

PLANTA PILOTO PARA OBTENCIÓN DE CELULOSA DE RESIDUOS DE CAÑA DE AZÚCAR (*Saccharum* spp.) Y ELABORACIÓN DE RECIPIENTES BIODEGRADABLES

PILOT PLANT USED TO OBTAIN CELLULOSE FROM SUGAR CANE RESIDUES (*Saccharum* spp.) AND ELABORATE BIODEGRADABLE CONTAINERS

Ross-Alcudia, R.E.¹; Bolio-López, G.I.^{1*}; Veleva, L.²; Azamar-Barrios, J.A.²; Hernández-Villegas, M.M.¹,
Pérez-Romero, J.¹; Pérez-Romero, C.A.¹; Correa-Durán, M.S.¹; Córdova-Sánchez, S.¹

¹Universidad Popular de la Chontalpa, Carretera Cárdenas-Huimanguillo km 2, Cárdenas, Tabasco, México. C. P. 86500 Cuerpo Académico Química Verde y Desarrollo Sostenible (CA-QVvDS),

²CINVESTAV-Mérida, Física Aplicada, Carretera Antigua a Progreso km 6, Cordemex, Mérida, Yucatán, México. C. P. 97310.

*Autor de correspondencia: bgloriaivette@gmail.com; gloriaivette.bolio@upch.edu

RESUMEN

Este estudio permitió evidenciar que es posible obtener celulosa a mayor escala (planta piloto) a partir de residuos agroindustriales de caña de azúcar (*Saccharum* spp.), alcanzando 50 % de rendimiento de fibra pretratada, el cual mediante tratamiento químico de hidrólisis ácida y blanqueado se obtiene un rendimiento de 34 % de celulosa final. El análisis de los difractogramas de rayos-X reveló que la cristalinidad de la celulosa obtenida fue de 69 %, con tamaño promedio de cristales de 2.3 nm, mientras que la de la paja de caña (sin tratamiento) tuvo un valor menor (46 %), con tamaño promedio del cristal de 2.6 nm, menor al de la celulosa obtenida con el tratamiento. La mayor cristalinidad de la celulosa fue atribuida a la manera eficiente de disolución de las regiones amorfas (lignina y hemicelulosas), confirmada con los interferogramas de espectroscopia de infrarrojo (FTIR). Estos resultados, aunados a la elaboración de prototipos, mostraron que la paja de caña de azúcar es una fuente de celulosa con gran potencial para la elaboración de recipientes biodegradables.

Palabras clave: paja de caña, subproductos, diversificación.

ABSTRACT

This study allowed making evident that it is possible to obtain cellulose at a larger scale (pilot plant) from agro-industrial sugar cane (*Saccharum* spp.) residues, reaching 50 % of yield from pre-treated fiber, which, through chemical acid hydrolysis and bleaching treatment obtained a final yield of 34 % cellulose. The analysis of X-ray diffractograms revealed that the crystallinity of the cellulose obtained was 69 %, with average crystal size of 2.3 nm, while the crystallinity of the cane straw (without treatment) had a lower value (46 %), with average crystal size of 2.6 nm, lower than that of the cellulose obtained with the treatment. The higher crystallinity of the cellulose was attributed to the efficient way of dissolution of amorphous regions (lignin and hemicelluloses), confirmed with the interferograms from Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR). These results, in addition to the elaboration of prototypes, showed that sugar cane straw is a source of cellulose with great potential for the elaboration of biodegradable recipients.

Keywords: sugar cane straw, byproducts, diversification.

Agroproductividad: Vol. 10, Núm. 11, noviembre. 2017. pp: 60-65.

Recibido: mayo, 2017. **Aceptado:** octubre, 2017.

INTRODUCCIÓN

Según datos de la SAGARPA (2016), la producción de caña de azúcar (*Saccharum spp.*) en México es de 54.1 millones de toneladas, que lo ubica como el sexto productor mundial de este cultivo. Los principales estados productores son Veracruz, Jalisco y San Luis Potosí, quienes aportan alrededor de la mitad del volumen nacional. En Tabasco, la producción de la caña de azúcar es una de las actividades principales de la economía; se cultivan alrededor de 27,668 hectáreas (IEA, 2011). Según datos oficiales, por cada hectárea cultivada se produce un promedio de 75 toneladas de caña de azúcar, generando 9 t de paja y 29.25 t de bagazo, haciendo un promedio de 38.25 t de residuos agroindustriales. De acuerdo con estas cifras se calcula que solo en Tabasco se producen más de 1 millón de residuos de esta agroindustria. Uno de los grandes problemas ambientales actualmente en nuestro medio es la alta generación de residuos agroindustriales, los cuales son quemados o se quedan en las plantaciones sin ningún tratamiento, contribuyendo al deterioro del ecosistema (Íñiguez *et al.*, 2001). Al quemarse, estos residuos generan cenizas que son diseminadas por el aire en un radio de hasta de 8 km, llegando a las ciudades y contaminando el ambiente; otra consecuencia de la quema, aunada a la mecanización utilizada para aumentar la productividad de los suelos, tiene por consecuencia la reducción de la materia orgánica del suelo, el incremento de la erosión y la disminución de la densidad de poblaciones microbianas benéficas para los cultivos (Ruiz, 1999; Domínguez *et al.*, 2010). Actualmente, amén de las premisas para la diversificación de la industria cañera, las normativas basadas fundamentalmente en el reciclado y reutilización de materiales ofrecen una ventana de oportunidad para el aprovechamiento del cultivo, contribuyendo a la sostenibilidad de la economía azucarera, ya que en el caso de estos residuos adquieren especial interés por cuanto supondría un beneficio ecológico al eliminar la fuente de contaminación, al tiempo que tendrían un valor agregado que no ha sido considerado hasta ahora. Los residuos vegetales de la caña de azúcar se encuentran constituidos por fibras celulósicas. La celulosa es el compuesto de mayor abundancia en la naturaleza. Se estima que por cada tonelada de materia prima se obtienen 170 kilogramos de celulosa, de tal manera que de una hectárea de caña se producirán 12.75 t de celulosa, por lo que estos desechos constituyen, por sí mismos, una fuente de productos valiosos de interés comercial y de investigación, que pueden ser aprovechados para diversos usos y aplicaciones. Uno

de los métodos más utilizados para la obtención de celulosa a partir de soft wood es el tratamiento químico, procedimiento que involucra una hidrólisis ácida suave, cloración, extracción alcalina y blanqueamiento. El Laboratorio de Materiales Poliméricos de la Universidad Popular de la Chontalpa (UPCH) ha obtenido celulosa a partir de paja y bagazo de caña a nivel de laboratorio, con un rendimiento en peso (base seca) de 33 % y 48 %, respectivamente. Este biopolímero se ha utilizado en trabajos de investigación como fuente para obtención de nanocelulosa para ser usada como refuerzo en materiales compuestos, así como para la elaboración de papel artesanal. El objetivo de este trabajo fue establecer las bases para la implementación de una planta piloto con la capacidad de procesar 5.0 kg de paja de caña por lote y obtener valores de 30 % de celulosa en base seca para la transformación y elaboración en recipientes biodegradables desechables.

MATERIALES Y MÉTODOS

El material biológico utilizado (paja de caña) fue proporcionado por el productor cañero del Poblado Plutarco Elías Calles (C-14), ubicado en Cárdenas, Tabasco, México. El clima de esta zona es cálido y húmedo, con temperatura media anual de 26 °C y precipitación media anual de 2,163 mm, con una altitud de 11 m (Salgado *et al.*, 2011). La paja se recibió en las instalaciones de la Universidad Popular de la Chontalpa durante los meses de febrero y marzo de 2016. Esta paja viene con un exceso de humedad; se almacenó en bolsas de polietileno con peso aproximado de 2 kg, realizando un secado solar a temperatura ambiente (Figura 1A). Posteriormente, el material fue seleccionado (Figura 1B), ya que la paja en los contenedores viene mezclada con residuos de caña (varas y puntas), otras especies vegetales e insectos, para así almacenar el material vegetal limpio y seco en bolsas de polietileno. El siguiente paso fue el proceso de picado. Esta actividad se realizó con ayuda de una picadora a gasolina Marca Gorsa Mod. 1800, con motor de 5 HP de potencia (Figura 1C). Una vez picada, la paja se empaquetó nuevamente en bolsas de polietileno y se selló con cinta adhesiva para evitar la humedad ambiental, almacenándose para su posterior uso.

Obtención de la celulosa: Pretratamiento

La paja de caña seca y picada (5 kg) fue colocada en un tanque de pretratamiento en 100 L de solución de NaOH al 10 % durante dos días (Figura 2A). La metodología de pretratamiento realizada por Bolio *et al.* (2011)



Figura 1. Procesamiento de paja de caña de azúcar para obtención de celulosa. A: Secado. B: Seleccionado. C: picado.

fue adaptada para la muestra de paja de caña, con el fin de eliminar ceras, pectinas y resinas presentes en la fibra.

Al segundo día se procedió a lavar la fibra con agua corriente hasta obtener un pH neutro (Figura 2B). Al finalizar los lavados la fibra se secó a temperatura ambiente y a la sombra durante dos días (Figura 2C). Posteriormente, se procedió a hacer un prototipo de recipiente con fibra pretratada, húmeda y pH neutro, utilizando un molde de plástico y prensándolo con un peso de

cemento de 800 g (Figura 2D), dejando el prototipo en la cámara de secado a 60 °C durante 48 h (Figura 2E).

Tratamiento: Hidrólisis ácida

Una vez seca la fibra pretratada se colocó dentro de un reactor de 50 L que contenía una solución de H₂SO₄ al 0.4 % (Figura 3A), con el fin de remover las regiones amorfas de la celulosa. Posteriormente, la mezcla se sometió a ebullición durante una hora. Transcurrido el tiempo se procedió a lavar la fibra hasta obtener un pH de 7.0.



Figura 2. Pretratamiento de la fibra de paja de caña de azúcar en las instalaciones de la Universidad popular de la Chontalpa (UPCH).

Cloración

La fibra obtenida de la hidrólisis ácida se colocó nuevamente en el reactor durante 10 minutos, con una solución de NaClO al 3.5 %, previamente calentada a 40 °C (Figura 3B). Concluido el tiempo, la fibra se lavó hasta obtener un pH neutro. Durante este proceso de cloración se degrada la lignina y reduce el tamaño de las cadenas de celulosa.

Extracción alcalina

La fibra obtenida de la cloración fue colocada en el reactor durante una hora con solución NaOH 20 % (Figura 3C). Terminado el tiempo, la fibra se lavó hasta obtener un pH de 7.0.

Blanqueo

La fibra obtenida anteriormente se colocó de nuevo en el reactor en una solución de NaClO 0.5 % durante una hora (Figura 3D). Posteriormente, la fibra se lavó hasta obtener un pH neutro y se dejó secar a



Figura 3. Tratamiento de la paja de *Saccharum* spp. para obtención de material celulósico usado en la elaboración de recipientes biodegradables. A: Hidrólisis ácida. B: Cloración. C: Extracción alcalina. D: Blanqueo. E: Secado solar. F: Secado en cámara. G: Prototipos de recipientes de celulosa.

temperatura ambiente y a la sombra durante dos días (Figura 3E). Adicionalmente se dejó un día en la cámara de secado a 60 °C (Figura 3F). Los recipientes de celulosa (Figura 3G) fueron hechos con la fibra húmeda y pH neutro al término del tratamiento, utilizando un molde de plástico y un peso de cemento; los prototipos se dejaron en la cámara de secado a 60 °C durante 72 h.

Métodos de caracterización: Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

La caracterización química de las muestras de paja de caña y celulosa obtenida se llevó a cabo, utilizando la técnica de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), con un Espectrómetro de Infrarrojo (FTIR Nicolet Magna Protegé 460) en el modo absorbancia, con una resolución de 4

cm^{-1} y 100 barridos. Las pastillas para manejo con el FTIR se prepararon con 1 mg de muestra de celulosa en 100 mg de KBr.

Difracción de Rayos-X (XRD)

La determinación de la cristalinidad ($X_c\%$) fue basada en el análisis de los espectros de difracción de rayos-X, método de polvos (PXRD), obtenidos con un equipo "Siemens D 5000 Difractometer", espectro de $\text{CuK}\alpha$ ($\alpha=1.5418 \text{ \AA}$ y de energía 8.047 keV). El porcentaje de cristalinidad ($X_c\%$) de las muestras de celulosa fue calculada con la ecuación (1) por el método desarrollado por Segal *et al.* (1959):

$$X_c(\%) = 100 \left[1 - \frac{I_1}{I_2} \right] \quad \text{ec. 1}$$

Donde: I_1 es la intensidad del pico mínimo y I_2 es la intensidad máxima del pico cristalino, respectivamente.

El tamaño del cristal (t) fue calculado con la ecuación (2), propuesta por Scherrer (Cullity, 1978):

$$t = 0.9\lambda / B \cos\theta \quad \text{ec. 2}$$

Donde: λ es la longitud de onda de la radiación utilizada (λ_{Cu}), B es el ancho

a la altura media del pico de difracción de la muestra, θ es la posición del pico de difracción y 0.9 es el factor de forma del cristal.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El rendimiento de la celulosa pretratada fue de 50 % a partir de la paja de caña, obteniendo un rendimiento de 34 % de celulosa final. Este valor es menor al 48 % registrado del bagazo de caña reportado por López-Martínez *et al.* (2016), debido probablemente a que la hoja tiene menor cantidad de fibra, que el tallo de la caña de azúcar y también, menor al 46 % de celulosa obtenida de *Heliconia latispatha* (García Fajardo, 2015), pero mayor a 27 % obtenido de residuos de *Musa spp.* (Canché *et al.*, 2005).

La Figura 4 muestra el espectro de FTIR de las muestras de paja de caña y celulosa obtenida. La paja de caña muestra algunas bandas características, debido a los anillos aromáticos de la lignina, presentes en la estructura básica (Liu *et al.*, 2008). Por ejemplo, el pico a 1720 cm^{-1}

es relacionado con los enlaces C-O del grupo carboxilo de los anillos aromáticos en la fibra de paja de caña sin procesar (Figura 4A). Sin embargo, en la banda de 1720 cm^{-1} no está presente en la celulosa blanqueada e hidrolizada (Figura 4B), indicando que la lignina fue exitosamente removida durante el proceso. Por otra parte, se observa que los picos en el rango $700\text{-}900\text{ cm}^{-1}$, correspondientes a grupos C-H de hidrógenos aromáticos de la lignina también, disminuyeron su intensidad, corroborando la remoción de la mayor cantidad de lignina de la fibra tratada (celulosa) (Morán *et al.*, 2008). Además, en la muestra de celulosa obtenida, la banda de 3740 cm^{-1} (atribuida a los grupos OH) presenta una mayor intensidad que puede ser asociada al incremento de grupos hidroxilos libres. La cristalinidad para la muestra de celulosa obtenida de paja de caña (ec. 1) fue de 69 % (Figura 5B), incrementándose con respecto al 46 % correspondiente a la muestra de paja de caña (sin procesar) (Figura 5A) por el blanqueamiento y la hidrólisis, debido a la remoción de componentes de bajo peso molecular y fases amorfas, respectivamente. La celulosa muestra

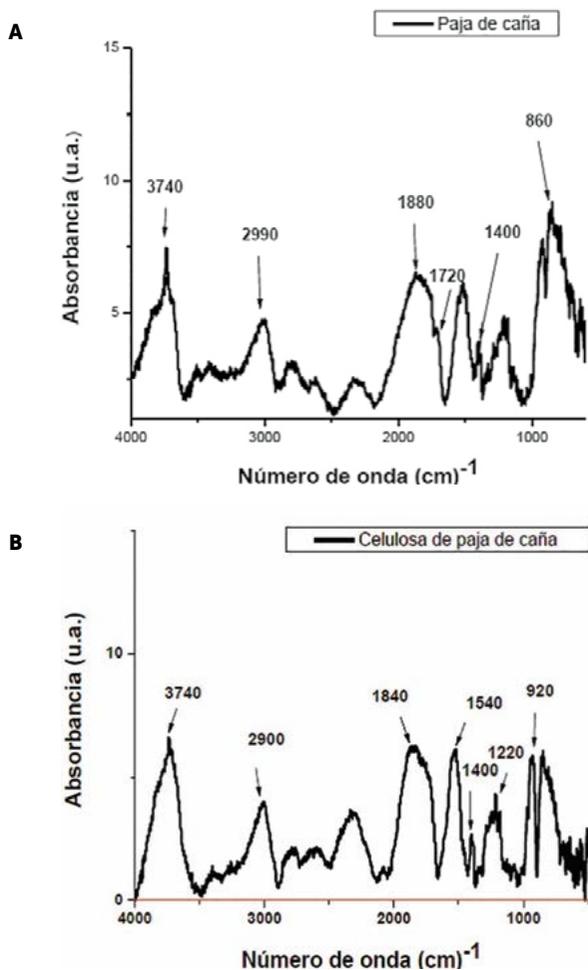


Figura 4. Interferogramas FTIR de muestras de paja de *Saccharum spp.* y celulosa obtenida. A: Paja de caña. B: Celulosa de paja de caña.

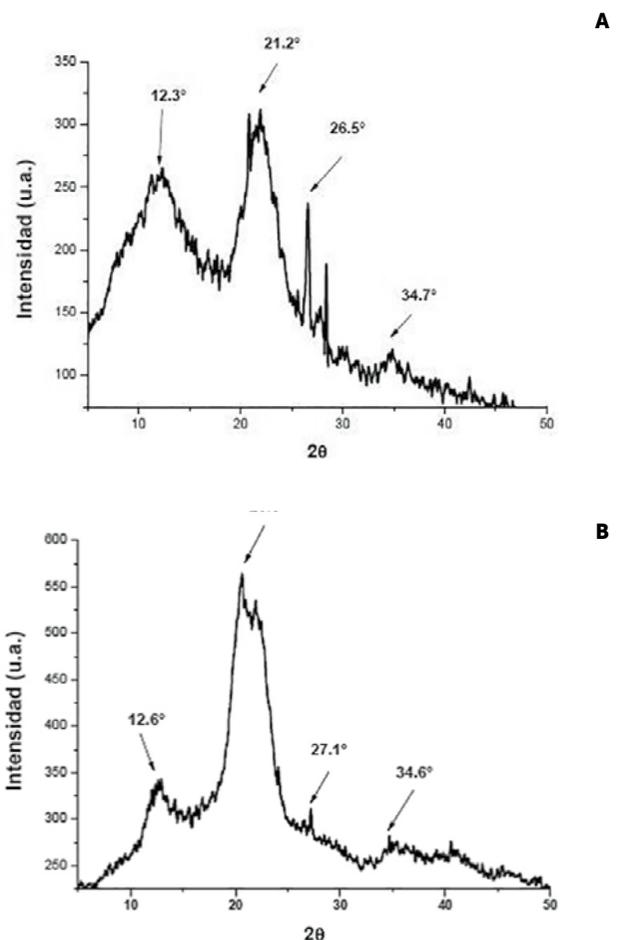


Figura 5. Difractogramas XRD: A) Paja de caña, B) Celulosa de paja de caña.

mayor cristalinidad por las condiciones ácidas de obtención. Sin embargo, ninguna muestra presentó 100 % de cristalinidad, debido a los defectos de superficie y la fase amorfa. Como lo reporta Driemeier *et al.* (2011), la cristalinidad de la celulosa es modificada durante los procesos de blanqueamiento e hidrólisis. El proceso de blanqueamiento puede promover la remoción de la lignina y las hemicelulosas, lo cual no solo disminuye el contenido de fase amorfa, sino que también promueve la disminución del tamaño de cadena.

El tamaño promedio de los cristales (ec. 2) de la celulosa obtenida de paja caña fue de 2.3 nm y los de la muestra de paja de caña sin procesar fue de 2.6 nm. El tamaño de cristal en la celulosa extraída de la paja de caña de azúcar fue menor a la observada para el fruto de la ceiba (2.7 nm) (Hernández, 2014). La reducción del tamaño de cristal de la celulosa, puede deberse a la fuente, al método de extracción y a tratamientos posteriores a su extracción. De acuerdo con varios autores (Alexander, 1969; Cullity, 1978), los cristales de celulosa poseen una forma monoclinica.

CONCLUSIONES

Este estudio demostró la posibilidad de obtener celulosa de buena calidad a nivel planta piloto a partir de desechos agroindustriales de paja de caña de azúcar, aplicando un tratamiento químico de hidrólisis ácida y blanqueamiento a las fibras de celulosa, corroborado con el análisis de infrarrojo realizado a la paja de caña y a la celulosa obtenida, donde se observa un decremento principalmente en la intensidad de los picos correspondientes a los grupos funcionales de los anillos aromáti-

cos de la lignina, indicando que esta fue en mayor proporción removida con los procedimientos químicos aplicados. El rendimiento de celulosa fue de 34 %. El análisis de los difractogramas rayos-X reveló que la cristalinidad de la celulosa obtenida fue de 64 %, con un tamaño promedio de los cristales de 2.3 nm. La cristalinidad de la fibra de paja de caña (sin tratamiento) tuvo un valor menor (46 %), con un tamaño promedio del cristal de 2.6 nm. Estos resultados, aunados a la elaboración de prototipos de contenedores, permiten evidenciar que los residuos agroindustriales (paja) son fuente de celulosa con alto potencial para elaborar recipientes biodegradables.

AGRADECIMIENTOS

Los análisis de difracción de rayos-X fueron realizados en el Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales (Financiado por Fomix-Yucatán y Conacyt), CINVESTAV-IPN. Unidad-Mérida. Agradecemos a la PhD. Patricia Quintana por el acceso a LANNBIO y al M.S. Daniel Aguilar Treviño por su soporte técnico en la obtención de los difractogramas.

LITERATURA CITADA

- Alexander L.E. 1969. X-Ray diffraction methods in polymer science. John Wiley and Sons, New York, USA. 582 p.
- Bolio-López G.I., Valadez A., Veleva L. 2011. Whiskers de celulosa a partir de residuos agroindustriales de banano: obtención y caracterización. *Revista Mexicana de Ingeniería Química* 10: 291-299.
- Canché G., de los Santos J.M., Andrade S., Gómez R. 2005. Production of cellulose from banana plant agricultural waste. *Información Tecnológica* 16: 83-88.
- Cullity B.D. 1978. Elements of X-Ray Diffraction. 2nd edition. Addison-Wesley, New York, USA. 554 p.
- Domínguez J., Aira M., Gómez-Brandón M. 2010. Vermicomposting: earthworms enhance the work of microbes. En: H. Insam, I. Franke-Whittle, M. Goberna (Eds). *Microbes at work: from wastes to resources*. Springer, Berlin, Germany. pp: 93-114.
- Driemeier C., Pimenta M.T.B., Rocha G.J.M. 2011. Evolution of cellulose crystals during prehydrolysis and soda delignification of sugarcane lignocellulose. *Cellulose* 18: 1509-1519.
- García-Fajardo N. A. 2015. Obtención y caracterización fisicoquímica de celulosa a partir del tallo de la planta *Heliconia latispatha* Benth ("platanillos") por el método Cazaurang modificado. Tesis de Licenciatura. División de Ciencias Básicas e Ingenierías. Universidad Popular de la Chontalpa. Cárdenas, tabasco, México. 52 p.
- Hernández-Córdova B.I. 2014. Obtención y caracterización fisicoquímica de celulosa a partir del fruto de la especie *Ceiba pentandra* (L.) Gaertn (KAPOK). Tesis de Licenciatura. División de Ciencias Básicas e Ingenierías. Universidad Popular de la Chontalpa. Cárdenas, tabasco, México. 52 p.
- Indicadores Estatales Agronómicos (IEA), 2011. Subsecretaría de Fomento a los Agronegocios. SAGARPA. 6 p.
- Iñiguez-Covarrubias G., Sandra E., Lange-Roger M.R. 2001. Utilization of byproducts from the tequila industry: part 1: agave bagasse as a raw material for animal feeding and fiberboard production. *Bioresource Technology* 77: 25-32.
- Liu Q., Wang S., Zheng Y., Luo Z., Cen K.. 2008. Mechanism study of wood lignin pyrolysis by using TG-FTIR analysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 82: 170-177.
- López-Martínez A., Bolio-López G.I., Veleva G.I., Solórzano-Valencia M., Acosta-Tejada G., Hernández-Villegas M.M., Salgado-García S., Córdova-Sánchez S. 2016. Obtención de celulosa a partir de bagazo de caña de azúcar (*Saccharum* spp.) *Agroproductividad* 9: 41-45.
- Morán J.I., V. A. Álvarez, V. P. Cyras, A. Vázquez. 2008. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose* 15:149-159.
- Ruiz R.O. 1999. Agroecología: un enfoque para la producción sustentable de alimentos agrícolas industriales. *Revista TecnoAgro* 5: 5-6.
- Salgado-García S., Palma-López D.J., Zavala-Cruz J., Lagunes-Espinoza L.C., Castelán-Estrada M., Ortiz-García C.F., Juárez-López J.F., Ruiz-Rosado O., Armida-Alcudia L., Rincón-Ramírez J.A., Córdova-Sánchez S. 2011. Un programa de fertilización sustentable para el Ingenio "Presidente Benito Juárez" en Tabasco, México. *Avances en Investigación Agropecuaria* 15: 45-65.