

ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL Y TÉRMICO EN HARINAS DE PRODUCTOS RESIDUALES DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*) PARA OBTENCIÓN DE COMPUESTOS POLIMÉRICOS BIOBASADOS

CHEMICAL PROXIMATE AND THERMAL ANALYSES ON FLOUR FROM RESIDUAL PRODUCTS OF PEAR-CACTUS (*Opuntia ficus-indica*) TOWARDS OBTAINING BIOBASED POLYMERIC COMPOUNDS

Selene Carmen Haide **Rives-Castillo**^{1*}, Zormy Nacary **Correa-Pacheco**², Silvia **Bautista-Baños**¹, Rosa Isela **Ventura-Aguilar**², Beatriz Sofía **Schettino-Bermudez**³, Pedro **Ortega-Gudiño**⁴, Alfonso **Barajas-Cervantes**⁵

¹Centro de Desarrollo de Productos Bióticos (CEPROBI), Instituto Politécnico Nacional, Carretera Yautepec-Jojutla, km 6, calle CEPROBI, No. 8, San Isidro, Yautepec, Morelos, 6231, México. (riveselene@gmail.com). ²CONACYT-Centro de Desarrollo de Productos Bióticos (CEPROBI), Instituto Politécnico Nacional, Carretera Yautepec-Jojutla, km 6, calle CEPROBI, No. 8, San Isidro, Yautepec, Morelos, 62731, México. ³Universidad Autónoma Metropolitana Departamento de Producción Agrícola y Animal. Calzada del Hueso 1100, Colonia Villa Quietud, Delegación Coyoacán, 04960, Ciudad de México, México. ⁴Departamento de Ingeniería Química, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara, Blvd. Gral. Marcelino García Barragán #1451, Guadalajara, Jalisco 44430, México. ⁵InMateriis, Lerdo de Tejada #2334 Colonia Americana Guadalajara, Jalisco, 44160, México.

RESUMEN

Una gran cantidad de desechos se genera por la remoción de espinas en el nopal verdura con un alto contenido de fibra. Estos subproductos agrícolas son fuentes de celulosa, lignina y hemicelulosa, con potencial de uso como biomateriales en producción sustentable. Con el propósito de contribuir a la solución de un problema ambiental por el uso de plásticos convencionales, bajo la premisa de que la incorporación de harina de nopal podría integrarse a un compuesto bio polimérico para mejorar desempeño y propiedades finales como biomaterial; el objetivo de esta investigación fue realizar análisis químico proximal (AQP) y análisis térmico en harinas de subproductos de nopal del estado de Morelos, México en tres periodos de cosecha, para verificar características útiles con vistas a su adición a materiales poliméricos para envases biodegradables. En el AQP se evaluó la humedad, proteína cruda, cenizas, grasa, fibra cruda, fibra detergente ácida (FDA) y fibra detergente neutra (FDN), extracto libre de nitrógeno (ELN), celulosa, hemicelulosa y lignina. Para evaluar propiedades térmicas se realizó análisis termogravimétrico (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). El diseño experimental fue completamente al azar, se realizó un ANDEVA con un

ABSTRACT

There is a large amount of waste generated by the removal of thorns from the pear-cactus (*Opuntia ficus-indica* Mill.) cladodes with a high fibre content. These agricultural by-products are sources of cellulose, lignin and hemicellulose, with potential for use as biomaterials in sustainable production. Aiming to contribute towards solving an environmental problem due to the use of conventional plastics, and under the premise that pear-cactus flour would be added as a biopolymeric compound to improve performance and final properties of polymers; the objective of this research was to perform proximate chemical analysis (AQP) and thermal analysis on pear-cactus cladodes flour from the state of Morelos, Mexico in three harvest periods, to verify their useful characteristics towards being added into polymers to produce biodegradable packaging. Water content, crude protein, ash, fat, crude fibre, acidic detergent fibre (FDA), neutral detergent fibre (FDN), nitrogen-free extract (ELN), cellulose, hemicellulose and lignin were evaluated in the AQP. To evaluate thermal properties, thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC) were performed. The experimental design was completely randomized; an ANOVA was performed with a factorial data arrangement and Tukey's mean comparison test. The AQP in the flours showed significant differences ($p \leq 0.05$) in ashes, crude fibre, neutral detergent fibre, cellulose, hemicellulose and lignin. The pear-cactus flours were similar in the three months of sampling and had a similar thermal profile in

* Autor para correspondencia ♦ Author for correspondence.

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2093-9096>.

Recibido: abril, 2021. Aprobado: julio, 2021.

Publicado en *Agrociencia* 55: 403-416. 2021.

arreglo de datos factorial y prueba de comparación de medias de Tukey. El AQP en las harinas mostró diferencias significativas ($p \leq 0.05$) en cenizas, fibra cruda, fibra detergente neutra, celulosa, hemicelulosa y lignina. Las harinas de nopal fueron similares en los tres meses de muestreo y tuvieron perfil térmico similar en TGA y DSC. T_g se obtuvo entre 46-48 °C, T_m entre 32-130 °C y temperatura de descomposición final a 455 °C. Las pruebas térmicas indicaron que la harina de nopal puede adicionarse a matrices poliméricas sin que ocurra descomposición en su uso como material bio-basado, esto es, un polímero derivado de materiales biológicos.

Palabras clave: *Opuntia ficus - indica*, harina de nopal, subproducto, análisis termogravimétrico, calorimetría diferencial de barrido.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad toma importancia la búsqueda de materiales de fuentes naturales, ecológicos, renovables y sustentables, como algunos productos y subproductos que genera la agroindustria. El nopal (*Opuntia ficus - indica*) es un cultivo endémico de América, con uso amplio como producto agroindustrial. El Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera registró que el estado de Morelos produjo 392 466.06 Mg de nopal⁶, principalmente en cuatro municipios: Tepoztlán, Tlalnepantla, Tlayacapan y Totolapan. Marín-Bustamante *et al.* (2018) evaluaron una producción anual de cerca de 40 000 Mg de desechos del nopal.

A pesar de que los materiales lignocelulósicos residuales son los más apreciados por su potencial alto para la obtención de celulosa sin daño a los ecosistemas forestales, existen pocos estudios específicos sobre su uso. Colín-Chávez *et al.* (2021) indicaron la posibilidad de utilizar desechos o subproductos de nopal, desarrollaron un material con residuos de cladodios para su uso como papel de embalaje. El interés creciente por lograr productos biodegradables ha llevado al desarrollo de compuestos a partir de biomateriales derivados de fuentes celulósicas diversas. Estos materiales resultan útiles como propuestas sustentables para resolver problemas ambientales como el uso indiscriminado de plásticos en la industria agrícola.

TGA and DSC. T_g was obtained between 46-48 °C, T_m between 32-130 °C, and the final decomposition temperature at 455 °C. Thermal tests indicated that pear-cactus flour can be added to polymeric matrices without decomposition occurring when used as a bio-based material, that is, a polymer derived from biological materials.

Keywords: *Opuntia ficus - indica*, pear-cactus flour, by-product, thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry.

INTRODUCTION

Nowadays, the search for materials from natural sources, ecological, renewable and sustainable, such as some products and by-products generated by agribusiness, becomes important. Pear-cactus (*Opuntia ficus - indica*) is an endemic crop in America, widely used as an agronomic and industrial product. The Mexican Sistema de Información Agroalimentaria y Pesquera recorded that the state of Morelos produced 392 466.06 Mg of pear-cactus cladodes⁶, mainly in four municipalities: Tepoztlán, Tlalnepantla, Tlayacapan and Totolapan. Marín-Bustamante *et al.* (2018) evaluated an annual production of some 40 000 Mg of pear-cactus waste.

Despite the fact that waste lignocellulosic materials are the most appreciated for their high potential to obtain cellulose without damaging forest ecosystems, there are few specific reports on their uses. Colín-Chávez *et al.* (2021) indicated the possibility of using waste or by-products of pear-cactus; they developed a material with cladode residues for use as packaging paper. The growing interest in achieving biodegradable products has led to the development of compounds from biomaterials derived from various cellulosic sources. These materials are useful as sustainable proposals to solve environmental problems, such as the indiscriminate use of plastics in the agricultural industry.

The pear-cactus tissues have a high fibre content, according to Hernández-Urbíola *et al.* (2011), who documented 13.26% of total fibre on a dry basis; while the crude fibre values refer to the total content of digestible and indigestible carbohydrates. On the other hand, Greco *et al.* (2013) indicated that in the

⁶SIAP (Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera) 2019. Atlas Agroalimentario. <https://www.gob.mx/siap> (Consultado: mayo 2020).

Los tejidos del nopal tienen contenido de fibra alto, de acuerdo con Hernández-Urbiola *et al.* (2011) quienes documentaron 13.26% de fibra total en base seca. Mientras los valores de fibra cruda hacen referencia al contenido total de carbohidratos digeribles y no digeribles. Por otra parte, Greco *et al.* (2013) indicó que en la composición química del nopal existe una gran cantidad de minerales (19.6% en peso), un contenido muy alto de polisacáridos (70%), incluida la celulosa (21.6% en peso) y un contenido de lignina bajo (3.6% en peso). De acuerdo con Hernández-Urbiola *et al.* (2011) los tejidos de subproductos de nopal son ricos en pectina, celulosa y agua mientras que las espinas están constituidas de lignina y celulosa.

Los polisacáridos se estudian por su disposición vasta y su potencial de aplicación como biomateriales sustentables, biodegradables y recursos renovables. Por tal motivo, la caracterización de las propiedades químicas y térmicas de harinas de nopal es necesaria para determinar su utilidad como material biodegradable o como refuerzo para biopolímeros. Entonces, bajo la premisa de que la incorporación de harina de nopal podría integrarse a un compuesto bio polimérico para mejorar desempeño y propiedades finales como biomaterial; el objetivo de esta investigación fue realizar análisis químico proximal (AQP) y análisis térmico en harinas de subproductos de nopal del estado de Morelos, México en tres periodos de cosecha, para verificar características útiles con vistas a su adición a materiales poliméricos para envases biodegradables.

MATERIALES Y MÉTODOS

Material vegetal

Los nopales variedad Milpa Alta se colectaron en el municipio de Tlalnepantla, Morelos, donde se producen con un manejo convencional del cultivo. Cladodios de desecho se seleccionaron por su tamaño (25 a 35 cm) pues ya estaban dañados o tenían edad superior a los 3 meses. El peso fue osciló entre los 300 a 1000 g por cladodio. Tres muestreos se realizaron en 2019, en mayo (época seca), agosto y septiembre (época de lluvias).

Obtención de harina de nopal

De acuerdo con la metodología propuesta por Scaffaro *et al.* (2019) con modificaciones en tiempo y temperatura de secado;

chemical composition of pear-cactus tissues there is a large amount of minerals (19.6% by weight), a very high content of polysaccharides (70%), including cellulose (21.6% by weight) and a low lignin content (3.6% by weight). According to Hernández-Urbiola *et al.* (2011), the pear-cactus by-product tissues are rich in pectin, cellulose and water, while the thorns are made of lignin and cellulose.

Polysaccharides are studied for their vast availability and potential application as sustainable, biodegradable biomaterials and renewable resources. For this reason, the characterization of the chemical and thermal properties of pear-cactus flour is necessary to determine its usefulness as a biodegradable material as a reinforcement for biopolymers. Thus, under the premise that pear-cactus flour would be added as a biopolymeric compound to improve performance and final properties of polymers; the objective of this research was to perform proximate chemical analysis (AQP) and thermal analysis on pear-cactus cladodes flour from the state of Morelos, Mexico in three harvest periods to verify their useful characteristics towards being added into polymers to produce biodegradable packaging.

MATERIALS AND METHODS

Plant material

Pear-cactus cladodes of the Milpa Alta variety were collected in the municipality of Tlalnepantla, Morelos, where they are produced with a conventional crop management. Waste cladodes were selected for their size (25 to 35 cm) as they were already damaged or were older than 3 months. Weight ranged from 300 to 1000 g per cladode. Three samplings were carried out in 2019, in May (dry season), August and September (rainy season).

Obtaining pear-cactus flour

According to the methodology proposed by Scaffaro *et al.* (2019), with modifications in drying time and temperature, each cladode was rinsed with tap water to remove soil debris, then cut into prisms of approximately 2 cm in length. They were spread on an aluminum tray and dried in a drying oven (Binder® FD23ULE2, Germany) at constant temperature, 60 °C for 24 h to avoid thermal degradation of the components. Once the sample was dry, it was ground with a blender (Osterizer® 465-43, Mexico) for 1 min. Afterwards, the particle size of the flour obtained was homogenized with a Num. 50 sieve mesh (100 μ m sieve size).

cada claddio se enjuagó con agua potable para eliminar restos de suelo, luego se cortaron en prismas de 2 cm de longitud aproximada. Los cortes se extendieron sobre una charola de aluminio y se secaron en horno de secado (Binder® FD23ULE2, Alemania) a temperatura constante, 60 °C durante 24 h para evitar la degradación térmica de los componentes. Una vez seca la muestra, se molió con una licuadora (Osterizer® 465-43, México) durante 1 min. Después, se homogenizó el tamaño de partícula de la harina obtenida con un tamiz de malla No. 50 (100 μ m). Las harinas se almacenaron a temperatura ambiente en bolsas plásticas selladas y etiquetadas con peso, temperatura, día de muestreo y tipo de harina.

Análisis Químico Proximal

El análisis químico proximal se realizó en la Universidad Autónoma Metropolitana campus Xochimilco, con los métodos propuestos por AOAC (2000). El contenido de humedad se determinó por diferencia entre el peso del material fresco y el peso constante de la muestra en un horno de secado (Riossa® H-82, México). La ceniza total se determinó al incinerar muestra en una mufla (FELISA®FE-360, México) a 500 °C. El contenido de grasa cruda se determinó por extracción etérea libre de nitrógeno en el equipo (Labconco®, E.U.A.). La determinación de proteína cruda se realizó con micro Kjeldahl (FOSS® Tecator™, Dinamarca). La fibra cruda se evaluó por el método Weende modificado a partir de AOAC (2000). Los análisis de fibra detergente ácida (FDA), fibra detergente neutra (FDN), celulosa, hemicelulosa y lignina se determinaron según el método clásico de Van Soest (AOAC, 2000). El extracto libre de nitrógeno (ELN), se determinó como la diferencia de la suma de todas las composiciones con el 100%. Todos los análisis se realizaron por triplicado con cada una de las harinas obtenidas durante los muestreos.

Análisis térmicos

Análisis termogravimétrico (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La determinación de las propiedades térmicas se realizó en la empresa In Materiis, localizada en Guadalajara, Jalisco; se llevó a cabo en un analizador STA-PT – 1600 (LINSEIS®, Alemania) que realiza análisis simultáneos de TGA y DSC. Las muestras se sometieron a un programa controlado de temperatura para determinar el porcentaje de pérdida de peso por descomposición, deshidratación y otros componentes, así como para determinar sus transiciones térmicas. La rampa de calentamiento fue de 20 a 500 °C con una velocidad de 10 °C por min en atmósfera inerte de nitrógeno a 8 L h⁻¹, de acuerdo con López-García *et al.*

The flours were stored at room temperature in sealed and labelled plastic bags specifying weight, temperature, sampling day and type of flour.

Proximate Chemical Analysis

The proximate chemical analysis was carried out at the Universidad Autónoma Metropolitana campus Xochimilco, with the methods proposed by AOAC (2000). Water content was determined by the difference between the weight of the fresh material and the constant weight of the sample in a drying oven (Riossa® H-82, Mexico). Total ash was determined by incinerating the sample in a muffle (FELISA®FE-360, Mexico) at 500 °C. The crude fat content was determined by nitrogen-free ether extraction analysis in the equipment (Labconco®, USA). Crude protein determination was performed with micro Kjeldahl (FOSS® Tecator™, Denmark). Crude fibre was evaluated by the Weende method modified from AOAC (2000). The analyses of acidic detergent fibre (FDA), neutral detergent fibre (FDN), cellulose, hemicellulose and lignin were determined according to the classical method of Van Soest (AOAC, 2000). The nitrogen-free extract (ELN) was determined as the difference of the sum of all the compositions with 100%. All the analyses were carried out in triplicate with each one of the flours obtained during the samplings.

Thermal analysis

Thermogravimetric Analysis (TGA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC)

The determination of the thermal properties took place in the company In Materiis, located in Guadalajara, Jalisco. It was done on a STA-PT-1600 analyzer (LINSEIS®, Germany), which performs simultaneous analyses of TGA and DSC. Samples were subjected to a controlled temperature program to determine the percentage of weight loss due to degradation, dehydration and other components, as well as to determine their thermal transitions. The heating curve was from 20 to 500 °C, with a speed of 10 °C per min in an inert nitrogen atmosphere at 8 L h⁻¹, according to López-García *et al.* (2017). The test was carried out in triplicate with each of the flours obtained during the samplings.

Statistical analysis

All the experiments were done in triplicate. With ANOVA followed by a Tukey mean comparison test with $p \leq 0.05$, the statistical software used was SigmaPlot 13 (SYSTAT, 2018).

(2017). La prueba se realizó por triplicado con cada una de las harinas obtenidas durante los muestreos.

Análisis estadístico

Todos los experimentos se realizaron por triplicado. Con ANDEVA seguido de una prueba de comparación de medias de Tukey con $p \leq 0.05$, el paquete estadístico usado fue SigmaPlot 13 (SYSTAT, 2018).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Análisis químico proximal

De las pruebas realizadas a las harinas de nopal, se observó que el porcentaje de humedad (5.12%) fue el mismo para las tres harinas de cada muestreo sin diferencia ($p > 0.05$) estadística significativa (Cuadro 1). Esto fue similar a lo obtenido por Hernández-Urbiola *et al.* (2011) quienes valoraron la humedad de harinas de nopal y obtuvieron 5.03% de humedad en harinas de cladodios de 40 d de edad.

En cuanto al contenido de proteína cruda, esta fue ligeramente superior en la harina de los cladodios del mes de mayo (12.17%), los cuales se colectaron en temporada seca y fueron diferentes ($p \leq 0.05$) a las harinas de los cladodios colectados en agosto

RESULTS AND DISCUSSION

Proximate chemical analysis

From the tests run on the pear-cactus flours, we observed that the water content percentage (5.12%) was the same for the three flours of each sampling with no significant ($p > 0.05$) differences between them (Table 1). This was similar to that obtained by Hernández-Urbiola *et al.* (2011) who evaluated water content of pear-cactus flour and obtained 5.03% water content in 40 d old cladodes flour.

The crude protein content was slightly greater in the flour of cladodes of May (12.17%), which were collected in the dry season and were different ($p \leq 0.05$) to the flour of the cladodes collected in August (11.61%) and September (11.50%) in the rainy season. This agrees with Uche *et al.* (2017) who reported 11.60% protein in *Opuntia dillenii* flour, a variety of pear-cactus cultivated in Mexico, Cuba, USA, and Bahamas, among others.

The ash content was different ($p \leq 0.05$) in each sampling and was greater (24.61%) in the pear-cactus flours of cladodes collected in September, compared to those of previous months (May 16.45% and August 19.92%). This could be due to the volcanic ash falling from the Popocatepetl volcano during

Cuadro 1. Composición química proximal (% base seca) de las harinas de nopal cosechado en mayo, agosto y septiembre.
Table 1. Proximate chemical composition (dry base %) in flours of pear-cactus harvested in May, August and September.

Componente (%)	Mayo	Agosto	Septiembre
Humedad	5.12 ± 0.06 a	5.12 ± 0.06 a	5.12 ± 0.06 a
Proteína cruda	12.17 ± 0.11 a	11.61 ± 0.74 ab	11.50 ± 0.30 ab
Cenizas	16.45 ± 0.10 a	19.92 ± 0.04 b	24.61 ± 0.18 c
Grasa	1.48 ± 0.06 a	1.58 ± 0.02 a	1.71 ± 0.10 a
Fibra cruda	12.07 ± 0.49 a	10.52 ± 0.24 b	9.12 ± 0.06 b
†FDN	16.39 ± 0.13 a	13.26 ± 1.06 b	10.52 ± 1.71 c
†FDA	11.32 ± 0.12 a	11.79 ± 0.24 a	11.92 ± 0.84 a
ELN	57.72 ab	56.41 ab	53.13 c

FDN (fibra detergente neutra), FDA (fibra detergente ácida) y ELN (extracto libre de nitrógeno); †FDN y FDA, proceden de la fibra cruda total. Valores indican promedios del análisis por triplicado ± desviación estándar. Letras distintas entre filas indican diferencia estadística (Tukey, $p \leq 0.05$). ♦ FDN (neutral detergent fibre), FDA (acidic detergent fibre) and ELN (nitrogen free extract); †FDN and FDA proceeded from total crude fibre. Values indicate means of triplicate analysis ± standard deviation. Different letters among rows indicate statistical difference (Tukey, $p \leq 0.05$).

(11.61%) y septiembre (11.50%) en época de lluvias. Esto concuerda con Uche *et al.* (2017) quienes registraron 11.60% de proteína en harina de *Opuntia dillenii*, una variedad de nopal cultivada en México, Cuba, E.U.A. y Bahamas, entre otros.

El contenido de cenizas fue diferente ($p \leq 0.05$) en cada muestreo y fue superior (24.61%) en las harinas de nopal de los cladodios de septiembre respecto a los de meses anteriores (mayo 16.45% y agosto 19.92%). Esto pudo deberse a la caída de ceniza volcánica desde el volcán Popocatepetl durante septiembre del 2019, período con una actividad volcánica mayor durante las fechas de muestreo; por ello las cenizas pudieron depositarse en los tejidos epidérmicos de los cladodios, las cenizas están constituidas principalmente de sílice.

El incremento en el contenido de cenizas en las harinas de nopal se puede atribuir al aumento de ligninas que se relacionan directamente con minerales insolubles (hasta 30%). Estos forman parte de las estructuras no energéticas de la pared celular de las plantas y le confieren estructura y rigidez (Chávez-Sifones *et al.*, 2013). También otros autores han señalado que el contenido de cenizas se incrementa con la edad debido al contenido alto de minerales como magnesio, calcio y fósforo, presentes durante la maduración de los cladodios. Rodiles-López *et al.* (2019) documentaron contenidos de cenizas de 18.41 a 23.24% en cladodios maduros de 50 d a 3 años.

El porcentaje de grasa no mostró diferencia estadística con valores de 1.48 a 1.71%. Rodríguez-Félix y Cantwell (1988) describieron que el porcentaje de grasas en harinas de nopal era 1% para nopales de 20 cm de longitud. Rodiles-López *et al.* (2019) señalaron resultados similares con 1.50% de grasa en harinas de mucílago de nopal para el desarrollo de una tortilla más saludable. Respecto al contenido de fibra cruda, los valores mostraron diferencias ($p \leq 0.05$) entre las harinas ya que estos oscilaron entre 9.12 y 12.07%. Hernández-Urbiola *et al.* (2011) obtuvieron resultados similares obtuvieron con valores correspondientes de 6.15, 11.0 y 13.26% de fibra total en base seca. Los valores de fibra cruda hacen referencia al contenido total de carbohidratos digeribles y no digeribles que se encuentran en las muestras que se evaluaron.

Sin embargo, para conocer más a fondo el contenido de fibra soluble y fibra insoluble fue necesario realizar otras pruebas, entre ellas la de FDN, la cual proveyó información sobre el contenido

September 2019, a period with greater volcanic activity during the sampling dates. For this reason, ashes could be deposited in the epidermal tissues of the cladodes; ashes are mainly made of silica.

The increase in ashes content in the pear-cactus flours can also be attributed to the increase in lignin, which are directly related to insoluble minerals (up to 30%). Those are part of the non-energetic structures of plants in the cell wall, bringing structure and rigidity (Chávez-Sifones *et al.*, 2013). Other authors have also pointed out that the ash content increases with age due to the high content of minerals such as magnesium, calcium and phosphorus, present during the maturation of the cladodes. Rodiles-López *et al.* (2019) reported ash contents of 18.41 to 23.24% in mature cladodes from 50 days to 3 years of age.

Fat percentage did not show statistical difference with values from 1.48 to 1.71%. Rodríguez-Félix and Cantwell (1988) described that the percentage of fat in pear-cactus cladodes flour was 1% for those of 20 cm in length. Rodiles-López *et al.* (2019) reported similar results with 1.50% fat in pear-cactus mucilage flours to produce a healthier Mexican tortilla. The values of crude fibre content showed differences ($p \leq 0.05$) among the flours since they ranged between 9.12 and 12.07%. Hernández-Urbiola *et al.* (2011) obtained similar results with corresponding values of 6.15, 11.0 and 13.26% of total fibre on a dry base. Crude fibre values referred to the total content of digestible and non-digestible carbohydrates found in the evaluated samples.

However, to learn more about the content of soluble fibre and insoluble fibre, it was necessary to perform other tests, among them the FDN test, which provided information on the hemicellulose, pectin and protein content in the vegetative parts, mainly constituted by structural carbohydrates (Hernández-Urbiola *et al.*, 2011). In this case, statistical differences ($p \leq 0.05$) were found among the sampling months; in May (dry season) a higher percentage was obtained with 16.39%, compared to the months of the rainy season (August, 13.26%, and September, 10.52%).

After the FDA test, the statistical analysis showed no significant differences ($p > 0.05$) in the flour of the cladodes collected in May (11.32%) and August (11.79%); the percentage was very similar in the three months of sampling. This is related to the content of insoluble fibre (cellulose and lignin);

de hemicelulosa, pectinas y proteínas de las partes vegetativas, constituidas principalmente por los carbohidratos estructurales (Hernández-Urbiola *et al.*, 2011). En este caso, se encontraron diferencias estadísticas ($p \leq 0.05$) entre los meses de muestreo; mayo (época seca) fue en el cual se obtuvo un porcentaje mayor con 16.39%, en comparación con los meses de temporada de lluvias (agosto, 13.26% y septiembre, 10.52%).

En cuanto a la prueba de FDA, el análisis estadístico no arrojó diferencias significativas ($p > 0.05$) en las harinas de los cladodios del mes de mayo (11.32%) y agosto (11.79%); el porcentaje fue muy similar en los tres meses de muestreo. Este resultado se relaciona con el contenido de fibra insoluble (celulosa y lignina), ambos polisacáridos son de importancia para este estudio. Por tal motivo, se planteó una cuantificación más acertada para obtener un panorama mejor de su uso como biomaterial biodegradable.

El ELN presentó diferencias ($p \leq 0.05$) entre los meses de muestreo; mayo fue el mes que obtuvo un porcentaje mayor con 57.72%, seguido del mes de agosto con 56.41% y por último el mes de septiembre con 53.13%. Resultados similares presentados por FAO (2016) indicaron que el ELN para cladodios de 3 a 12 meses se encuentra entre 58 y 60%, lo cual concuerda con los resultados obtenidos en esta investigación. La fracción que representa el ELN no contiene celulosa, sino otros compuestos como el almidón y azúcares, en especial pectinas, uno de los constituyentes principales de los cladodios de nopal (Hernández-Urbiola *et al.*, 2011).

Los contenidos totales de celulosa, hemicelulosa y lignina de las harinas de cladodios de cada mes de muestreo se cuantificaron. Como se puede observar, los contenidos mayores respectivos de celulosa y hemicelulosa estuvieron en las harinas del mes de mayo, 11.07 y 16.39% (Cuadro 2). Mientras que el contenido mayor de lignina se obtuvo en septiembre con un 4% de las harinas procesadas de los cladodios colectados en septiembre, con tamaño mayor durante el muestreo. Estos resultados también coincidieron con los expuestos por Yang *et al.* (2015) quienes señalaron contenidos de celulosa entre 9.8 - 13.1% en cladodios maduros provenientes de áreas con poco estrés hídrico. En cuanto al contenido de lignina total, los resultados fueron similares a los de Osuna-Ceja *et al.* (2019) con valores entre 1.0 - 2.7% en subproductos de nopal forrajero.

both polysaccharides are important for this study. Therefore, a more accurate quantification would help to obtain a wider scope of their use as a biodegradable biomaterial.

The ELN showed differences ($p \leq 0.05$) among sampling months; May was the month that obtained a higher percentage with 57.72%, followed by August with 56.41% and finally September with 53.13%. Similar results by FAO (2016) indicated that the ELN for cladodes from 3 to 12 months is between 58 and 60%, which agrees with the results obtained in this study. The fraction that the ELN represents does not contain cellulose, but other compounds such as starch and sugars, pectin in particular, one of the main constituents of pear-cactus cladodes (Hernández-Urbiola *et al.*, 2011).

Total cellulose, hemicellulose and lignin contents of the cladodes flour in each month of sampling were quantified. As observed, the highest respective contents of cellulose and hemicellulose were in the flours of cladodes collected in May, 11.07 and 16.39% (Table 2). Whereas the highest lignin content was obtained in September with 4% of the processed flours from the cladodes collected in September, with a larger size during the sampling. These results also coincided with those reported by Yang *et al.* (2015), who indicated cellulose contents between 9.8 - 13.1% in mature cladodes from areas with little water stress. Results on the total lignin content were similar to those of Osuna-Ceja *et al.* (2019) with values between 1.0 - 2.7% in pear-cactus by-products collected for forage.

Previous studies on the chemical composition of pear-cactus indicated variation under climatic conditions when cutting the cladodes. Despite this, the study by Rodiles-López *et al.* (2019) indicated that these changes are proportional to the age of the cladode, with considerable increases in ashes, calcium and protein contents. A similar behavior occurs with the lignin content in cacti, which increases according to the age of the stem.

Pear-cactus cladodes waste flours have great potential as renewable biomaterials in the addition of polymeric matrices, due to interactions between their functional groups and those of biodegradable polymers such as PLA. This occurs because they can increase the mechanical properties of resistance and Young's modulus, as well as to accelerate their biodegradation (Scaffaro *et al.*, 2019).

Cuadro 2. Contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina (% en base seca) en harina de nopal de cladidos colectados en mayo, agosto y septiembre.**Table 2. Cellulose, hemicellulose and lignin content (% on a dry base) of pear-cactus flour from cladodes collected in May, August and September.**

Mes de muestreo	(%) Celulosa	(%) Hemicelulosa	(%) Lignina
Mayo	11.07 ± 2.75 a	16.39 ± 0.13 a	1.73 ± 0.45 ab
Agosto	10.66 ± 0.59 ab	13.26 ± 1.06 b	1.04 ± 0.23 a
Septiembre	10.86 ± 0.89 a	10.52 ± 1.71 c	4.00 ± 0.06 c

Valores indican promedios de análisis por triplicado ± desviación estándar en base seca. Letras distintas entre filas indican diferencia estadística (Tukey, $p \leq 0.05$). ♦ Values indicate means of triplicate analysis ± standard deviation on a dry base. Different letters among rows indicate statistical differences (Tukey $p \leq 0.05$).

Estudios previos sobre la composición química del nopal señalaron su variación entre condiciones climáticas al corte de los cladodios. A pesar de esto, investigaciones como la de Rodiles-López *et al.* (2019) indicaron que estos cambios son proporcionales a la edad del cladodio, con incrementos considerables en los contenidos de cenizas, calcio y proteínas. De la misma manera, un comportamiento similar se da con el contenido de lignina en las cactáceas, el cual se incrementa conforme con la edad de la penca.

Las harinas de residuos de nopal tienen un gran potencial como biomaterial renovable en la adición de matrices poliméricas, por las interacciones entre sus grupos funcionales y los de polímeros biodegradables como el PLA. Ya que pueden aumentar las propiedades mecánicas de resistencia y el módulo de Young, así como acelerar su biodegradación (Scaffaro *et al.*, 2019).

Análisis térmicos

Análisis termogravimétrico (TGA)

En el TGA de las harinas de los meses de mayo, agosto y septiembre se observó un comportamiento similar al de otras variables entre los meses muestreados (Figura 1). La primera pérdida de peso en el mes de mayo se observó a los 124.44 °C con una pérdida de peso de 6.43%, del mes de agosto, se observó a partir de los 86.43 °C con un 6.83% de pérdida de masa, y en el mes de septiembre, a partir de los 127.60 °C con una pérdida de masa de 6.6%. Esto se debe en lo principal a la pérdida de humedad en los materiales vegetales (Stefanidis *et al.*, 2014). Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) obtuvieron resultados similares con harinas de mucílago de cáscaras de tunas (*Opuntia*

Thermal analysis

Thermogravimetric Analysis (TGA)

In the TGA of the flours from cladodes collected in May, August and September a similar behaviour to that of other variables was observed among the variable month of sampling (Figure 1). The first drop in May was observed at 124.44 °C amounting a weight loss of 6.43%; in August, it was observed at 86.43 °C with a 6.83% mass loss; and in September, at 127.60 °C with a mass loss of 6.6%. This is mainly due to the loss of water in plant materials (Stefanidis *et al.*, 2014). Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) obtained similar results with mucilage flours from

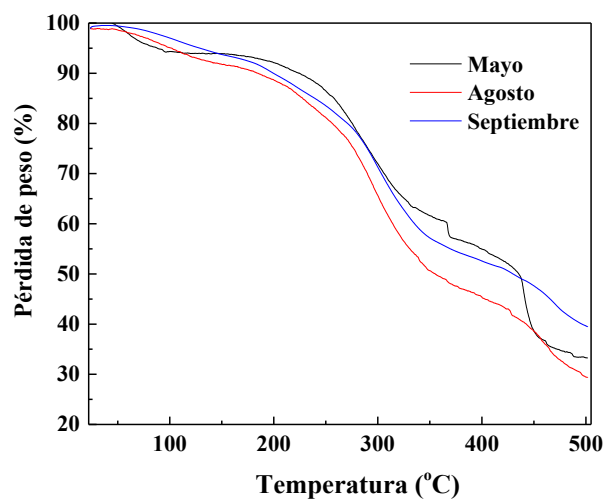


Figura 1. Curva de análisis termogravimétrico (TGA) de la harina de cladodios de nopal colectadas en mayo, agosto y septiembre.

Figure 1. Thermogravimetric analysis curve (TGA) of the pear-cactus flour from cladodes collected in May, August and September.

ficus - indica), en ese estudio, la primera transición representativa de la pérdida de peso ocurrió de 25 a 120 °C, debido a la pérdida en el contenido de agua.

La transición siguiente en harinas de cladodios del mes de mayo, se observó a partir de los 231 °C con una pérdida en peso del 11.08%, mientras que, en el mes de agosto, fue a partir de los 157.21 °C con una pérdida en peso del 13.56%. Para las harinas del mes de septiembre, la transición fue a partir de los 237 °C con una pérdida en peso del 16.81%. A partir de los 327.85 °C, se observaron pérdidas de peso superiores al 40%. Estos resultados son similares a los documentados por Stefanidis *et al.* (2014) quienes mencionaron que la pérdida de peso a estas temperaturas fue representativa de la descomposición de polisacáridos, esto ocurrió dentro de los 200 a 320 °C con pérdidas de peso hasta 59.7%. Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) observaron algo muy similar en su estudio, que entre 120 y 290 °C hubo descomposición en la biomasa de los componentes hemicelulosa y lignina; y que esta última comenzó a degradarse a partir de los 120 °C. En nuestra investigación, el contenido de lignina fue significativo ($p \leq 0.05$) respecto a la edad de los cladodios (Cuadro 2).

El mucílago de nopal es hidrofílico y su contenido de carbohidratos alto lo hace muy heterogéneo. Por tal motivo, la variación entre la pérdida de masa (en peso) que se presentó a partir de los 210 °C hasta los 310 °C (donde se observó la pérdida mayor, Figura 1) es característica de la descomposición de los polisacáridos; con la temperatura de carbonización a 431.34 °C. Al respecto, Pinto *et al.* (2016) obtuvieron un resultado similar con una temperatura de carbonización del mucílago de quingombó (*Abelmoschus esculentus*) de 400 °C. Y Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) identificaron la descomposición de polisacáridos a partir de los 120 °C y la carbonización total de materiales sin mucílago de nopal a los 280 °C.

El comportamiento de las muestras de harina de los tres meses fue similar ($p > 0.05$) en cuanto a la pérdida de peso ya que ocurrió a temperaturas semejantes, esto tal vez se debió a que las harinas se obtuvieron de cladodios de la misma edad aproximada y del mismo municipio. A la fecha existen pocas publicaciones sobre el uso de harina de nopal como material de refuerzo en matrices poliméricas. Entre estas destaca la investigación de Scaffaro *et al.* (2019) quienes desarrollaron un bio compuesto con ácido poliláctico (poly L-lactic acid, PLA) y adición de

prickly pear-cactus fruits peel (*Opuntia ficus - indica*). In their study, the first representative transition of weight loss occurred from 25 to 120 °C, due to water content loss.

The following transition in cladodes flour collected in May was observed at 231 °C, with a weight loss of 11.08%, while in August, it was at 157.21 °C, with a weight loss of 13.56%. The transition of the flours from cladodes collected in September was at 237 °C, with a weight loss of 16.81%. Starting at 327.85 °C, weight losses of over 40% were observed. These results are similar to those reported by Stefanidis *et al.* (2014), who mentioned that the weight loss at these temperatures was representative of polysaccharides degradation. This occurred within 200 to 320 °C, with weight losses up to 59.7%. Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) reported closely similar results in their study, observing that between 120 and 290 °C occurred biomass degradation in components such as hemicellulose and lignin; and that the latter began to degrade at 120 °C. In our research, the lignin content was significant ($p \leq 0.05$) at comparing cladode age (Table 2).

Pear-cactus mucilage is hydrophilic, and its high carbohydrate content makes it very heterogeneous. For this reason, the variation in the loss of mass (in weight) that occurred from 210 °C to 310 °C (the greatest weight loss point, Figure 1), is characteristic from polysaccharides degradation, with the carbonization temperature at 431.34 °C. In this regard, Pinto *et al.* (2016) obtained a similar result with the carbonization temperature of okra mucilage (*Abelmoschus esculentus*) at 400 °C. Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) identified the decomposition of polysaccharides starting at 120 °C and the total carbonization of materials without pear-cactus mucilage at 280 °C.

The behaviour of the flour samples of the three months was similar ($p > 0.05$) in terms of weight loss since it occurred at similar temperatures; this was due perhaps to the flours were obtained from cladodes of an approximate age and at the same municipality. To date there are few publications on the use of pear-cactus flour as a reinforcing material in polymeric matrices. Among these, the research by Scaffaro *et al.* (2019) stands out by developing a bio compound with polylactic acid (PLA) and the addition of cladode fibres from adult pear-cactus. That biomaterial demonstrated a remarkable adherence

fibras de cladodio de nopal adulto. El bio material demostró una adherencia notable del polímero con las fibras de nopal, atribuido a la carga interfásica del PLA; lo cual también incrementó la ductilidad del material.

Una investigación reciente de Colín-Chávez *et al.* (2021) informó sobre el uso de fibras de subproductos de nopal de dos años para el desarrollo de un material biodegradable de embalaje; en el cual se obtuvieron láminas de papel comparables con fibras maderables y no maderables. Las harinas lignocelulósicas toman gran importancia por su potencial como biomateriales para el refuerzo de matrices poliméricas. Además, son una fuente renovable, abundantes, económica y al tratarse de biomasa residual presentan buenas propiedades mecánicas para su uso como biomaterial biodegradable (Abdul Khalil *et al.*, 2016).

Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Las transiciones son fenómenos importantes que sirven para conocer el comportamiento térmico de los polímeros, pues describen la rigidez de las cadenas poliméricas. Así ayudan a entender y referenciar mejor su uso posible para adición en biomateriales de acuerdo con lo descrito por Gheribi *et al.* (2019). Las transiciones de temperatura de las harinas de nopal de cladodios colectados en los meses de mayo, agosto y septiembre también se describieron en este estudio (Figura 2). El primer evento térmico correspondiente a la T_g (transición vítrea) se observó entre los 46 y 48 °C, para cladodios de mayo, agosto y septiembre (Figura 2A). Estos resultados fueron similares a lo publicado por otros autores que observaron valores T_g de 45 °C en harinas de mucílago de nopal (Gheribi *et al.*, 2019).

Después, se presentó un segundo evento térmico entre los 32 y los 130 °C con un pico endotérmico a 90 °C, mismo que correspondió a la temperatura de fusión (T_m) con una pérdida de peso menor al 10% que correspondió con la pérdida de agua y componentes de bajo peso molecular (Figura 2B), de manera similar a lo consignado por Madera-Santana *et al.* (2018). También Manani *et al.* (2018) expusieron un primer evento térmico para harinas de cladodio de nopal adulto entre los 35–120 °C, intervalo que identifica la pérdida de humedad. El ablandamiento de las harinas de nopal durante sus transiciones térmicas es complejo y coincidente con aquéllas del

of the polymer to the pear-cactus fibres, attributed to the interphase load of PLA, also increasing the ductility of the material.

A recent study by Colín-Chávez *et al.* (2021) reported on the use of two-year-old pear-cactus by-product fibres for the development of a biodegradable packaging material; in which sheets of paper comparable with wood and non-wood fibres were obtained. Lignocellulosic flours take on great importance with potential as biomaterials for reinforcing polymeric matrices. In addition, they are a renewable, abundant, inexpensive source and, as they are residual biomass, they present good mechanical properties for use as a biodegradable biomaterial (Abdul Khalil *et al.*, 2016).

Differential scanning calorimetry (DSC)

Transitions are important phenomena that serve to understand the thermal behaviour of polymers; describing the stiffness in polymer chains. Thus, they help to understand and reference their addition to biomaterial applications, as it was described by Gheribi *et al.* (2019). The temperature transitions of the pear-cactus flour from cladodes collected in May, August and September were also described in this study (Figure 2). The first thermal event corresponding to the T_g (glass transition) was observed between 46 and 48 °C, for cladodes collected in May, August and September (Figure 2A). These results were similar to those published by other authors, who reported a T_g of 45 °C for pear-cactus mucilage flour (Gheribi *et al.*, 2019).

Later, a second thermal event occurred between 32 and 130 °C, with an endothermic peak at 90 °C, which corresponded to the melting temperature (T_m), with a weight loss of less than 10% that corresponded to the loss of water and low molecular weight compounds (Figure 2B), similar to that reported by Madera-Santana *et al.* (2018). Also, Manani *et al.* (2018) reported a first thermal event for adult pear-cactus cladodes flour between 35–120 °C, an interval that identifies water content loss. The softening of pear-cactus flour during thermal transitions is complex and it coincides with those of PLA. This phenomenon has been observed, according to Scaffaro *et al.* (2019), in the case of lignocellulosic fills from pear-cactus fibre flours; and it can be attributed to the presence of minerals and impurities

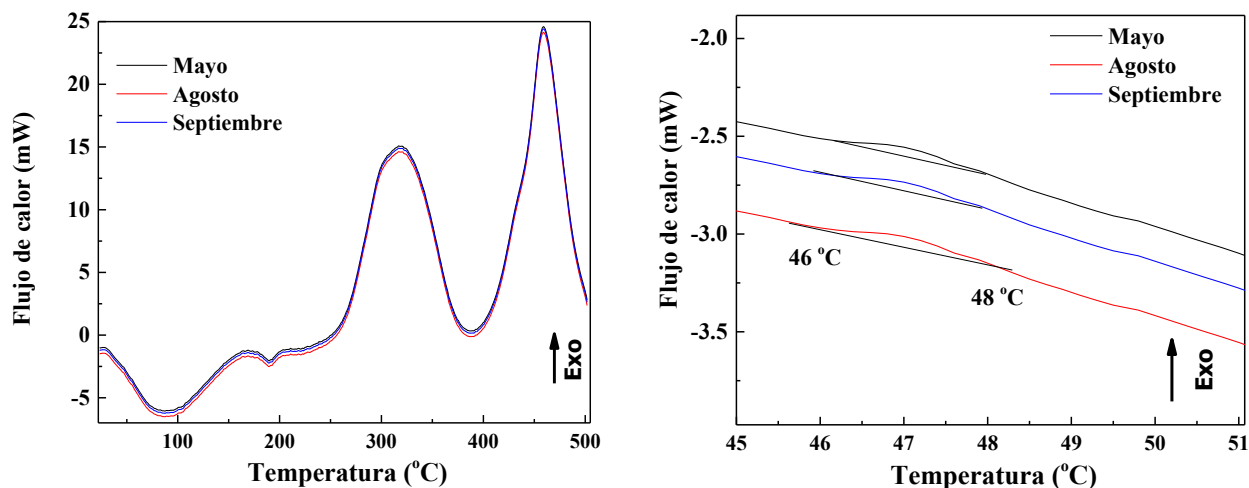


Figura 2. Curva de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de las harinas de cladodios de nopal. (A) Termograma completo y (B) Detalle de la Transición vítrea (T_g).

Figure 2. Differential scanning calorimetry curve (DSC) of pear-cactus cladodes flour. (A) Complete thermogram, and (B) Detail of the glass transition (T_g).

PLA. Este fenómeno se ha observado de acuerdo con Scaffaro *et al.* (2019) en el caso de rellenos lignocelulósicos de harinas de fibra de nopal y puede atribuirse a la presencia de minerales e impurezas en las fibras crudas que inducen la degradación de matrices poliméricas.

El tercer evento exotérmico se presentó entre los 240 y los 380 °C con un pico a los 315 °C que correspondió a la descomposición térmica de las proteínas y polisacáridos. Este evento muestra la descomposición habitual de los polisacáridos que ocurre de entre los 210 a 350 °C y define también la interacción de otros componentes como son la celulosa, hemicelulosa y lignina (Stefanidis *et al.*, 2014). Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) observaron la aparición de estos picos a partir de los 120 °C para compuestos lignocelulósicos, en particular la hemicelulosa que se puede verificar entre los 170 a 190 °C.

El último evento se presentó entre los 394 y los 500 °C con un pico a los 455 °C el cual correspondió a la degradación total de los componentes, como es la lignina presente en las muestras, de acuerdo con Stefanidis *et al.* (2014). Otros autores como Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) mencionaron que la depolimerización de la pectina, otro de los componentes principales del nopal, se observó entre 154 y 281 °C. Por último, la descomposición final de la muestra ocurrió a 460 °C (Figura 2A).

La T_g fue similar para las tres muestras de harina, con valores en 45 y 48 °C, al igual que las otras

in the raw fibres that induce the degradation of polymeric matrices.

The third exothermic event occurred between 240 and 380 °C, with a peak at 315 °C that corresponded to the thermal decomposition of proteins and polysaccharides. This event shows the usual polysaccharides degradation that occurs between 210 to 350 °C, and it also defines the interaction of other components such as cellulose, hemicellulose and lignin (Stefanidis *et al.*, 2014). Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) observed the appearance of these peaks starting at 120 °C for lignocellulosic compounds, particularly hemicellulose, which can be observed between 170 and 190 °C.

The last event occurred between 394 and 500 °C with a peak at 455 °C, which corresponded to the total degradation of the components, such as the lignin present in the samples, according to Stefanidis *et al.* (2014). Other authors, such as Guadarrama-Lezama *et al.* (2018) indicated that pectin depolymerization which is another of the main components of pear-cactus was observed at 154 to 281 °C. Finally, the complete decomposition of the sample occurred at 460 °C (Figure 2A).

T_g was similar in the three flour samples, values between 45 and 48 °C, as the other transitions. No difference ($p > 0.05$) was observed among the sampling months. That could be due to flour was obtained from cladodes with approximate age at the cutting, and at the same municipality. TGA and DSC techniques are

transiciones. No se observó diferencia ($p > 0.05$) entre los meses de muestreo. Esto pudo deberse a que las harinas se obtuvieron de cladodios con la misma edad aproximada al corte y eran del mismo municipio. Las técnicas de TGA y DSC son complementarias. En el TGA, se pudo observar la estabilidad térmica de las tres muestras y las transiciones térmicas en el DSC. En el termograma de TGA el producto de las etapas de descomposición térmica estuvieron alrededor de 310-317 y 450 °C y correspondieron con temperatura entre 240-380 °C (pico máximo en 315 °C) y 394-500 °C (pico máximo en 455 °C), observados en los termogramas DSC. Estas transiciones permitieron conocer los intervalos de temperatura en los cuales el bio material se degradó y fundió, para así tener vistas del uso que podrá tener dicho biomaterial, adicionado a manera de biopolímero en una matriz polimérica.

El uso de refuerzos de harinas lignocelulósicas de nopal en matrices poliméricas facilita las interfaces y mejora las propiedades de rotura de polímeros como el PLA. Los materiales producidos a partir de biomasa ayudan a rellenar los poros de la matriz polimérica y mejoran no solo el rendimiento sino también la ductilidad de los materiales (Pérez-Fonseca *et al.*, 2017; Scaffaro *et al.*, 2019). Esta mejora en propiedades facilitaría su uso en un modelo de extrusión para la fabricación de fibras biodegradables que sirvan para el desarrollo de materiales biopoliméricos biodegradables.

CONCLUSIONES

El análisis químico proximal mostró porcentajes similares de humedad, proteína cruda, grasa y fibra detergente ácida en las tres harinas de cada muestreo sin diferencia estadística. El contenido de cenizas fue superior en las harinas de nopal de cladodios colectados en septiembre al igual que el contenido de lignina y fibra cruda. En fibra cruda, fibra detergente neutra, extracto libre de nitrógeno, contenido de celulosa y hemicelulosa, el valor fue mayor en mayo, mes de época seca.

Aunque hubo algunas diferencias entre tipo de harina proveniente de subproductos del nopal y otras entre tres meses de cosecha, todas mostraron un comportamiento similar en sus propiedades térmicas. El análisis térmico indicó estabilidad térmica, la cual podría permitir a la harina formar parte de una

complementary. In the TGA, thermal stability of the three samples was observed, and thermal transitions in the DSC. In the TGA thermogram, the product of the thermal degradation stages was around 310-317 and 450 °C, and it corresponded to temperature between 240-380 °C (maximum peak at 315 °C) and 394-500 °C (maximum peak at 455 °C), observed in the DSC thermograms. Those transitions allowed us to know the temperature ranges in which the biomaterial degraded and melted. This is useful to get a scope of the use that such biomaterial may have, added as a biopolymer into a polymeric matrix.

The use of lignocellulosic pear-cactus flour reinforcements in polymeric matrices facilitates the interfaces and improves the breaking properties of polymers such as PLA. Materials produced from biomass help to fill the pores of the polymeric matrix and improve not only the performance but also the ductility of the materials (Pérez-Fonseca *et al.*, 2017; Scaffaro *et al.*, 2019). This improvement in properties would facilitate their use in an extrusion model for manufacturing of biodegradable fibres that would serve to develop biodegradable biopolymeric materials.

CONCLUSIONS

The proximate chemical analysis showed similar percentages in water content, crude protein, fat and acidic detergent fibre in the three types of pear-cactus flour, with no statistical differences. The ashes content was higher in the pear-cactus flour from cladodes collected in September, as well as the content of lignin and crude fibre. In crude fibre, neutral detergent fibre, nitrogen-free extract, cellulose and hemicellulose content, the value was higher in May, a dry month.

Although there were some differences among flour type from pear-cactus by-products, and others among three harvest months, they all showed a similar behaviour in thermal properties. Thermal analysis indicated thermal stability, which would allow flour to be part of a polymeric matrix to be used as a biomaterial for biodegradable packaging.

ACKNOWLEDGEMENTS

To the Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) for the postgraduate funds (doctorate research

matriz polimérica para su uso como biomaterial para envases biodegradables.

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por los fondos para postgrado (beca doctoral no. 706180). Al Instituto Politécnico Nacional (IPN) por los fondos de la Beca de Estímulo Institucional de Formación de Investigadores (BEIFI).

LITERATURA CITADA

Abdul Khalil, H.P.S., Y. Davoudpour, K. S. Chaturbhuj, Md. S. Hossain A. S Adnan, R. Dungani, M.T. Paridah, Z. Islam Sarker, M.R Nurul Fazita, M.I Syakir, and M.K.M. Haafiz. 2016. A review on nanocellulosic fibres as new material for sustainable packaging: Process and applications. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 64: 823-836 <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2016.06.072>

AOAC (Association of Official Analytical Chemists). 2000. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 17th edition. Washington D.C. <http://www.fao.org/3/ab489s/ab489s03.htm> (Consultado: noviembre 2020).

Colín-Chávez, C., H. Soto-Valdez, J. Turrado-Saucedo, A. Rodríguez-Félix, E. Peralta, A. R. Saucedo-Corona, and M. Guzmán-Corona. 2021. Papermaking as potential use of fibers from Mexican *Opuntia ficus-indica* waste. 23: 141 - 150 <https://doi.org/10.18633/biotecnia.v23i1.1315>.

Chávez-Sifones, M. and M. E. Domine. 2013. Lignin, structure and applications: depolymerization method for obtaining aromatic derivatives of industrial interest. *Av. Cien. Ing.* 4: 15 - 46 <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=323629266003>

FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura). 2016. Utilización agroindustrial del nopal. Roma, Italia. 133 p.

Gheribi, R., Y. Habibi, and K. Khwaldia, 2019. Prickly pear peel as a valuable resource of added - value polysaccharide: Study of structural, functional and film forming properties. *Int. J. of Bio. Macro.* 126: 238 - 245 DOI: 10.1016/j.ijbio-mac.2018.12.228

Greco, A., R. Gennaro, A. Timo, F. Bonfantini, and A. Maffezzoli. 2013. A comparative study between bio-composites obtained with *Opuntia ficus-indica* cladodes and flax fibers. *J Polym. Environ.* 21:910-916 <https://doi.org/10.1007/s10924-013-0595-x>

Guadarrama-Lezama, A. Y., J. Castaño, G. Velázquez, H. Carrillo-Navas, and J. Álvarez-Ramírez. 2018. Effect of nopal mucilage addition on physical, barrier and mechanical properties of citric pectin-based films. *J. Food Sci. Technol.* 55: 3739-3748 DOI: 10.1007/s13197-018-3304-x

Hernández-Urbiola, M. I., Pérez-Torrero, E. and Rodríguez-García, M. E. 2011. Chemical analysis of nutritional content of prickly pads (*Opuntia ficus-indica*) at varied ages in an organic harvest. *Int J. Environ Res. Public Health* 8:1287-1295 DOI: 10.3390/ijerph8051287

López-García, F., Jiménez-Martínez, C., Guzmán-Lucero, D., Maciel-Cerda, A., Delgado-Macuil, R., Cabrero-Palomino,

grant num. 706180). To the Instituto Politécnico Nacional (IPN) through the funds of Beca de Estímulo Institucional de Formación de Investigadores (BEIFI).

—End of the English version—



D., Terrés-Rojas, E., and Arzate-Vázquez, I. 2017. Physical and chemical characterization of biopolymer film made with corn starch and nopal xocostle (*Opuntia joconostle*) mucilage. *Rev. Mex. Ing. Quím.* 16: 147-158.

Madera-Santana, T., Vargas-Rodríguez, L., Núñez-Colín, C. A., González-García, G., Peña-Caballero, V., Núñez-Gastélum, J. A., Gallegos-Vázquez, C., and Rodríguez-Núñez, J. R. 2018. Mucilage from cladodes of *Opuntia spinulifera* Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization. *J. of Food.* 16:650-657 DOI: 10.1080/19476337.2018.1454988

Manani, F., H. Elhleli, M. Ammar, R. Passas, E. Elaloui, and Y. Moussaoui. 2018. Green process for fibrous networks extraction from *Opuntia* (Cactaceae): Morphological design, thermal and mechanical studies. *Ind. Crops Prod.* 126, 347-356. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.10.033>

Marín-Bustamante, M. Q., Chanona-Pérez, J. J., Güemes-Vera, N., Arzate-Vázquez, I., Perea-Flores, M. J., Mendoza-Pérez, J. A., Calderón-Domínguez, G. and Cásarez-Santiago, R. 2018. Evaluation of physical, chemical, microstructural and micromechanical properties of nopal spines (*Opuntia ficus-indica*). *Ind. Crops Prod.* 123:707-718 DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.07.030>

Osuna-Ceja, E., Figueroa-Sandoval, B., Martínez-Gamiño, M. A., y Pimentel-López, J. 2019. Un sistema agroforestal de secano para el altiplano semiárido de México. *Rev. Mex. Cien. Agr.* 22:89-103 DOI: 10.29312/remexca.v0i22.1861

Pérez-Fonseca, A. A., Robredo-Ortíz, J. R., González-Núñez, R. and Rodríguez, D. 2017. Effect of thermal annealing on the mechanical and thermal properties of polylactic acid-cellulosic fiber biocomposites. *App. Polym. Sci.* 1 -9 DOI: 10.1002/APP.43750

Pinto, C. M. A. Mottin, A. C., and Ayres, E. 2016. Preparation and characterization of Okra mucilage (*Abelmoschus esculentus*) edible films. *Macromol. Symp.* 367: 90-100 DOI: 10.1002/masy.20160001990

Rodiles-López, J. O., Arriaga-Martínez, L. P., Martínez-Flores, H. E., Zamora-Vega, R., y García-Martínez, R. M. 2019. Desarrollo de una tortilla adicionada con harinas de aguacate y nopal y su efecto en la reducción de colesterol, triglicéridos y glucosa en ratas. *Biotecnia.* 21: 71 - 77 DOI: <https://doi.org/10.18633/biotecnia.v21i2.909>

Scaffaro, R., Maio, A., Gulino, E. F., and Megna, B. 2019. Structure-property relationship of PLA-*Opuntia ficus indica* biocomposites. *Composites Part-B.* 167:199-2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.12.025>

Stefanidis, S. D., K. G. Kalogiannis, E. F. Iliopoulou, C. M. Michailof, P. A. Pilavachi, and A. A. Lappas. 2014. A study of

lignocellulosic biomass pyrolysis via the pyrolysis of cellulose, hemicellulose and lignin. *J. Anal. Appl. Pyrol.* 105: 143-150 DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jaap.2013.10.013>
Uche, C. N., Benjamin, A., and Peter, A. 2017. Chemical composition and physicochemical analysis matured stems of

Opuntia dillenii grown in Nigeria. *Food Sci. Tech.* 5:106 – 112 DOI: 10.13189/fst.2017.050502
Yang, L., Lu, M., Carl, S., Mayer, J. A., Cushman, J. C., Tian, E., and Lin, H. 2015. Biomass characterization of *Agave* and *Opuntia* as potential biofuel feedstocks. *Biomass and bioenergy* 76:43-53 DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2015.03.004>