

# Caracterización estructural, térmica y morfológica de *Crescentia cujete* (totumo) con potencial uso como polímero biodegradable

## Structural, thermal and morphological characterization of *Crescentia cujete* (totumo) with potential use as biodegradable polymer

Raúl Fernando Sánchez-Aguilar<sup>1</sup>; Yineer Alexis Castillo<sup>2</sup>; Sandro Alberto Ibarra-Sanchez<sup>3</sup>; Javier Andrés Muñoz-Chaves<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Corporación Universitaria Comfacauca - Unicomfacauca, Facultad de Ingeniería. Popayán - Cauca, Colombia; e-mail: raulsanchez@unicomfacauca.edu.co

<sup>2</sup>Corporación Universitaria Comfacauca - Unicomfacauca, Facultad de Ingeniería. Popayán - Cauca, Colombia; e-mail: yineercastillo@unicomfacauca.edu.co, jmunoz@unicomfacauca.edu.co,

<sup>3</sup>Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, Campos dos Goytacazes, Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV. Rio de Janeiro, Brasil; e-mail: adjp\_sais@pq.uenf.br

\*autor de correspondencia: jmunoz@unicomfacauca.edu.co

**Cómo citar:** Sánchez-Aguilar, R.F.; Castillo, Y.A.; Ibarra-Sanchez, S.A.; Muñoz-Chaves, J.A. 2023. Caracterización estructural, térmica y morfológica de *Crescentia cujete* (totumo) con potencial uso como polímero biodegradable Rev. U.D.C.A Act. & Div. Cient. 26(2):e2398. <http://doi.org/10.31910/rudca.v26.n2.2023.2398>

Artículo de acceso abierto publicado por Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica, bajo una Licencia Creative Commons CC BY-NC 4.0

Publicación oficial de la Universidad de Ciencias Aplicadas y Ambientales U.D.C.A, Institución de Educación Superior Acreditada de Alta Calidad por el Ministerio de Educación Nacional.

**Recibido:** abril 5 de 2023

**Aceptado:** diciembre 5 de 2023

**Editado por:** Helber Adrián Arévalo Maldonado

## RESUMEN

Actualmente, se reconoce que los plásticos derivados de productos petroquímicos son uno de los mayores problemas sociales y ambientales, debido al uso excesivo y a la dificultad de su descomposición, lo que ha aumentado la preocupación por encontrar alternativas a estos materiales. De esta forma, este trabajo se centra en la caracterización por medio de DRX, FRX FTIR, DSC, TGA y análisis cualitativo de biodegradabilidad del fruto de *Crescentia cujete* (totumo), a fin de establecer bases para ser considerado una alternativa de uso, como polímero biodegradable. Los resultados de la caracterización estructural evidenciaron que se trata de un material semicristalino, compuesto, principalmente, de celulosa tipo I, con una cristalinidad del 29 %. Se determinó que la estabilidad térmica de este material alcanza los 175 °C, con la pérdida de humedad, siendo la única observación hasta esta temperatura. Se confirmó la presencia de hemicelulosa y celulosa a temperaturas superiores y su posterior descomposición. El estudio de biodegradabilidad indicó la presencia de un ataque microbiano a las 72 horas de monitoreo, evidenciado por la aparición de un hongo en la superficie del material, lo que causó cambios en la emisión de dióxido de carbono y monóxido de carbono. Después de 200 horas se observó una disminución del volumen del hongo, lo que sugiere que este se propagó al interior del material, dando

origen puntos negros de descomposición en la superficie de las muestras. Así, el totumo se podría considerar como una alternativa de material lignocelulósico, para la preparación de materiales poliméricos biodegradables.

Palabras clave: Bioplástico; Celulosa; Materiales alternativos; Polímeros biodegradables; Residuo lignocelulósico.

## ABSTRACT

Currently, it is recognized that plastics derived from petrochemicals are one of the biggest social and environmental problems due to their excessive use and difficulty in decomposition, which has increased the concern to find alternatives to these materials. This study characterizes the fruit of *Crescentia cujete* (calabash tree) as a biodegradable polymer through DRX, FTIR, DSC, TGA, and qualitative biodegradability analysis. The structural characterization revealed a semi-crystalline material composed mainly of type I cellulose, with a crystallinity of 29 %. The material's thermal stability was determined to be up to 175 °C, with moisture loss being the only observation at this temperature. The presence of hemicellulose and cellulose at higher temperatures and their subsequent decomposition were confirmed. The biodegradability study indicated the presence of microbial attack at 72 hours

of monitoring, evidenced by the appearance of a fungus on the material surface, causing changes in CO<sub>2</sub> and CO emissions. After 200 hours, a decrease in the volume of the fungus was observed, suggesting that it spread inside the material, giving rise to black spots of decomposition on the surface of the samples. Thus, calabash tree could be considered as an alternative lignocellulosic material for the preparation of biodegradable polymeric materials.

Keywords: Alternative materials; Biodegradable polymer; Bioplastic; Cellulose; Lignocellulosic waste.

## INTRODUCCIÓN

Los plásticos de origen petroquímico representan una de las mayores problemáticas socioambientales, debido a su uso indiscriminado y su lenta biodegradabilidad, que afectan el medio ambiente, lo que ha incrementado la búsqueda de alternativas, que cada día están tomando más fuerza. Según la Organización de Naciones Unidas - ONU (2018), se estima que para el 2030, la producción de plástico será, aproximadamente, de 619 millones de toneladas anuales, datos inquietantes, pero que, a su vez, causan mayor interés hacia la creación de materiales biodegradables, que no contaminen el medio ambiente y beneficien el entorno.

En este sentido, es importante resaltar que el proceso de biodegradabilidad de los materiales depende de características esenciales, tal como la velocidad de degradación, donde se debe tener en cuenta las condiciones del medio, la estructura polimérica, la tipología del componente de descomposición, además de las propiedades mecánicas, físicas y químicas, como el pH, la cristalinidad, el peso molecular y la temperatura (Rodríguez, 2012; Meneses *et al.* 2007). Un material es catalogado como biodegradable, de acuerdo con la norma ASTM D5488-944 (ASTM, 1994), por su capacidad de descomposición, transformándose en dióxido de carbono, metano, agua y componentes orgánicos o biomasa, por medio de procesos aeróbicos o anaeróbicos (Meneses *et al.* 2007).

En este sentido, dentro de la naturaleza se encuentran elementos orgánicos con la característica esencial de biodegradabilidad, dentro de los cuales, se destacan los polímeros naturales, que permiten una fácil transformación en procesos agroindustriales, debido a que cuentan con una cadena orgánica (hidrocarbonada) lineal o ramificada, conformada por la unión de diversos monómeros, para formar copolímeros (Acquavia *et al.* 2021).

Entre los materiales poliméricos que se encuentran en la corteza terrestre se destacan el almidón y la celulosa, provenientes de diferentes partes de las plantas, como microfibras, maderas y semillas. La celulosa es considerada como uno de los polímeros naturales más abundante de la naturaleza; estructuralmente, se caracteriza por ser un polímero de elevado peso molecular y compuesto por largas cadenas de unidades de D-glucosa unidas entre sí, por enlaces β-1, 4-glucosídicos (Zielińska *et al.* 2021). Adicional, este polímero presenta adecuadas propiedades de gran interés tecnológico, como son la biocompatibilidad, la biodegradabilidad y la capacidad de renovación (Amalraj *et al.* 2018; Bahloul *et al.* 2021). En cuanto a su clasificación se encuentra la celulosa tipo I o nativa de origen

natural, con estructura ordenada e insoluble al agua, que se subdivide en tipo monoclinica, proveniente de plantas superiores y el tipo triclinica característica de algas y bacterias. Cabe resaltar, que a partir de la celulosa nativa y por medio de tratamientos químicos, se obtienen otras clases de celulosas, como las denominadas tipo II o celulosa regenerada (Seddiqi *et al.* 2021).

Una de las mayores fuentes de polímeros naturales son las biomásas lignocelulósicas provenientes de la madera (Froschauer *et al.* 2013) y otros productos de origen vegetal, como el bagazo de caña de azúcar (Nkosivele *et al.* 2018), la cascarilla de arroz (Yunus, 2019), el pseudotallo de plátano (Thi Thuy Van *et al.* 2022), las hojas de la corona de la piña (Tanpichai *et al.* 2019), las cáscaras del coco (Rosa *et al.* 2010) o el tallo de la planta de tomate (Kassab *et al.* 2020b). Estos materiales son ricos en celulosa, hemicelulosa y lignina y son utilizados en una variedad de aplicaciones, como la fabricación de papel, cartón, paneles de fibra de madera y productos biodegradables.

En este punto, es significativo resaltar que algunas características de estos polímeros se pueden modificar, luego de aplicar diferentes tratamientos, como el índice de cristianización en el pseudotallo del plátano, que pasó del 57,87 al 82,14 %, después del tratamiento alcalino con hidróxido de sodio (NaOH) (Thi Thuy Van *et al.* 2022), o el porcentaje de cristalización de las hojas de la corona de la piña, el cual, pasó del 64,48 al 81,3 %, con tratamientos (Tanpichai *et al.* 2019), o el índice de cristalinidad del tallo de la planta tomate, donde el material crudo exhibió un índice de cristalinidad del 37 % y fue posible obtener microfibras de celulosa, con el 64 % de cristalinidad (Kassab *et al.* 2020b).

En este sentido, este artículo hace énfasis en la caracterización del epicarpio del fruto del árbol de *Crescentia cujete* (Bignoniaceae), con el objetivo de evaluar su uso, como polímero biodegradable. Este árbol se caracteriza por tener un aspecto leñoso y de poco follaje, una especie característica de climas tropicales (Balogun & Sabiu, 2021). Con relación a su fruto, crece directamente del tallo y puede alcanzar un diámetro que oscila entre los 5 y 35 cm, con un epicarpio duro y leñoso y un mesocarpio gelatinoso que, generalmente, se usa en aplicaciones de medicina alternativa (Espitia-Baena *et al.* 2011). En Colombia, el fruto de *C. cujete* es conocido como “totumo” y se encuentra en las regiones Andina, Amazónica, Caribe, Orinoquia y Pacífica, entre los 20 y 1.500 m s.n.m., con temperatura medias anuales, que oscilan entre los 21 y 28 °C y en diferentes ecosistemas, como bosque seco, bosque húmedo, bosque subhúmedo, parcialmente inundados, piedemonte y sabanas (Arango-Ulloa *et al.* 2009).

En este estudio, se presenta la caracterización estructural y morfológica del epicarpio del fruto de *C. cujete*, a través de difracción de rayos-X (DRX) y espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), así como su comportamiento térmico, a través de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y termogravimetría (TGA). Adicionalmente, se evalúa, bajo el desprendimiento de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) y monóxido de carbono (CO), la biodegradación cualitativa del material, en condiciones controladas.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Para este estudio, el fruto del totumo fue recolectado en el municipio de Patía, de la región Pacífica colombiana. Se procedió con la extracción de la pulpa y de sus semillas, a fin de obtener el epicarpio totalmente limpio. El epicarpio, al presentar una textura dura y quebradiza, fue sometido a un proceso de triturado manual, con el fin de disminuir su tamaño; posteriormente, se sometió a una trituración en un molino manual casero, obteniendo una muestra en polvo. Se tamizó el material, con el objetivo de obtener un particulado homogéneo y con menores dimensiones. Este proceso se realizó con tamices de malla para partículas, de 850, 600 y 425  $\mu\text{m}$ . El material particulado resultante se sometió a un nuevo proceso de molienda, esta vez, en un molino de bolas de zirconio (U.S STONEWARE - OR 11413), operando a una frecuencia de 70 Hz, durante 24 h, obteniéndose un material particulado, pasante en tamiz de 106  $\mu\text{m}$ .

El material en polvo del totumo fue sometido a análisis químico, a través de un espectrómetro de fluorescencia de rayos-X (FRX), por energía dispersiva marca Shimadzu EDX – 720. Para el análisis estructural, se usó un difractómetro de rayos-X marca Bruker D8 Advance ECO, usando radiación  $K\alpha$  de Cu (1,54 Å), con paso de 0,02  $^\circ/\text{min}$ , en el rango de 5 a 90 en  $2\theta$ . La intensidad de los picos de difracción de los planos (002) y (100) fueron usados para determinar el índice de cristalinidad, de acuerdo con Ahvenainen *et al.* (2016) y por medio de medio de la ecuación 1.

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} * 100 \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde, es la intensidad máxima del plano de difracción (002), aproximadamente, entre 22 a 23  $^\circ$  en  $2\theta$  y es el pico de difracción mínimo, asociado a la parte amorfa, que se ubica en  $2\theta$  entre 18 a 19  $^\circ$ .

Con el fin de identificar los grupos funcionales del material se usó espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), utilizando un equipo Nicolet TM IS TM 10 de Termo Fisher

Scientific. Los espectros fueron tomados en el rango de 500 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ , siendo las muestras preparadas en combinación con bromuro de potasio (KBr). En cuanto a la caracterización térmica se utilizó termogravimetría (TGA), usando un equipo TGA Q5000 TA Instruments. La medida se realizó en un rango de temperatura 25 a 900  $^\circ\text{C}$ , con una velocidad de calentamiento de 10  $^\circ\text{C}/\text{min}$ , en flujo de argón (Ar), de 25 mL/min. Adicionalmente, se realizaron medidas de calorimetría diferencial de barrido (DSC), en un equipo Netzsch DSC 200 F3 Maia, con flujo constante de Ar y a una velocidad de calentamiento de 10  $^\circ\text{C}/\text{min}$ . La morfología del material fue estudiada usando un microscopio electrónico de barrido SHIMADZU modelo SSX – 550.

Por otro lado, es de conocimiento que, para determinar la biodegradabilidad de un material de forma cualitativa, es importante tener en cuenta que el desprendimiento de carbono, por parte del material de estudio, es convertido en dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ), por la actividad microbiana del inóculo. De esta forma, se implementó una cámara de observación monitoreada por un sistema de adquisición basado en Arduino, donde se realizó la medición, en partes por millón (ppm), de  $\text{CO}_2$  y CO, así como la variación de temperatura dentro de la cámara, durante un tiempo de 480 horas (20 días). Esta medición se realizó sobre muestras del polvo del epicarpio de la *C. kujete*, con las cuales, se conformaron, por medio de compactación uniaxial, discos de 30mm de diámetro y 5mm de altura.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

**Caracterización morfológica.** La figura 1 presenta la caracterización morfológica, a través de microscopía electrónica de barrido, del material de partida. Aquí, es posible observar el material después del proceso de molienda húmeda a temperatura ambiente en etanol, que produce un polvo altamente deformado e irregular, con una distribución de tamaño no homogénea y de morfología similar a escamas, lo cual, se asume puede ser debido al proceso previo de triturado manual.

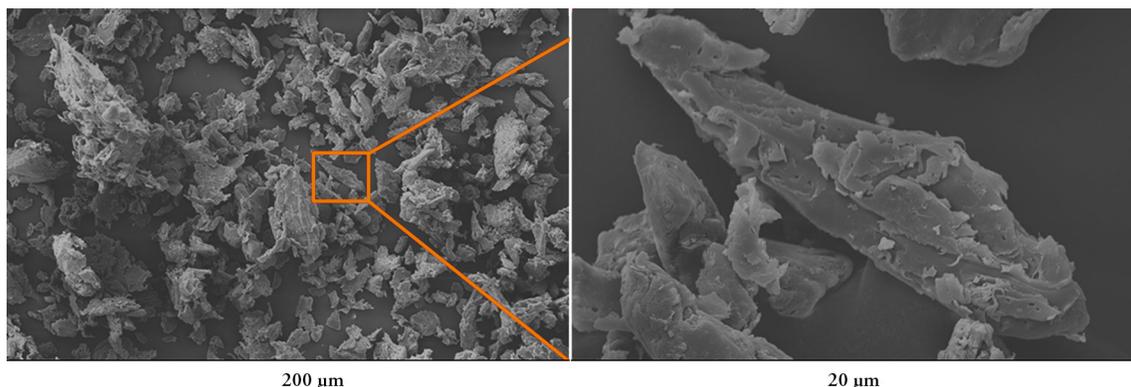


Figura 1. Imágenes por MEB del material particulado de *Crescentia kujete*.

**Análisis composicional.** En el análisis cuantitativo, a través de fluorescencia de rayos-X (FRX) por energía dispersiva, se evidenciaron los diferentes elementos que componen el material, notando que entre los materiales de mayor concentración están el potasio (K), con un 32,2 %; calcio (Ca), con el 25,2 % y sodio (Na), con un 15,9 %, seguidos de los materiales intermedios, como el hierro (Fe), cloro (Cl), azufre (S) y el estaño (Sn), con porcentajes del 7,2 - 6,6 - 4,3 - 3,8 %, respectivamente y, además, se encontraron algunos elementos químicos, con porcentajes menores al 2 %, como el fósforo (P), cobre (Cu), zinc (Zn) y silicio (Si).

**Caracterización estructural.** La figura 2a presenta el difractograma de rayos-X (DRX) del material de estudio, donde se pueden observar tres picos característicos, ubicados en los valores de  $2\theta$  alrededor de 15,7, 22,2 y 34,5 °, correspondientes a las reflexiones de los planos cristalográficos (002), (110) y (004), respectivamente. De acuerdo con Bahloul *et al.* (2021), estos picos son característicos de la celulosa tipo I, donde los picos alrededor de 15 ° y 34 ° son característicos de la parte amorfa del polímero, donde se encuentran la lignina y la hemicelulosa, además de la celulosa amorfa (De Dios Naranjo *et al.* 2017; Sandoval Arreola *et al.* 2022). Por otro lado, la parte cristalina de la celulosa es representada por el pico que se encuentra alrededor de los 22 ° (Ilyas *et al.* 2018). Con énfasis en lo anterior, se puede afirmar que el epicarpio de la *C. cujete* es un material semicristalino, con un porcentaje de cristalinidad del 29 %,

determinado a partir de la ecuación 1, utilizando las intensidades de los picos en valores de  $2q = 22,28$  y  $15,76$  °.

En la figura 2b, se observa el espectro FTIR realizado al polvo del totumo, exhibiendo una banda alrededor de  $3452\text{ cm}^{-1}$ , atribuida a la flexión O-H del agua adsorbida (Long, 2004; De Oliveira *et al.* 2019), así como un pico alrededor de  $2922\text{ cm}^{-1}$ , relacionado con las vibraciones de C-H presentes en la celulosa (De Oliveira *et al.* 2019). Se observa, también, una banda en  $1732\text{ cm}^{-1}$ , asociada a las vibraciones de estiramiento del C=O en el acetato de la celulosa, presentes en la hemicelulosa y la lignina, que corresponden a la parte amorfa del material (Kassab *et al.* 2020a; Kassab *et al.* 2020c). La banda alrededor de  $1510\text{ cm}^{-1}$  es asociada con la hemicelulosa, por el estiramiento de C=O en acetonas no conjugadas y la lignina por el estiramiento del C=C en el anillo aromático, de acuerdo con los trabajos realizados por Shafawati & Siddiquee (2013), Lam *et al.* (2017), Debiagi *et al.* (2020) y Lin *et al.* (2020). La banda alrededor de  $1450\text{ cm}^{-1}$  se asocia a la flexión de CH de la celulosa y estiramiento simétrico dentro de los anillos aromáticos de polisacáridos de celulosa, además de la flexión C-H de celulosa (Zhang *et al.* 2017; El Achaby *et al.* 2018; Kassab *et al.* 2020a). En cuanto a la banda de  $1237\text{ cm}^{-1}$  es atribuida a las vibraciones de los estiramientos de los grupos CO de la lignina (Alemdar & Sain, 2008; Johari *et al.* 2016).

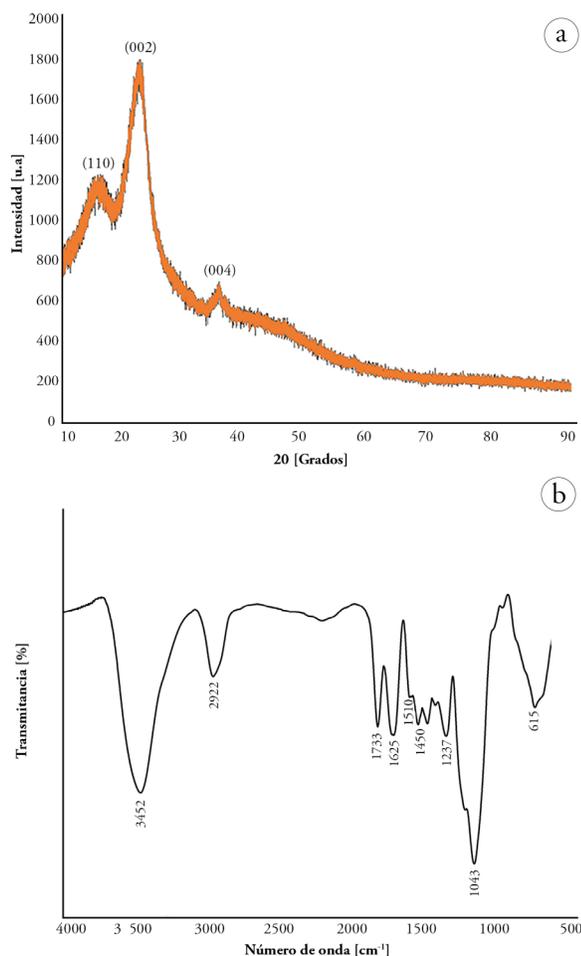


Figura 2. a) Difractograma de rayos -X del epicarpio de *Crescentia cujete*, mostrando los picos en  $15.76^\circ$ ,  $22.28^\circ$  y  $34.55^\circ$ , asociados a los planos (110), (002) y (004), respectivamente; b) Espectro de infrarrojo (FTIR) del epicarpio de *Crescentia cujete*.

**Caracterización térmica.** El termograma de la figura 3a está dividido en tres etapas, siendo la primera asociada a la pérdida de agua; la segunda, a la disminución de peso por medio de carbohidratos y pectinas de bajo peso molecular; la tercera etapa, a la descomposición de los polisacáridos de alto peso molecular (Araújo *et al.* 2020).

De esta forma, se puede evidenciar una primera pérdida de masa de alrededor de 6,88 %, entre 25-125 °C, asociada a la pérdida intermolecular de agua (Álzate Carvajal *et al.* 2013; Bahloul *et al.* 2021). A seguir, es observado un punto de estabilidad térmica entre 125-175°C, evidenciando la estabilidad térmica de procesos, en este rango de temperaturas. Para temperaturas mayores se presenta una representativa pérdida de masa, dividida en tres etapas, así: entre 175 – 225 °C, una disminución del 4,73 %, seguido de 26,43 % entre 225 - 289 °C y, finalmente, una pérdida del 37,82 %, entre 290 - 375 °C.

Pelissari *et al.* (2014) reportan que en la región comprendida entre 220 y 300 °C ocurre la despolimerización de la hemicelulosa y la descomposición de las unidades glucosídicas de la celulosa; adicionalmente, en la región de 200 a 400 °C, se presenta la degradación de la celulosa. En este sentido, según Herrera *et al.* (2019), en la obtención de nanocristales de celulosa, a partir de puntas de abacá, se logró determinar que la descomposición de la celulosa se da entre 280 – 380 °C, debido a que se descomponen los enlaces  $\beta$  1-4 glucosídicos, formando residuos de carbón;

de la misma manera, Puttaswamy *et al.* (2017) presentaron la descomposición de la celulosa entre 280 – 360 °C, a partir de residuos de la cáscara de café.

Finalmente, ocurre una disminución del 23,67 % a temperaturas por encima de 385 hasta 525 °C, asociada a la degradación de la lignina (Ovalle-Serrano *et al.* 2018), así como la oxidación y la descomposición del residuo carbonizado (Herrera *et al.* 2019; Araújo *et al.* 2020).

En la curva de calorimetría diferencial de la figura 3b, se observa un primer proceso endotérmico, en 89,1 °C, que se extiende desde 57 hasta 106 °C, asociado a la evaporación de agua. Cabe destacar que análisis sobre residuos de cascarilla de arroz (Hafid *et al.* 2021) y cáscara de soja (Debiagi *et al.* 2020) destacan que, a estas temperaturas, se presenta la evaporación de sustancias volátiles de bajo peso molecular y el agua, debido al carácter hidrofílico de los residuos lignocelulósicos. El amplio proceso endotérmico alrededor de 225 °C está relacionado con la descomposición de la hemicelulosa, presente en el material (Debiagi *et al.* 2020; Hafid *et al.* 2021). En este sentido, es reportado que la hemicelulosa es formada por varios sacáridos dispuestos en una estructura amorfa aleatoria, rica en ramificaciones, que se pueden desprender de su estructura principal, generando volátiles, tales como CO, CO<sub>2</sub> y algunos hidrocarburos, en temperaturas entre 240 a 345 °C (Pelissari *et al.* 2014).

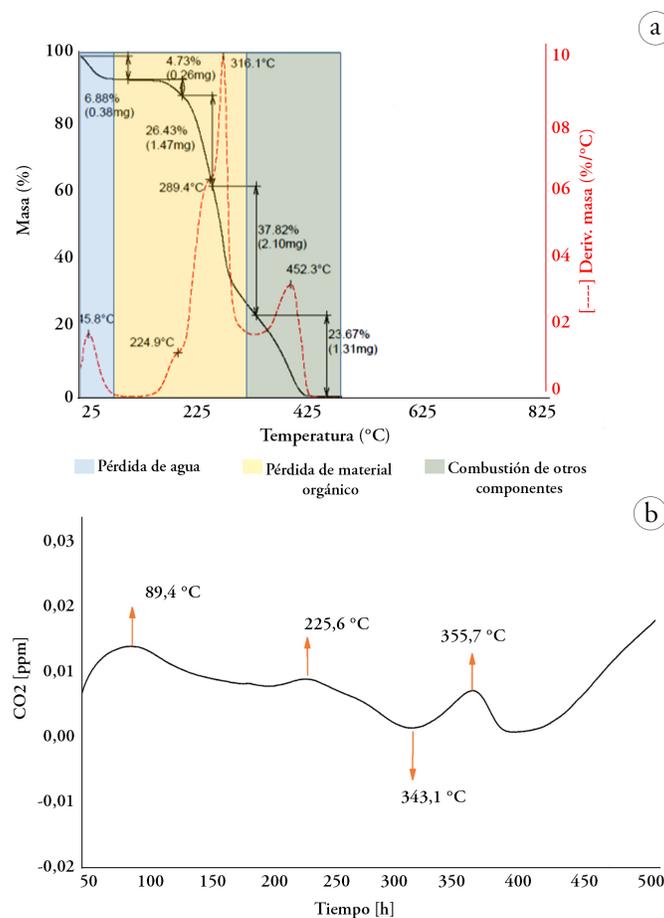


Figura 3. a) Curva del análisis termogravimétrico y b) Curva del análisis calorimétrico del epicarpio de la *Crescentia cujete*.

Por otro lado, es reportado que la celulosa está compuesta de largas cadenas de glucosa sin ramificaciones, que constituye una estructura fuerte y ordenada con mayor estabilidad térmica, razón por la cual, su temperatura de descomposición es más alta con relación a la hemicelulosa (Pelissari *et al.* 2014). Así, el proceso endotérmico entre 343 a 370 °C, centrado en 355 °C, se relaciona con la descomposición de la celulosa, una vez que, como es reportado en la literatura, entre 290 a 375 °C, ocurre la reducción de tamaño de las cadenas de glucosa, debido a la reducción de enlaces glicosídicos, es decir, se presenta la despolimerización de la celulosa por la ruptura de las unidades glucosídicas y seguida de la formación de levoglucosano, producto de la pirólisis de la celulosa (De Dios Naranjo *et al.* 2017; Pech-Cohuo *et al.* 2018). El incremento final

en la curva de DSC, para temperaturas mayores a 400 °C, puede estar asociado al proceso de descomposición y de carbonización del residuo. Se destaca que todas las reacciones están en concordancia con lo observado en los resultados de TGA/DTG.

**Evaluación cualitativa de biodegradabilidad.** El ensayo para evaluar la biodegradabilidad del material de forma cualitativa se realizó en cuadruplicado, en la cámara de monitoreo de gases (CO y CO<sub>2</sub>) implementada. Las figuras 4 y 5 muestran el estado de la superficie de las muestras en función del tiempo, así como la evolución de los gases (CO y CO<sub>2</sub>), en la cámara de monitoreo, respectivamente.

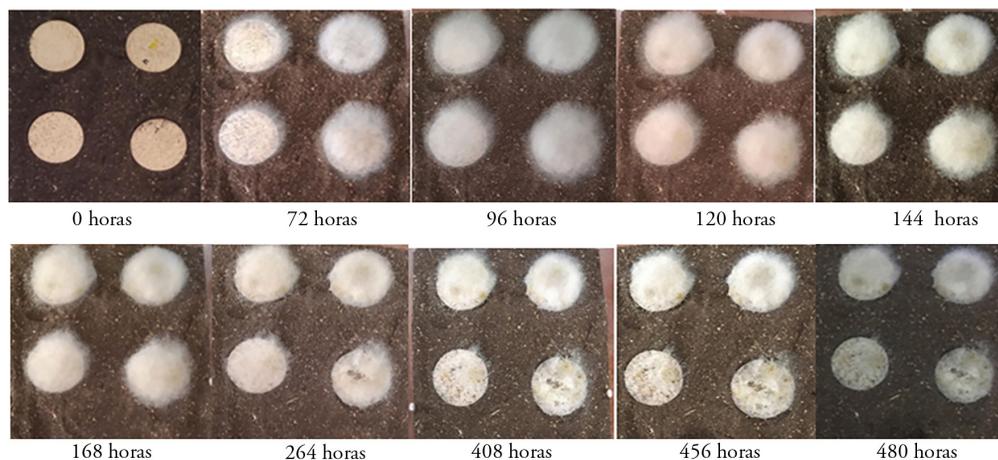


Figura 4. Proceso de evolución de la superficie de las muestras de *Crescentia cujete* durante el proceso de biodegradación.

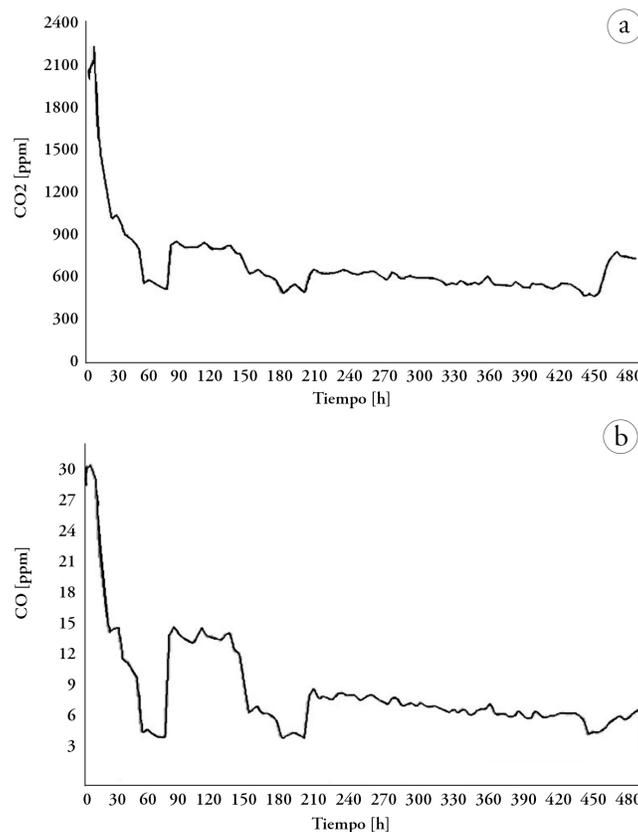


Figura 5. Evolución de la emisión de a) CO<sub>2</sub> y b) CO durante el ensayo de biodegradación de la *Crescentia cujete*.

Durante el proceso de monitoreo del CO<sub>2</sub> se observó variación en sus valores, mostrando que en las primeras 4 horas hay un desprendimiento de alrededor de 2315 ppm, que se le atribuye al material que sirve como inóculo (tierra + abono) y al material conformado dentro de la cámara. Estos materiales en conjunto aportan gran cantidad de dióxido de carbono, en esta primera fase, a lo que se le conoce como efecto *priming*; de acuerdo con García *et al.* (2023) es dado por el cambio de la fisiología de la comunidad microbiana, a corto plazo, en la producción de CO<sub>2</sub>. Transcurridas 60 horas del ensayo se presentó un descenso hasta 425 ppm de CO<sub>2</sub>, decrecimiento atribuible al inicio de la aparición del hongo en la superficie de las muestras; pasadas 72 horas del ensayo, todas las pastillas del totumo tienen presencia evidente de hongo (Figura 4), salvo algunas diferencias entre las pastillas del totumo conformadas, lo que se puede atribuir a su porosidad, debido a la no uniformidad del tamaño de partícula del material compactado.

Posteriormente, en 96 horas, el hongo tuvo una tonalidad gris y la emisión de CO<sub>2</sub> se mantuvo casi estable hasta las 120 horas, con un valor que varió desde 730 hasta 750 ppm, pero a diferencia que el hongo presentó una tonalidad más clara; a partir de ahí, se nota que la intensidad del hongo aumenta visualmente, siendo más blanco, como se observa al cabo de 144 horas. Siguiendo el ensayo de monitoreo de emisión de CO<sub>2</sub> en el proceso de biodegradación, se evidenció que en 148 horas hubo una disminución de 570 ppm de CO<sub>2</sub>, conservando la tonalidad del hongo.

Posteriormente, alrededor de 190 horas, la emanación de CO<sub>2</sub> fue de 395 ppm, aumentando hasta llegar a 200 horas, con un valor de 550 ppm. En este punto, se observa una disminución del volumen del hongo, el cual, puede ser asociado a su esparcimiento al interior del material. A partir de este momento, la emisión de CO<sub>2</sub> presentó una variación mínima hasta llegar a las 420 horas, con una emisión de CO<sub>2</sub> de 460 ppm, que ocurrió en paralelo con la aparición de puntos negros en la superficie de las muestras, lo cual, se prolongó hasta el fin del ensayo. La emisión del monóxido de carbono (CO), en el ensayo de biodegradación del material, presentó un comportamiento similar a la del dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), por lo que sus variaciones se atribuyeron al contacto inicial del material y el inóculo, así como al surgimiento del hongo en la superficie de las muestras en las primeras 180 horas de monitoreo, seguido de la presencia de puntos negros de degradación en la superficie.

En este sentido, la *C. kujete*, al ser considerada una biomasa lignocelulósica, que tiene una estructura semicristalina, se tiene que las enzimas del inóculo atacan, en primera instancia, la región amorfa externa, considerada una estructura débil, en comparación con la región cristalina (interna), estimada como una estructura fuerte. De esta forma, dado que esta estructura interna es menos accesible a la acción de los microorganismos, se puede dificultar su interacción; sin embargo, dado el intervalo de tiempo del estudio de biodegradación, se puede considerar que la velocidad de degradación se encuentra dentro de los intervalos iniciales conocidos de otros residuos lignocelulósicos no maderables, tales como el maíz (3-6 meses) (Pescod *et al.* 2010), la caña de azúcar (2-6 meses) (Prabhavathi & Ramakrishna Parama, 2019), el banano

(1-2 meses) (Shafawati & Siddiquee, 2013) y el café (6-12 meses) (Campos de Bomfim *et al.* 2022).

Como conclusión, con base en la caracterización por medio de DRX y FTIR realizada a la *C. kujete* fue posible evidenciar, tanto picos asociados a planos de difracción de la parte cristalina del material como bandas de absorción asociadas a vibraciones de lignina, de hemicelulosa y de celulosa, por lo cual, es posible concluir que se trata de un material lignocelulósico semicristalino, compuesto de celulosa tipo I, con un porcentaje de cristalinidad del 29 %.

Los análisis térmicos muestran que la *C. kujete* presenta una estabilidad térmica hasta los 175 °C, pues hasta esta temperatura solo se evidencia pérdida de humedad del material. En temperaturas superiores, se confirman la presencia y la descomposición de la hemicelulosa y la celulosa, cuyas reacciones se encuentran en 225 y 355 °C, respectivamente.

El estudio cualitativo de biodegradabilidad del material mostró variaciones en la emisión de CO<sub>2</sub> y CO, a partir de las 72 horas de monitoreo, tiempo que coincide con el ataque microbiano, evidenciado por la aparición del hongo en la superficie del material. Pasadas 200 horas se evidenció una disminución del volumen del hongo, asociado a su esparcimiento al interior del material, con subsecuente aparición de puntos negros en la superficie de las muestras.

De esta forma, el fruto del totumo puede ser considerado un residuo lignocelulósico, que presenta un proceso de biodegradación dentro del intervalo de inicio de otros residuos lignocelulósicos no maderables, lo que lo hace atractivo como alternativa para la extracción de celulosa y que podría llevar a la síntesis de materiales poliméricos biodegradables.

**Agradecimientos.** Los autores agradecen a la Corporación Universitaria Comfacauca Unicomfauca, a la Red Tecnoparque SENA y al proyecto de Jóvenes Investigadores e Innovadores en el Departamento del Cauca. **Financiación:** Este estudio fue financiado por el proyecto de Jóvenes Investigadores e Innovadores en el Departamento del Cauca. **Contribuciones de autor:** Conceptualización, R. Sánchez, Y. Castillo, S. Ibarra y J.A. Muñoz; metodología, R. Sánchez, Y. Castillo; software, R. Sánchez, Y. Castillo; validación, R. Sánchez, Y. Castillo, S. Ibarra; análisis formal, R. Sánchez, Y. Castillo, S. Ibarra y J.A. Muñoz; investigación, R. Sánchez, Y. Castillo; redacción y preparación del borrador original, R. Sánchez, Y. Castillo; redacción: revisión y edición, S. Ibarra, J.A. Muñoz; supervisión, J.A. Muñoz. **Conflictos de intereses:** El manuscrito fue preparado y revisado por todos los autores, quienes declaramos que no existe ningún conflicto de intereses que ponga en riesgo la validez de los resultados presentados.

## REFERENCIAS

1. ACQUAVIA, M.A.; PASCALE, R.; MARTELLI, G.; BONDONI, M.; BIANCO, G. 2021. Natural

- polymeric materials: A solution to plastic pollution from the agro-food sector. *Polymers*. 13(1):1-39. <https://doi.org/10.3390/polym13010158>
2. AHVENAINEN, P.; KONTRO, I.; SVEDSTRÖM, K. 2016. Comparison of sample crystallinity determination methods by X-ray diffraction for challenging cellulose I materials. *Cellulose*. 23(2):1073-1086. <https://doi.org/10.1007/s10570-016-0881-6>
  3. ALEMDAR, A.; SAIN, M. 2008. Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. *Composites Science and Technology*. 68(2):557-565. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.05.044>
  4. ÁLZATE CARVAJAL, E.; QUINTERO CASTAÑO, V.D.; LUCAS AGUIRRE, J.C. 2013. Determinación de las propiedades térmicas y composicionales de la harina y almidón de chachafruto (*Erytina edulis* Triana ex Micheli). *Temas Agrarios*. 18(2):21-35. <https://doi.org/10.21897/rta.v18i2.714>
  5. AMALRAJ, A.; GOPI, S.; THOMAS, S.; HAPONIUK, J.T. 2018. Cellulose Nanomaterials in Biomedical, Food, and Nutraceutical Applications: A Review. *Macromolecular Symposia*. 380(1):1-9. <https://doi.org/10.1002/masy.201800115>
  6. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM. 1994. Standard test method for determination of relative haze of high-transmission plastics (ASTM D5488-94).
  7. ARANGO-ULLOA, J.; BOHORQUEZ, A.; DUQUE, M.C.; MAASS, B.L. 2009. Diversity of the calabash tree (*Crescentia cujete* L.) in Colombia. *Agroforestry Systems*. 76(3):543-553. <https://doi.org/10.1007/s10457-009-9207-0>
  8. ARAÚJO, D.; CASTRO, M.C.R.; FIGUEIREDO, A.; VILARINHO, M.; MACHADO, A. 2020. Green synthesis of cellulose acetate from corncob: Physicochemical properties and assessment of environmental impacts. *Journal of Cleaner Production*. 260:120865. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120865>
  9. BAHLOUL, A.; KASSAB, Z.; EL BOUCHTI, M.; HANNACHE, H.; QAISS, A.E.K.; OUMAM, M.; EL ACHABY, M. 2021. Micro- and nano-structures of cellulose from eggplant plant *Solanum melongena* L. agricultural residue. *Carbohydrate Polymers*. 253:117311. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117311>
  10. BALOGUN, F.O.; SABIU, S. 2021. A Review of the phytochemistry, ethnobotany, toxicology, and pharmacological potentials of *Crescentia cujete* L. (Bignoniaceae). *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*. 2021:6683708. <https://doi.org/10.1155/2021/6683708>
  11. CAMPOS DE BOMFIM, A.S.; DE OLIVEIRA, D.M.; WALLING, E.; BABIN, A.; HERSANT, G.; VANEECKHAUTE, C.; DUMONT, M.J.; RODRIGUE, D. 2022. Spent Coffee Grounds Characterization and Reuse in Composting and Soil Amendment. *Waste*. 1(1):220. <https://doi.org/10.3390/waste1010002>
  12. DE DIOS NARANJO, C.; ALAMILA-BELTRÁN, L.; GUTIÉRREZ-LOPEZ, G.F.; TERRES-ROJAS, E.; SOLORZA-FERIA, J.; YEE-MADEIRA, H.T.; FLORES-MORALES, A.; MORA-ESCOBEDO, R. 2017. Aislamiento y caracterización de celulosas obtenidas de fibras de *Agave salmiana* aplicando dos métodos de extracción ácido-alcali. *Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas*. 7(1):31-43.
  13. DE OLIVEIRA, J.P.; BRUNI, G.P.; MELLO EL HALAL, S.L.; BERTOLDI, F.C.; GUERRA DIAS, A.R.; ZAVAREZE, E. 2019. Cellulose nanocrystals from rice and oat husks and their application in aerogels for food packaging. *International Journal of Biological Macromolecules*. 124:175-184. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.11.205>
  14. DEBIAGI, F.; FARIA-TISCHER, P.C.S.; MALI, S. 2020. Nanofibrillated cellulose obtained from soybean hull using simple and eco-friendly processes based on reactive extrusion. *Cellulose*. 27(4):1975-1988. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02893-0>
  15. ELACHABY, M.; KASSAB, Z.; BARAKAT, A.; ABOULKAS, A. 2018. Alfa fibers as viable sustainable source for cellulose nanocrystals extraction: Application for improving the tensile properties of biopolymer nanocomposite films. *Industrial Crops and Products*. 112:499-510. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.12.049>
  16. ESPITIA-BAENA, J.E.; DURAN-SANDOVAL, H.R.; FANDIÑO-FRANKY, J.; DÍAZ-CASTILLO, F.; GÓMEZ-ESTRADA, H.A. 2011. Química y biología del extracto etanólico del epicarpio de *Crescentia cujete* L. (totumo). *Revista Cubana de Plantas Medicinales*. 16(4):337-346.
  17. FROSCHAUER, C.; HUMMEL, M.; IAKOVLEV, M.; ROSELLI, A.; SCHOTTENBERGER, H.; SIXTA, H. 2013. Separation of hemicellulose and cellulose from wood pulp by means of ionic liquid/cosolvent systems. *Biomacromolecules*. 14(6):1741-1750. <https://doi.org/10.1021/bm400106h>
  18. GARCÍA, R.; GULIYEV, V.; TANUNCHAI, B.; UDOVENKO, M.; MENYAILO, O.; GLASER, B.; PURAHONG, W.; BUSCOT, F.; BLAGODATSKAYA, E. 2023.

- Degradation of bio-based and biodegradable plastic and its contribution to soil organic carbon stock. *Polymers*. 15(3):660 <https://doi.org/10.3390/polym15030660>
19. HAFID, H.S.; OMAR, F.N.; ZHU, J.; WAKISAKA, M. 2021. Enhanced crystallinity and thermal properties of cellulose from rice husk using acid hydrolysis treatment. *Carbohydrate Polymers*. 260:117789. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117789>
  20. HERRERA, M.; SINCHÉ, L.; BONILLA, O. 2019. Obtención de Nanocelulosa a partir de Celulosa de Puntas de Abacá. *Afinidad*. 76(586).
  21. ILYAS, R.A.; SAPUAN, S.M.; ISHAK, M.R. 2018. Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibres (*Arenga Pinnata*). *Carbohydrate Polymers*. 181:1038-1051. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.045>
  22. JOHARI, A.P.; KURMVANSHI, S.K.; MOHANTY, S.; NAYAK, S.K. 2016. Influence of surface modified cellulose microfibrils on the improved mechanical properties of poly (lactic acid). *International Journal of Biological Macromolecules*. 84:329-339. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.12.038>
  23. KASSAB, Z.; ABDELLAOUI, Y.; SALIM, M.H.; EL ACHABY, M. 2020a. Cellulosic materials from pea (*Pisum Sativum*) and broad beans (*Vicia Faba*) pods agro-industrial residues. *Materials Letters*. 280:128539 <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128539>
  24. KASSAB, Z.; KASSEM, I.; HANNACHE, H.; BOUHAFID, R.; QAISS, A.E.K.; EL ACHABY, M. 2020b. Tomato plant residue as new renewable source for cellulose production: extraction of cellulose nanocrystals with different surface functionalities. *Cellulose*. 27(8):4287-4303. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03097-7>
  25. KASSAB, Z.; SYAFRI, E.; TAMRAOUI, Y.; HANNACHE, H.; EL KACEM QAISS, A.; EL ACHABY, M. 2020c. Characteristics of sulfated and carboxylated cellulose nanocrystals extracted from *Juncus* plant stems. *International Journal of Biological Macromolecules*. 154:1419-1425. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.11.023>
  26. LAM, N.T.; CHOLLAKUP, R.; SMITTHIPONG, W.; NIMCHUA, T.; SUKYAI, P. 2017. Characterization of cellulose nanocrystals extracted from sugarcane bagasse for potential biomedical materials. *Sugar Tech*. 19(5):539-552. <https://doi.org/10.1007/s12355-016-0507-1>
  27. LIN, Q.; HUANG, Y.; YU, W. 2020. An in-depth study of molecular and supramolecular structures of bamboo cellulose upon heat treatment. *Carbohydrate Polymers*. 241:116412. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116412>
  28. LONG, D.A. 2004. Infrared and Raman characteristic group frequencies. Tables and charts George Socrates John Wiley and Sons, Ltd, Chichester, Third Edition, 2001. Price £135. *Journal of Raman Spectroscopy*. 35(10):905-905. <https://doi.org/10.1002/jrs.1238>
  29. MENESES, J.; CORRALES, C.; VALENCIA, M. 2007. Síntesis y caracterización de un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca. *Revista EIA*. 8(5):57-67.
  30. NKOSIVELE, Z.; MZIMELA, T.; LINGANISO, L.Z.; REVAPRASADU, N.; MOTAUNG, T.E. 2018. Comparison of Cellulose Extraction from Sugarcane Bagasse Through Alkali 3 . Results and Discussion. *Materials Research*. 21(6):7. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2017-0750>
  31. ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES UNIDAS, ONU. 2018. O nos divorciamos del plástico, o nos olvidamos del planeta. Noticias ONU. Disponible desde Internet en: <https://news.un.org/es/story/2018/06/1435111>
  32. OVALLE-SERRANO, S.A.; BLANCO-TIRADO, C.; COMBARIZA, M.Y. 2018. Exploring the composition of raw and delignified Colombian fique fibers, tow and pulp. *Cellulose*. 25(1):51-165. <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1599-9>
  33. PECH-COHUO, S.C.; CANCHE-ESCAMILLA, G.; VALADEZ-GONZÁLEZ, A.; FERNÁNDEZ-ESCAMILLA, V.V.A.; URIBE-CALDERON, J. 2018. Production and modification of cellulose nanocrystals from agave tequilana weber waste and Its effect on the melt rheology of PLA. *International Journal of Polymer Science*. <https://doi.org/10.1155/2018/3567901>
  34. PELISSARI, F.M.; DOAMARAL SOBRAL, P.J.; MENEGALLI, F.C. 2014. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels. *Cellulose*. 21(1):417-432. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0138-6>
  35. PESCOD, M.B.; DENNY, P. 2010. Environmental management for cocoa production: a training manual for cocoa farmers. *Environmental Science and Health, Part B*. 45:48-56. <https://doi.org/10.1080/03601230903400602>
  36. PRABHAVATHI, N.; RAMAKRISHNA PARAMA, V.R. 2019. Effect of sugar industry solid waste pressmud and bio compost on soil physical and chemical properties at different intervals during finger millet crop. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry Pressmud*. 8(3):3038-3042.
  37. PUTTASWAMY, M.; SRINIKETHAN, G.; SHETTY, V.K. 2017. Biocomposite composed of PVA reinforced with cellulose microfibrils isolated from biofuel industrial dissipate: *Jatropha Curcus* L. seed shell. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 5(2):1990-1997. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.04.004>

38. RODRIGUEZ, A. 2012. Biodegradabilidad de materiales bioplásticos. *Ciencia y Tecnología de Alimentos*. 22(3):69-72.
39. ROSA, M.F.; MEDEIROS, E.S.; MALMONGE, J. A.; GREGORSKI, K.S.; WOOD, D.F.; MATTOZO, L.H.C.; GLENN, G.; ORTS, W.J.; IMAM, S.H. 2010. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers*. 81(1):83-92.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.01.059>
40. SANDOVAL ARREOLA, M.M.; GALEANA GONZÁLEZ, E.J.; ROQUE BARBOSA, L.E.; ORTIZ RODRÍGUEZ, G. 2022. Extracción y caracterización de celulosa a partir de la planta del plátano. *Brazilian Journal of Development*. 8(12):78810-78819.  
<https://doi.org/10.34117/bjdv8n12-130>
41. SEDDIQI, H.; OLIAEI, E.; HONARKAR, H.; JIN, J.; GEONZON, L.C.; BACABAC, R.G.; KLEIN-NULEND, J. 2021. Cellulose and its derivatives: towards biomedical applications. In *Cellulose*. 28(4):1893-1931.  
<https://doi.org/10.1007/s10570-020-03674-w>
42. SHAFAWATI, S.N.; SIDDIQUEE, S. 2013. Composting of oil palm fibres and *Trichoderma* spp. As the biological control agent: A review. *International Biodeterioration and Biodegradation*. 85:243-253.  
<https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2013.08.005>
43. TANPICHAJ, S.; WITAYAKRAN, S.; BOONMAHITTHISUD, A. 2019. Study on structural and thermal properties of cellulose microfibrils isolated from pineapple leaves using steam explosion. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 7(1):102836.  
<https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.102836>
44. THI THUY VAN, N.; GASPILLO, PAG-ASA.; THANH, H.G.T.; NHI, N.H.T.; LONG, H.N.; TRI, N.; THI TRUC VAN, N.; NGUYEN, TIEN-THANH.; KY PHUONG HA, H. 2022. Cellulose from the banana stem: optimization of extraction by response surface methodology (RSM) and characterization. *Heliyon*. 8(12):e11845.  
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e11845>
45. YUNUS, M.A. 2019. Extraction cellulose from rice husk. *Jurnal Akta Kimia Indonesia*. 12(2):79.  
<https://doi.org/10.20956/ica.v12i2.6559>
46. ZIELIŃSKA, D.; SZENTNER, K.; WAŚKIEWICZ, A.; BORYSIK, S. 2021. Production of nanocellulose by enzymatic treatment for application in polymer composites. *Materials*. 14(9):2124.  
<https://doi.org/10.3390/ma14092124>
47. ZHANG, J.; LUO, N.; WAN, J.; XIA, G.; YU, J.; HE, J.; ZHANG, J. 2017. Directly converting agricultural straw into all-biomass nanocomposite films reinforced with additional in situ-retained cellulose nanocrystals. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 5(6):5127-5133.  
<https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.7b00488>