1,00	0,00	0,05	0,29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Amoniaco (NH₃) al 30%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,00	0,25	0,00	0,00
Carbonato de cobre	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,00	0,58	0,00	0,00
Ácido sulfúrico	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,05	0,03
Fibra Textil	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,45

Nota. La Tabla 21 muestra las temperaturas de operación, los flujos y las fracciones másicas correspondientes para cada una de las corrientes de la zona 3 del proceso, hilado de celulosa

Finalmente, en este capítulo se graficaron los diagramas para todo el proceso de obtención de la fibra textil a partir de la cáscara de naranja. Se realizó el correspondiente balance de masa para una planta piloto a la que ingresan 3 kg de cáscaras de naranja y como producto final se producen 12kg de fibra textil, se consigue casi cuatro veces la materia prima ingresada, debido a los aditivos que hay durante el proceso (CS_2 , NaOH , solución de hilado, entre otros). En el baño ácido final y antes de ser separado el hilo obtenido, en el tanque hay una composición de 45% de hilo es estado sólido, 3% de ácido sulfúrico y 52% agua.

CONCLUSIONES

Se identificaron las características fisicoquímicas para los dos tipos de naranja más cultivadas en Colombia, en donde los resultados obtenidos fueron para la naranja tipo valencia y tangelo un 67,80% y 56,19% de humedad, 1,64% y 4,78% de ceniza, 0,89% y 3,33% de grasa, 9,65% y 8,67% de fibra respectivamente. El porcentaje de fibra indica que de la naranja tipo valencia se puede extraer una cantidad más alta de celulosa.

A partir del método soda y llevando a la práctica la etapa de xantogenación con disulfuro de carbono y NaOH, se extrajo una cantidad de celulosa para cada uno de los tipos de cáscara de naranja, posteriormente, se determinó por medio del método Kurschner y Hoffer que, el porcentaje de alfa celulosa extraída de la naranja valencia es 45,50%, este porcentaje es mayor a la de la naranja tangelo de la cual se extrajo un 37,80% de alfa celulosa.

Se evaluó el proceso de hilado de celulosa con el método de rayón cuproamónico, del cual se obtuvieron las fibras textiles, en donde las más delgadas fueron producto del hilado de la celulosa extraída de la naranja tangelo y las más gruesas se consiguieron a partir de la naranja valencia, esto debido al contenido de alfa celulosa que cada una de estas presentan.

Los diagramas BFD y PFD se propusieron a partir del proceso realizado que consta de tres etapas principales (tratamiento de la materia prima, extracción de celulosa e hilado de celulosa), asimismo se desarrolló el balance de materia llevado a escala piloto del cual se obtienen 2,69kg de fibra textil a partir de 3kg de cáscaras de naranja.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] M. A. Sentená, *Huella Ecológica del sector Textil-Confección en Colombia para el año 2018*, tesis pre. Facultad de estudios Ambientales y Rurales, Pontificia Universidad Javeriana, Bogotá, Colombia, 2021
- [2] L. Carreño Rojas, "Moda sostenible: el reto de la industria textil en Colombia", *El Espectador*, 30 de noviembre de 2021.
- [3] T. L. Alvarado, A. T. Hernández, "Revisión de alternativas sostenibles para el aprovechamiento del orujo de naranja.", *Revista Colombiana de Investigaciones Agroindustriales*, vol. 5, no. 2, pp. 9-32, agosto, 2018, DOI: <https://doi.org/10.23850/24220582.1393>
- [4] A. Conti, S. Huerta, P. Salvatico, *Producción de fibra textil a partir de cáscaras de cítricos*, tesis pre. Facultad de Ingenierías, Universidad Tecnológica Nacional facultad regional villa maría, Córdoba, Argentina, 2019.
- [5] Á. M. Trujillo, *Plan de negocio para el aprovechamiento de residuos de naranja en Bogotá D.C. y la generación de oportunidades innovadoras y sostenibles con miras al mercado internacional*, tesis pre. Facultad de Ciencias Sociales y Empresariales, Universidad Piloto de Colombia, Bogotá, Colombia, 2019.
- [6] Caracol Radio. (s. f.). "La moda sostenible en Colombia". [En línea] https://caracol.com.co/programa/2021/09/26/planeta_caracol/1632661140_980620.htm
- [7] M. Soto (22, abril, 2020). "Industria de la moda es responsable del 10% de las emisiones mundiales". Casa informativa Ojo al clima. [En línea]. <https://ojoalclima.com/industria-de-la-moda-es-responsable-del-10-de-las-emisiones-mundiales/>
- [8] Geoinnova. (s. f.). "Huella de carbono en el sector textil". [En línea] <https://geoinnova.org/huella-carbono-sector-textil>
- [9] B. Seymour, R. y Carraher, Jr, C. E.. "Polymer Chemistry, An Introduction", Third Edition (3a ed.). EDITORIAL REVERTÉ, S.A.
- [10] C. H. Santacruz Melo . *Determinación del Potencial Técnico y Económico de URE para el Sector Textil Colombiano*. 2001
- [11] J.J. Gomez G., J. E. Gutiérrez B. *Diseño de una Extrusora para Plástico*. Tesis pre, Facultad de tecnologías, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia, 2007.

- [12] Ministerio de Comercio, Industria y Turismo. (agosto 14,2009). “ Resolución 1950 de 2009, Reglamento Técnico sobre etiquetado de confecciones” . Diario Oficial No. 47.419.
- [13] H. Reyes, J. A. Rodríguez, L. C. Cardona, “Análisis de la electrotransformación de lignina en la guadua "Angustifolia Kunth" del Quindío” . *Revista Ciencia en Desarrollo*, Vol. 6, no. 1, pp. 55-60, julio, 2015, DOI: <https://doi.org/10.19053/01217488.3649>
- [14] R. I, Zambrano C. *Conservación de zumo de naranja (citrus sinensis) utilizando dosis de miel de abeja y canela como conservante natural*, Tesis pre. Facultad de Ciencias Agropecuarias , Universidad Laica Eloy Alfaro de Manabí,Manta, Ecuador, 2014.
- [15] Alimentos Y Materias Primas. Determinación De Los Contenidos De Grasa Y Fibra Cruda, Norma Técnica Colombiana NTC 668, 1973.
- [16] F. E. Lockuán Lavado (2012), *III. La industria textil y su control de calidad. Hilandería*. [En Línea]. Disponible: https://books.google.com.co/books?id=nkJZ93e-9wC&printsec=frontcover&hl=es&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false
- [17] J. O. Orduz Rodríguez, A. Chacón Díaz y V. M. Linares Briceño, "Evaluación del potencial de rendimiento de tres especies y un híbrido de cítricos en la región del Ariari del departamento del Meta (Colombia) durante doce años, 1991- 2003", *Revista ORINOQUIA*, vol. 11, no. 2, p.p. 41-48, 2007. DOI: <https://doi.org/10.22579/20112629.155>
- [18] S. M. Trujillo Trujillo, A.E. Claros Beltrán, *Evaluación de los parámetros de calidad bajo la influencia de arvenses sobre la naranja tangelo en la finca la Granja vereda el Tablón, Municipio de la Plata, Huila.*, Tesis pre, Universidad Nacional Abierta y a Distancia, CEAD La Plata, Huila, Colombia, 2020.
- [19] Manual de recomendaciones técnicas para su cultivo en el departamento de Cundinamarca, Corredor Tecnológico Agroindustrial CTA-2, Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá, 2020.
- [21] González-Rentería, S.M., Soto-Cruz, N.O., Rutiaga-Quiñones, O.M., Medrano-Roldán, H., Rutiaga-Quiñones, J.G., & López-Miranda, J. (2011). Optimización del proceso de hidrólisis enzimática de una mezcla de pajas de frijol cuatro variedades (Pinto villa, Pinto saltillo, Pinto mestizo y Flor de mayo). *Revista mexicana de ingeniería química*, 10(1), 17-28. Recuperado en 30 de noviembre de 2022, de

http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1665-27382011000100003&lng=es&tlng=es.

- [22] P. G. Yomar y G. L. Ider, "Obtención de Rayón Cuproamónico", Ayacucho, Informe, 2016.
- [23] F. Carrillo Navarrete, "Caracterización estructural de fibras lyocell y su comportamiento frente a procesos de degradación", Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Cataluña, Terrassa, 2002.
- [24] L. Hessler y G. Merola, "Determination of Cellulose in Cotton and Cordage Fiber". 1949, pp. 695–698. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1021/ac60030a014>.
- [25] M. J. Lis Arias, "Comportamiento cinético de fibras tencell con colorantes directos.", Tesis doctoral, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, 2002. [En línea]. Disponible: <http://hdl.handle.net/2117/93801>
- [26] Net Interlab S.A. "¿Qué es determinación de humedad en alimentos?" [En línea]. Disponible: <https://net-interlab.es/>.
- [27] Dingonatura. "¿Qué son las cenizas de los alimentos?" 2020 [En línea]. Disponible: <https://www.dingonatura.com/>.
- [28] Colegio de bachilleres del estado de sonora. "Análisis de alimentos 1 manual de prácticas", Hermosillo, 2007.
- [29] Dra. A. Haro García. "Naranja". Lactalis Puleva S.L. <https://www.lechepuleva.es>
- [30] O. E. García Ochoa, R. B. Infante y C. J. Rivera, "Hacia una definición de fibra alimentaria", Anales Venezolanos de Nutrición, vol. 21, n.º 1, 2008
- [31] Dr. R. A. Gonzales Castellanos, Principios Básicos de Escalado. Matanzas: Editorial Universitaria del Ministerio de Educación Superior de la República de Cuba, 2000.
- [32] "Obtención de pulpa de papel a partir de residuos de la naranja común y limón ponderoso", Trabajo de grado, Universidad Central Del Ecuador, Quito, 2016.
- [33] P. Strunk, "Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers", Umea University, Sweden, 2012.
- [34] AOAC Official Method. Moisture in Meat, 950.46, Association of Official Analytical Chemists International, 1950
- [35] AOAC Official Method. Ash of Animal Feed, 942.05, Association of Official Analytical Chemists International, 1942.

- [36] Animal feeding stuffs — Determination of crude fiber content — Method with intermediate filtration, ISO 6865:2000, International Organization for Standardization, 2000.
- [37] J. Londoño Londoño, J. Sierra, R. Álvarez, A.M. Restrepo Duque y C.P. Passaro Carvalho. “Aprovechamiento de los subproductos cítricos”, *Cítricos: Cultivo, Poscosecha E Industrialización*. Caldas. 2012, capítulo 12, 370 páginas. URI: <http://hdl.handle.net/10567/452>
- [38] Mercados Campesinos. "Naranja Valencia". [En línea]. Disponible: <https://www.mercadoscampesinos.gov.co/tienda/frutas/naranja-valencia-2/>.
- [39] Libertyprim. "Tangelo Cítricos, variedades, producción, estacionalidad | Libertyprim". Libertyprim' the platform for professionals in the fruit and vegetable sector. [En línea]. Disponible: <https://www.libertyprim.com/es/lexique-familles/463/tangelo-lexique-des-citricos.htm>.
- [40] A. Sanz Tejedor. "Tecnología de la celulosa. La industria papelera". Escuela de Ingenierías Industriales - UVA. [En línea]. Disponible: <https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema-03.php>.
- [41] A. Gómez Manrique, "Visión general del aprovechamiento de residuos cítricos como materia prima de biorrefinerías", Cuadernos del Tomás, 2018, art. n.º 10
- [42] C. G. Wilkerson, S. D. Mansfield, F. Lu, S. Withers, J.-Y. Park, S. D. Karlen, E. Gonzales-Vigil, D. Padmakshan, F. Unda, J. Rencoret, and J. Ralph (2014) Monolignol Ferulate Transferase Introduces Chemically Labile Linkages into the Lignin Backbone. *Science* 344 (6179), 90–93. DOI:10.1126/science.1250161
- [43] J. J. Virreira Flores y O. A. Góngora Pereira, Caracterización fisicoquímica de las cascaras de naranja (*Citrus sinensis* L.) y pomelo (*Citrus grandis*), para obtener bioetanol. Tesis pregrado. Facultad de ingeniería química, Universidad Nacional de la Amazonía Peruana, Iquito, Perú, 2014.

ANEXOS

ANEXO 1

RECOMENDACIONES

A partir de toda la metodología realizada en el documento, se recomienda que para el proceso de extracción de celulosa utilizar otros métodos de extracción no empleados en la investigación, como el método Kraft en donde sus tiempos de cocción son menores y el licor de cocción sobrante es llevado a un tratamiento de recuperación [4].

Se sugiere hacer uso del método de obtención de fibras Lyocell, el cual utiliza solo un solvente llamado N-óxido de N-metilmorfolina el cual transforma la pulpa de celulosa en fibra textil, este reactivo se puede reutilizar hasta 4 veces y está demostrado que es menos tóxico que el etanol [4].

Se recomienda realizar pruebas para determinar las propiedades mecánicas de la fibra obtenida, tales como ensayos de tracción, torsión, elasticidad o elongación y pruebas adicionales que se evalúan en los hilos como resistencia química, solidez de color e inflamabilidad.

ANEXO 2

NORMA AOAC 950.46

39.1.02

AOAC Official Method 950.46 Moisture in Meat First Action 1950

A. *Drying in vacuo at 95–100°C* —Final Action

Proceed as in 934.01 (see 4.1.03). (Not suitable for high fat products such as pork sausage.)

B. *Air Drying* —First Action —Final Action 1991

(a) With lids removed, dry test sample containing ca 2 g dry material 16–18 h at 100–102°C in air oven (mechanical convection preferred). Use covered Al dish ≥50 mm diameter and ≤40 mm deep. Cool in desiccator and weigh. Report loss in weight as moisture, g.

(b) With lids removed, dry test sample containing ca 2 g dry material to constant weight (2–4 h depending on product) in mechanical convection oven or in gravity oven with single shelf at ca 125°C. Use covered Al dish ≥50 mm diameter and ≤40 mm deep. Avoid excessive drying. Cover, cool in desiccator, and weigh. Report loss in weight as moisture, g. (Dried test sample is not satisfactory for subsequent fat determination.)

References: *JAOAC* 33, 749(1950); 36, 279(1953).

ANEXO 3
NORMA AOAC 942.05

4.1.10

AOAC Official Method 942.05
Ash of Animal Feed
First Action 1942
Final Action

Weigh 2 g test portion into porcelain crucible and place in temperature controlled furnace preheated to 600°C. Hold at this temperature 2 h. Transfer crucible directly to desiccator, cool, and weigh immediately, reporting percent ash to first decimal place.

$$\% \text{ (w/w) ash} = \frac{\text{weight of test portion, g} - \text{weight loss on ashing, g}}{\text{weight of test portion, g}} \times 100$$

References: *JAOAC* **25**, 857(1942); **26**, 220(1943).

ANEXO 4

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA 668

StuDocu.com

Norma Técnica Colombiana 668 Fibra Y Grasa

Posproducción (Universidad del Quindío)

StuDocu is not sponsored or endorsed by any college or university

Downloaded by Angie Vergara (angieva7x@gmail.com)

NORMA TÉCNICA NTC COLOMBIANA 668

1973-05-16

**ALIMENTOS Y MATERIAS PRIMAS.
DETERMINACIÓN DE LOS CONTENIDOS DE
GRASA Y FIBRA CRUDA**



E: FOOD AND RAW MATERIAL. DETERMINATION OF FAT
AND CRUDE FIBER CONTENT

CORRESPONDENCIA:

DESCRIPTORES: alimento; producto
 alimenticio;
 contenido de grasa; contenido
 de fibra cruda; ensayo.

I.C.S.: 67.040.00

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación
(ICONTEC) Numeral 14237 Bogotá, D.C. Tel. 6078888 Fax 2221435

Prohibida su reproducción
05

Editada 2002-08-

PRÓLOGO

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, **ICONTEC**, es el organismo nacional de normalización, según el Decreto 2269 de 1993.

ICONTEC es una entidad de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es fundamental para brindar soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

La representación de todos los sectores involucrados en el proceso de Normalización Técnica está garantizada por los Comités Técnicos y el período de Consulta Pública, este último caracterizado por la participación del público en general.

La NTC 668 fue ratificada por el Consejo Directivo de 1973-05-16

Esta norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

A continuación se relacionan las empresas que colaboraron en el estudio de esta norma a través de su participación en el Comité Técnico C15.3 Alimentos para animales.

ALIMENTOS CONCENTRADOS RAZA S.A.	INSTITUTO COLOMBIANO DE
ASOCIACIÓN COLOMBIANA DE	NORMAS TÉCNICAS ICONTEC
FABRICANTES DE ALIMENTOS PARA	LLOREDA GRASAS Y
ANIMALES ACOFAL	ACEITES VEGETALES
BAVARIA S.A.	LTDA. MINISTERIO DE
CAJA DE CRÉDITO AGRARIO INDUSTRIAL Y	AGRICULTURA PURINA
MINERO	COLOMBIANA S.A.
COMPAÑÍA COLOMBIANA DE GRASAS	SUPERINTENDENCIA DE
COGRA S.A.	INDUSTRIA Y COMERCIO
COMPAÑÍA QUÍMICA INDUSTRIAL QUIN S.A.	UNIVERSIDAD NACIONAL DE
INSTITUTO COLOMBIANO	COLOMBIA BOGOTÁ
AGROPECUARIO ICA	

La aprobación del proyecto estuvo a cargo del comité C15.0 Agropecuario

ACEITES VEGETALES REFINADOS, LTDA.	BANCO DE LA
ACEITALES	REPÚBLICA
ACEITES Y GRASAS VEGETALES LTDA.	BAVARIA S.A.
ACEGRASAS	CAJA DE CRÉDITO
ALIMENTOS CONCENTRADOS RAZA S.A.	AGRARIO INDUSTRIAL Y
ALMACENES GENERALES DE DEPÓSITO	MINERO CENTRO DE
SANTA FE ALMAVIVA	INVESTIGACIONES
ASOCIACIÓN COLOMBIANA DE	TECNOLÓGICAS DE LA
FABRICANTES DE ALIMENTOS PARA	COSTA ATLÁNTICA,
ANIMALES ACOFAL	CITCA
ASOCIACIÓN NACIONAL DE	COMPAÑÍA COLOMBIANA DE
INDUSTRIALES, ANDI	GRASAS, COGRA S.A.
	COMPAÑÍA QUÍMICA INDUSTRIAL
	QUIN S.A. CONSEJO COLOMBIANO
	DE
	SEGURIDAD INDUSTRIAL

CRISTALERÍA PELDAR S.A. ELI
LILLY INTERAMERICA INC.
FEDERACIÓN NACIONAL DE
ALGODONEROS FEDERACIÓN
NACIONAL DE ARROCEROS
FEDERACIÓN NACIONAL DE
CULTIVADORES DE CEREALES
FENALCE
FEDERACIÓN NACIONAL DE
FABRICANTES DE GRASAS Y ACEITES
COMESTIBLES FEDEGRASAS FRUTERA
COLOMBIANA S.A. FRUCO INDUSTRIAS
METÁLICAS IDERNA S.A. INSTITUTO
COLOMBIANO AGROPECUARIO ICA

INSTITUTO DE
INVESTIGACIONES
TECNOLÓGICAS
LLOREDA GRASAS Y
ACEITES VEGETALES
LTDA. MINISTERIO DE
AGRICULTURA
MINISTERIO DE
DESARROLLO
ECONÓMICO
PRODUCTOS ALIMENTICIOS
DORIA S.A. PRODUCTOS
FITOSANITARIOS DE COLOMBIA
S.A. PROFICOL
PURINA COLOMBIANA S.A.
SOCIEDAD DE
AGRICULTORES DE
COLOMBIA SAC
SUPERINTENDENCIA DE
INDUSTRIA Y COMERCIO
UNIVERSIDAD DEL VALLE
IDELAC UNIVERSIDAD NACIONAL
DE COLOMBIA
-- BOGOTÁ

ICONTEC cuenta con un Centro de Información que pone a disposición de los interesados normas internacionales, regionales y nacionales.

**DIRECCIÓN DE
NORMALIZACIÓN**

**ALIMENTOS Y MATERIAS PRIMAS
DETERMINACIÓN DE LOS CONTENIDOS DE GRASA Y FIBRA CRUDA**

1. OBJETO

1.1 Esta norma tiene por objeto establecer los métodos para la determinación de grasa y fibra cruda en las materias primas que se utilizan para la elaboración de alimentos para consumo humano y animal, así como en los productos terminados.

6. ENSAYOS

6.1 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Se tritura una porción adecuada de muestra hasta que el 95 % de la misma pase a través de un tamiz ICONTEC No. 18 (1 mm), se incorpora lo que queda retenido en el tamiz y se homogeneiza.

6.2 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE GRASA

6.2.1 Aparatos

6.2.1.1 Aparato de extracción tipo Twisselman, Butt, Soxhlet o Gold-Fish.

6.2.1.2 Molino de laboratorio

6.2.1.3 Algodón absorbente

6.2.1.4 Papel de filtro Whatman, No.2 o su equivalente.

6.2.2 Reactivos

6.2.2.1 Éter de petróleo anhidro con punto de ebullición de 35°C a 60°C.

6.2.3 Procedimiento

6.2.3.1 Con aparatos de tipo Twisselman, Butt o Soxhlet.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 668

- a) Se pesan 5 g de la muestra molida y seca y se colocan en un cartucho de extracción en tal forma que no haya pérdida de material. En la parte superior del cartucho se coloca un trozo de algodón absorbente, previamente desengrasado, para distribuir el disolvente que gotea sobre la muestra.
- b) Se procede a la extracción con unos 50 cm³ de éter de petróleo anhidro. Se calienta en baño maría o sobre un disco eléctrico en forma tal que el disolvente gotee desde el condensador al centro del cartucho a una velocidad de por los menos 300 gotas por minuto.
- c) Se mantiene constante el volumen del disolvente y se continúa la extracción durante 3 h como mínimo. Se verifica el agotamiento de la materia grasa repitiendo las extracciones en períodos de 30 min como mínimo.
- d) Se deja enfriar, se separa el matraz de extracción, se evapora el éter con vapor en un baño maría y se elimina totalmente en una estufa de aire.
- e) Se deja enfriar en un desecador y se pesa con precisión al miligramo. Luego se repite el calentamiento en una estufa de aire a 100 °C, en períodos de 30 min; hasta peso constante.

6.2.3.2 Con aparato tipo Gold-Fish.

- a) Se pesan 2 g de la muestra molida y seca, se colocan en un cartucho con suficiente porosidad para permitir el paso rápido del éter y se extrae así durante un tiempo que puede durar desde 4 h, a una velocidad de 30 gotas por minuto, hasta 10 h a una velocidad de 120 gotas por minuto. Finalmente se seca el extracto por 30 minutos a 100 °C, se enfría y se pesa.

6.2.4 Cálculos

El contenido de materia prima grasa se calcula aplicando la siguiente ecuación:

$$Mg = \frac{G_1}{G_2} \times 100$$

Siendo:

- Mg* contenido de materia grasa, expresado en porcentaje
- G*₁: peso de la materia grasa extraída, en gramos.
- G*₂: peso de la muestra, en gramos

6.3 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE FIBRA CRUDA

6.3.1 Aparatos

6.3.1.1 Aparato para digestión.

6.3.1.2 Matraz de 600 cm³.

6.3.1.3 Fuente de calor.

6.3.1.4 Crisol de porcelana.

6.3.1.5 Estufa de aire.

6.3.1.6 Mufla con control pirométrico.

6.3.1.7 Desecador.

6.3.1.8 Crisol Gooch.

6.3.1.9 Papel de filtro Whatman No. 41, o su equivalente.

6.3.2 Reactivos

6.3.2.1 Solución al 1,25 % de ácido sulfúrico.

6.3.2.2 Solución al 1,26 % de hidróxido de sodio libre de carbonato de sodio.

6.3.2.3 Amianto. Se prepara, tomando una capa delgada de amianto y calcinando en una mufla a 600 °C durante 16 h. Luego se deja en digestión 30 min con la solución de ácido sulfúrico, se filtra, se lava con agua y se coloca de nuevo en digestión con hidróxido de sodio durante 30 min. Se filtra y se lava una con vez con ácido y después con agua hasta que quede libre de álcali; se seca y se calcina de nuevo durante 2 h a 600 °C.

6.3.2.4 Alcohol etílico al 95 % en volumen.

6.3.2.5 Un antiespumante apropiado.

6.3.3 Procedimiento

6.3.3.1 Del residuo proveniente de la extracción de muestra con éter de petróleo, se pesan aproximadamente 2 g y se colocan en un Erlenmeyer de 600 cm³ y se agrega 1 g de amianto. Si el contenido de grasa es menor del 1 % se puede utilizar la muestra sin el paso de extracción.

6.3.3.2 Se hierven a reflujo 200 cm³ de la solución de ácido sulfúrico y se transfieren al Erlenmeyer que contenga la muestra y el amianto. Se conecta al Erlenmeyer un refrigerante de reflujo y se calienta. El contenido del Erlenmeyer debe comenzar a hervir

dentro del minuto de iniciado el calentamiento y se mantiene la ebullición durante 30 min. La formación de espuma se evita con la adición de 1 ó 2 gotas del antiespumante y agitando periódicamente el Erlenmeyer con movimiento circular para remover cualquier sólido que se adhiera a las paredes.

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 668

6.3.3.3 Después de transcurridos los 30 min, se saca el Erlenmeyer y se filtra a través de un Buchner con succión, empleando papel de filtro Whatman No. 41 ó su equivalente. Luego se lava con agua casi hirviendo hasta que los lavados no presenten reacción ácida.

6.3.3.4 Se transfiere la muestra al Erlenmeyer original y se agregan 200 cm³ de la solución de hidróxido de sodio hirviendo.

6.3.3.5 Se conecta nuevamente el refrigerante al Erlenmeyer que contiene la muestra con amianto y la solución alcalina y se mantiene en ebullición durante 30 min; se filtra inmediatamente a través de un crisol Gooch con amianto, se lava primero con agua hirviendo y luego con 25 cm³ de alcohol etílico al 95 %.

6.3.3.6 Se seca el crisol y su contenido en una estufa a 130 °C durante 2 h, luego se deja enfriar en un desecador y se pesa. El calentamiento se repite hasta obtener peso constante,

6.3.3.7 Luego se coloca el crisol en una mufla a 600 °C ±1 5 °C hasta la eliminación del carbón. Esto se consigue aproximadamente en 30 min. Se deja enfriar en el desecador y se pesa.

6.3.3.8 Paralelamente debe hacerse un ensayo en blanco.

6.3.4 Cálculos

El contenido de fibra cruda se calcula aplicando la siguiente ecuación:

$$F = \frac{(G_1 - B)}{G_2} \times 100$$

Siendo:

- F* contenido de fibra cruda, expresado en porcentaje
- G*₁ diferencia de peso en la muestra, determinada según los numerales 6.3.3.6 y 6.3.3.7, en gramos
- G*₂ peso de muestra, en gramos
- B* diferencia de peso en el blanco, determinada según los numerales 6.3.3.6 y 6.3.3.7, en gramos

6.3.4.1 Para corregir el efecto de la altitud en el estimativo de la fibra cruda, se aplica la siguiente ecuación, únicamente en el caso de no haber corregido el tiempo de digestión:

$$F_c = F \left[1 - \frac{(100^\circ - T^\circ)}{0,0102} \right]$$

NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 668

Siendo:

F_c : fibra corregida.

F : valor de la fibra con tiempo de digestión de 30 min a la temperatura de ebullición de las soluciones de ácido y soda, a la altura sobre el nivel del mar donde se hace la determinación.

T° temperatura de ebullición de las soluciones de ácido y soda, a la altura sobre el nivel del mar donde se hace la determinación.

6.3.4.2 Para corregir los tiempos de digestión a diferentes puntos de ebullición de las soluciones, se emplea la ecuación siguiente:

$$T = 30 \times 10^{(100^\circ - t^\circ)0,032}$$

Siendo:

T tiempo de ebullición corregido, en minutos

t° temperatura de ebullición de las soluciones de ácido y soda, a la altura sobre el nivel del mar donde se hace la determinación

9. APENDICE

9.1 DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Dougal, H.W. Correction of Crude Fiber Estimation for the Effect of Altitudes (Univ. Durham England) Natural 174.952 (1955) C A 55 Vol.49.

Método AOCS BA 3-38. Oil.

Norma Argentina IRAM 5556. Tortas y harinas de extracción de semillas oleaginosas.

Norma Argentina IRAM 5587. Tortas y harinas de extracción de semillas oleaginosas. Método de determinación de la fibra bruta. (Revisada).

ANEXO 5
NORMA TÉCNICA ECUATORIANA 6865



Quito –
Ecuador

NORMA
TÉCNICA
ECUATORIANA
A

**NTE INEN-ISO
6865**

Primera edición
2014-01

**ALIMENTOS PARA ANIMALES. DETERMINACIÓN DEL
CONTENIDO DE FIBRA BRUTA. MÉTODO CON FILTRACIÓN
INTERMEDIA (ISO 6865:2000, IDT)**

ANIMAL FEEDING STUFFS. DETERMINATION OF CRUDE FIBRE CONTENT. METHOD
WITH INTERMEDIATE FILTRATION (ISO 6865:2000, IDT)

Correspondencia:

Esta Norma Técnica Ecuatoriana es una traducción idéntica de la Norma
Internacional ISO 6865:2000

DESCRIPTORES: Alimentos, animales, determinación, contenido, fibra bruta, método, filtración intermedia
ICS: 65.120

14
Páginas

Prólogo nacional

Esta Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN-ISO 6865 es una traducción idéntica de la Norma Internacional ISO 6865:2000, “*Animal feeding stuffs. Determination of crude fibre content. Method with intermediate filtration*”, la fuente de la traducción es la norma adoptada por AENOR. El comité nacional responsable de esta Norma Técnica Ecuatoriana y de su adopción es el Comité Interno del INEN.

EXTRACTO

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma internacional especifica un método con filtración intermedia para la determinación del contenido en fibra bruta. Se describen un procedimiento manual y un procedimiento semiautomático.

El método es aplicable a alimentos para animales con un contenido de fibra bruta mayor de 10 g/kg.

NOTA – Para alimentos para animales con un contenido en fibra bruta igual o menor de 10 g/kg, puede utilizarse el método descrito en la Norma ISO 6541.

Esta norma internacional es aplicable también a cereales y leguminosas.

2 NORMAS PARA CONSULTA

Las normas que a continuación se relacionan contienen disposiciones válidas para esta norma internacional. En el momento de la publicación las ediciones indicadas estaban en vigor. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que basen sus acuerdos en esta norma internacional deben estudiar la posibilidad de aplicar la edición más reciente de las normas indicadas a continuación. Los miembros de CEI y de ISO poseen el registro de las normas internacionales en vigor en cada momento.

ISO 3696:1987 – *Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificaciones y métodos de ensayo.*

ISO 6498:1998 – *Alimentos para animales. Preparación de muestras para análisis.*

3 TÉRMINO Y DEFINICIÓN

Para la finalidad de esta norma internacional, es aplicable el siguiente término y su definición.

3.1 contenido en fibra bruta: Pérdida de peso que se produce al incinerar el residuo seco obtenido después de la digestión ácida y alcalina de la muestra mediante el procedimiento descrito en esta norma internacional, dividido por el peso de la porción para análisis.

NOTA – El contenido en fibra bruta se expresa en gramos por kilogramo. También puede expresarse como fracción másica en porcentaje.

4 PRINCIPIO

La porción para análisis se trata con ácido sulfúrico diluido en ebullición. El residuo se separa por filtración, se lava, y después se trata con una disolución de hidróxido potásico en ebullición. El residuo se separa por filtración, se lava, se seca, se pesa y después se incinera. La pérdida en peso durante la incineración es el peso de la fibra bruta en la porción para análisis.

5 REACTIVOS Y MATERIALES

Usar únicamente reactivos de calidad analítica reconocida.

5.1 Agua, que cumpla al menos grado 3 de acuerdo con la Norma ISO 3696.

5.2 Ácido clorhídrico, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.3 Ácido sulfúrico, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = (0,13 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

5.4 Solución de hidróxido potásico, $c(\text{KOH}) = (0,23 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: NTE INEN-ISO 6865
TÍTULO: ALIMENTOS PARA ANIMALES. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE FIBRA BRUTA. MÉTODO CON FILTRACIÓN INTERMEDIA (ISO 6865:2000, IDT)
Código: ICS 65.120

ORIGINAL: Fecha de iniciación del estudio: 2013-11-25	REVISIÓN: La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma Oficialización con el Carácter de por Resolución No. publicado en el Registro Oficial No. Fecha de iniciación del estudio:
--	---

Fechas de consulta pública: 2013-11-27 al 2013-12-12

Comité Interno del INEN:
Fecha de iniciación: 2013-12-13
13 Integrantes del Comité Interno:

Fecha de aprobación: 2013-12-

NOMBRES:

Eco. Agustín Ortiz (Presidente)
Ing. José Luis Pérez
Ing. Paola Castillo

Ing. Tatiana Briones

Ing. Laura González
Ing. Bolívar Cano

Ing. Gonzalo Arteaga (Secretaría Técnica)

INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

DIRECCION EJECUTIVA
COORDINACIÓN GENERAL
TÉCNICO DIRECCIÓN DE
NORMALIZACIÓN
DIRECCIÓN DE VALIDACIÓN
Y CERTIFICACIÓN
DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
DIRECCION DE
REGLAMENTACIÓN
DIRECCIÓN DE NORMALIZACIÓN

Otros trámites: Compromiso Presidencial N° 20549 del 08 de junio del 2013, para el fortalecimiento de normas del Instituto Ecuatoriano de Normalización – INEN

Esta NTE INEN-ISO 6865:2014 reemplaza a la NTE INEN 542:1980

La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma

Oficializada como: Voluntaria

Por Resolución No. 13531 de 2013-12-20

Registro Oficial Suplemento No. 155 de 2014-01-06