

Obtaining pulp from waste of *Agave salmiana* B. Otto ex Salm. Optimization

Edith Jiménez-Muñoz ^a, Francisco Prieto-García ^{a*}, Judith Prieto-Méndez ^b, Otilio A. Acevedo-Sandoval ^b
& Rodrigo Rodríguez-Laguna ^b

^a Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Pachuca, México. *Autor de correspondencia.
prietog@uaeh.edu.mx, bioedith13@gmail.com

^b Instituto de Ciencias Agropecuarias. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Pachuca, México. Jud_292003@yahoo.com.mx,
acevedo@uaeh.edu.mx, rodris71@yahoo.com

Received: July 16th, 2016. Received in revised form: February 9th, 2017. Accepted: February 13th, 2017

Abstract

The agave is a source nontimber species, which can be used for the extraction of cellulose. Work has been done reporting papermaking fibers from six species of agaves: *A. lechuguilla*, *A. angustifolia*, *A. tequilana*, *A. American.*, *A. mapisaga* and *A. salmiana* using different methods for extraction fiber. Their results indicate that *A. mapisaga* and *A. salmiana* were the species that showed better characteristics for the possible development of paper. In this paper we sought to create a new value added to the waste leaves Agaváceas agribusiness processing of pulque, from *A. salmiana* B. Otto ex Salm. Pulp was obtained by two methods: alkaline pulping method known as Organosolv. Characteristics and efficiencies of the processes under an optimization study were evaluated. As a result, it is concluded that optimal and reproducible for cellulose pulp by alkaline pulping *A. salmiana* conditions were: [NaOH] 12%; 24 hours; [Na₂CO₃] 2.5% and [Na₂SO₄] 0.2%. In contrast to the acid pulping optimum conditions they were: 60% H₂O; 6 hours; [CH₃COOH] and 80% [HCl] 0.5%. On the basis of response analysis "more better performance" in the ANOVA, we found that for the alkaline pulping, the factor having the greatest impact on the process is time, and the factor that has lower incidence [Na₂CO₃]; on the other hand, for acid pulping the factor having the greatest contribution it is [CH₃COOH] and the lowest incidence is the stirring rate. In the alkaline pulping confirmatory experiments yield 39.69% cellulose pulp *A. salmiana* was obtained whereas for organosolv pulping yield 71.57% was obtained.

Keywords: cellulose pulp, *A. salmiana*, pulping, Organosolv, optimization.

Obtención de pulpa de celulosa a partir de residuos de *Agave salmiana* B. Otto ex Salm. Optimización

Resumen

El agave es una especie no maderable, que puede ser utilizada para la extracción de celulosa. Se han realizado trabajos que reportan la elaboración de papel a partir de fibras de seis especies de agaves: *A. lechuguilla*, *A. Angustifolia*, *A. tequilana*, *A. americana*, *A. salmiana* y *A. mapisaga*, utilizando diferentes métodos para la extracción de fibras. Sus resultados indican que *A. salmiana* y *A. mapisaga* fueron las especies que presentaron mejores características para la posible elaboración de papel. En este trabajo se buscó crear un nuevo valor agregado a las hojas residuos de agaváceas de la agroindustria de elaboración del pulque, a partir de *A. salmiana* B. Otto ex Salm. Con este propósito se obtuvo pulpa de celulosa por dos métodos: pulpeo alcalino y el método conocido como Organosolv. Se evaluaron las características y eficacias de los procesos bajo un estudio de optimización. Como resultado, se concluye que las condiciones óptimas y reproducibles para obtener pulpa de celulosa de *Agave salmiana* mediante pulpeo alcalino fueron: [NaOH] 12%; 24 horas; [Na₂CO₃] 2.5% y [Na₂SO₄] 0.2%. En contraste para el pulpeo ácido las condiciones óptimas fueron: H₂O 60%; 6 horas; [CH₃COOH] 80% y [HCl] 0.5%. Sobre la base del análisis de respuesta "mayor rendimiento mejor" en el ANOVA, se encontró que para el pulpeo alcalino, el factor que tiene mayor incidencia en el proceso es el tiempo, y el factor que tiene menor incidencia es [Na₂CO₃]; por otro lado, para el pulpeo ácido el factor que tiene la mayor contribución es [CH₃COOH] y el de menor incidencia es la velocidad de agitación. En los experimentos confirmatorios de pulpeo alcalino se obtuvo un rendimiento de 39.69% de pulpa de celulosa de *Agave salmiana*, mientras que para pulpeo Organosolv se obtuvo un rendimiento de 71.57%.

Palabras clave: pulpa de celulosa, *A. salmiana*, pulpeo, Organosolv, optimización.

How to cite: Jiménez-Muñoz, E., Prieto-García, F., Prieto-Méndez, J., Acevedo-Sandoval, O.A. \ Rodríguez-Laguna, R. Obtención de pulpa celulosa a partir de residuos de *Agave salmiana* B. Otto ex Salm. Optimización DYNA 84(200) S 3-26 2017.

1. Introducción

La celulosa es el principal componente de las paredes celulares de las plantas, es un polisacárido ($C_6H_{10}O_5$)_n formado por moléculas de cadenas lineales de $\beta(1,4)$ - D-glucopiranosas, que tienden a formar microfibras con diámetros que van de valores de 1 a 2 y de 4 a 10 nanómetros y con longitudes de 25nm. Aparentemente el diámetro de las microfibrillas de celulosa depende del contenido de agua de la porción que sea examinada [1]. Es el polímero más abundante de la naturaleza, además es utilizado como materia prima en industrias de madera, papel y textil [2]. La celulosa se encuentra en la naturaleza como material de sostén en árboles, arbustos, hierbas entre otras. A éstas se les llaman celulosas nativas. A su vez, la hemicelulosa se une a la lignina por medio de enlaces cruzados.

Mundialmente es conocida la producción y obtención de celulosa, principalmente a partir de fuentes maderables. No obstante, hoy en día existe una tendencia a la búsqueda de nuevas fuentes de obtención de celulosa, contemplando el aspecto ecológico y de atención al medio ambiente [3].

El agave (maguey) es una especie (fuente no maderable) que puede ser utilizada para la extracción de celulosa. Existen diversas investigaciones sobre elaboración de papel a base de residuos de agaves como la investigación de Idarraga y colaboradores [4], en la cual obtuvieron pulpa de bagazo de *Agave tequilana* mediante técnicas de pulpeo mecánicas, químicas y biológicas. El estudio demostró que es viable esta aplicación sin embargo la resistencia del papel fue baja. En este estudio se evidencia la ausencia de resultados positivos concluyentes. Por otra parte Iñiguez y colaboradores [5], reportaron resultados que muestran que se pueden elaborar hojas de papel a partir de hojas de *Agave tequilana*, y que estas son comparables a hojas hechas a partir de pino y eucalipto (especies maderables), sin embargo las hojas de papel elaboradas a partir de hojas de *Agave* presentan un bajo índice de rasgado y bajo índice de explosión comparadas con las hojas de papel elaboradas a partir de especies maderables.

Recientemente, Parra y colaboradores [6], realizaron una investigación para la elaboración de papel a partir de fibras de seis especies de *Agave*; tres de hoja angosta (*A. lechuguilla*, *A. angustifolia* y *A. tequilana*) y tres de hoja ancha (*A. americana*, *A. salmiana* y *A. mapisaga*), utilizando diferentes métodos para la extracción de fibras. Los resultados señalan que *A. salmiana* y *A. mapisaga* fueron las especies que presentaron mejores características para la posible elaboración de papel, aunque estos autores sólo presentaron resultados de artesanías elaboradas a base de fibras que fueron obtenidas y no de pulpas de celulosa propiamente.

El objetivo de este trabajo fue crear un nuevo valor agregado a las hojas residuos de agavaceas de la agroindustria de elaboración del pulque, a partir de *A. salmiana*. Con este propósito se obtuvo pulpa de celulosa por dos métodos: pulpeo alcalino [7, 8] y por el método conocido como Organosolv [9]. Se evaluaron las características y eficacias de los procesos bajo optimización.

2. Metodología

2.1. Zona de estudio y toma de muestras

El muestreo se efectuó en el estado de Hidalgo, México y la especie en estudio, *A. salmiana* B. Otto ex Salm. se colectó en el municipio de Epazoyucan, que se localiza en coordenadas 20°00'02.5" N y 98°36'28.9" O y a 2220 msnm.

2.2. Selección y desarrollo de los pulpeos

Luego de su caracterización fisicoquímica, a las fibras tamizadas, secadas y libres de grasas, se les sometió a los dos métodos de pulpeos (alcalino y ácido).

Actualmente se conocen diversos métodos para la obtención de pulpa de celulosa para papel; métodos químicos, mecánicos, químico-mecánicos y biológicos (biopulpeo), sin embargo, estos procedimientos aplicados en el ámbito industrial utilizan preferentemente materias primas convencionales, como las coníferas de fibra larga. De esta manera, el uso de otras materias primas provenientes de plantas anuales y desechos agroindustriales como el bagazo de maguey, es relativamente limitado [10].

En términos generales el proceso de pulpeo mecánico se lleva a cabo mediante el uso de una piedra giratoria en la cual se ponen en contacto los materiales lignocelulósicos. También se utilizan discos del refinador. Las especies procesadas son maderas duras como el álamo y maderas blandas como abetos. La pulpa obtenida a través de este proceso presenta fibras cortas, alta opacidad, suavidad y grosor así como una alta capacidad de absorción de agua y baja resistencia y brillo; se utilizan principalmente para elaborar papel periódico, papel de libros y revistas. Se obtienen altos rendimientos hasta del 98% [7,11].

En el proceso termomecánico, el objetivo principal es mantener la longitud de las fibras después del proceso. En éste se introduce como variable principal a la temperatura. Aquí se obtiene pulpa con fibras de mayor longitud y altos rendimientos de 95 a 98% [7,11].

En el proceso quimicotermodomecánico se utilizan algunos químicos como NaOH o NaHSO₃, con el objetivo de degradar las sustancias que unen a las fibras evitando que estas se acorten por el efecto del trabajo refinador. La pulpa obtenida presenta una moderada resistencia. Los rendimientos que se obtienen oscilan entre 88.95% [7,11].

En el proceso semiquímico, el primer paso utiliza un químico suave y posteriormente se aplica una etapa mecánica moderada de refinación. Principalmente se procesan maderas duras como robles y maderas blandas como abetos. Las fibras obtenidas de este proceso presentan buena rigidez y moldeabilidad con rendimientos de hasta 80% [7,11].

En el procedimiento alcalino se emplea una solución que contiene 1-30% de NaOH, 1-2.5 % de Na₂CO₃ y 0.2-1% de Na₂SO₄ [7,11]. En el proceso Organosolv se utiliza CH₃COOH como agente deslignificante y como catalizador HCl. La muestra de residuo de agave se coloca en una mezcla agua-disolvente-catalizador a reflujo durante 180 minutos a diferentes concentraciones de ácido acético (70, 80 y 90%) y HCl (0.5, 1 y 1.5%) [9].

En el pulpeo se llevan a cabo modificaciones de tiempo, agitación y cantidad de la solución ya sea en el de NaOH o el CH₃COOH, según se muestra en diseño experimental. Los experimentos se realizaron en reactores de 500 mL de capacidad, con baño termostático. Estos reactores permiten controlar agitación, temperatura y la adición de reactivos. El rendimiento en pulpa (Rp) se determinó gravimétricamente después del secado de las pulpas hasta peso constante [12]. A partir del peso de la pulpa seca, se calculó el rendimiento porcentual con la siguiente ecuación:

$$Rp = \frac{\text{peso de la pulpa}}{\text{peso de la muestra inicial}} * 100$$

Las fibras antes y después del proceso para obtención de celulosa, se observaron en un microscopio electrónico de barrido (MEB) de la marca JEOL modelo LV6360. Las fibras se recubrieron con una capa de oro para mejorar el contraste.

El proceso se llevó a cabo por triplicado. Las fibras se secaron a temperatura ambiente y posteriormente en una estufa de vacío a 50°C.

2.3. Diseño experimental

Se realizó un diseño experimental factorial parcialmente fraccionado saturado aleatorio (método de parámetros de Taguchi) para optimizar los procesos de pulpeos [13], con una matriz de diseño como se indica en las Tablas 1 a la 3.

Según se reporta en la bibliografía [14], que cumple la condición de ortogonalidad, un arreglo del tipo L₉(3⁴); que significa 9 corridas experimentales a tres niveles en sus cuatro factores de control (ver matriz del diseño experimental en Tabla 3).

El análisis y tratamiento estadístico de los datos experimentales que se obtienen, fueron analizados en dos etapas:

- Análisis regular, que permite evaluar la influencia de los factores sobre el valor medio de la respuesta y consiste en crear una tabla de resultados y representar en una gráfica factorial y de interacciones.
- Análisis señal/ruido, que evalúa como afectan los factores al valor medio y a la variación entorno a dicho valor medio.

En ambas etapas se realiza un análisis de varianza (ANOVA) que además refleja el porcentaje de contribución de cada uno de los factores a la variación total y la variación debida al error residual.

Tabla 1. Matriz del diseño experimental. Pulpeo a la sosa (NaOH).

Factores	NaOH % m/v	Tiempo (horas)	Na ₂ CO ₃ % m/v	Na ₂ SO ₄ % m/v	Ruido.Vel. Agit, rpm
Niveles	A	B	C	D	R
1	4	24	1.0	0.2	300
2	8	48	1.5	0.5	600
3	12	72	2.5	1.0	900

Pulpeo a la sosa. A: NaOH en % m/v; B: Tiempo del proceso en horas; C: Na₂CO₃ en % m/v; D: Na₂SO₄, en % m/v y R: Ruido velocidad de agitación del sistema en rpm.

Fuente: Elaboración propia

Tabla 2. Matriz del diseño experimental. Pulpeo Organosolv (CH₃COOH).

Factores	H ₂ O % m/v	Tiempo (horas)	CH ₃ COOH % m/v	HCl % m/v	Ruido.Vel. Agit, rpm
Niveles	A	B	C	D	R
1	60.0	1	40.0	0.5	300
2	40.0	2	60.0	1.0	600
3	20.0	3	80.0	1.5	900

Pulpeo Organosolv. A: H₂O en % m/v; B: Tiempo del proceso en horas; C: CH₃COOH en % m/v y D: HCl, en % m/v) y R: Ruido velocidad de agitación del sistema en rpm.

Fuente: Elaboración propia

Tabla 3. Matriz del diseño experimental L₉(3⁴).

Experimento	Factores de control				Factor de Ruido		
	A	B	C	D	R1	R2	R3
1	1	1	1	1	1	2	3
2	2	2	2	3	4	5	6
3	3	3	3	2	7	8	9
4	1	2	2	3	10	11	12
5	2	3	1	2	13	14	15
6	3	1	3	1	16	17	18
7	1	3	3	3	19	20	21
8	2	1	1	2	22	23	24
9	3	2	2	1	25	26	27

Fuente: Elaboración propia

Tabla 4. Rendimientos (% p/p) de pulpa de celulosa de la especie *Agave salmiana* mediante el método de pulpeo a alcalino (NaOH).

Experimento	R1	R2	R3
1	19.38	21.84	16.02
2	16.24	13.51	15.65
3	13.84	13.48	12.11
4	18.11	20.14	20.81
5	18.98	19.26	15.59
6	14.13	13.55	14.12
7	21.18	22.01	18.98
8	15.32	19.72	18.13
9	15.25	16.29	13.24

Fuente: Elaboración propia

3. Resultados y discusión

3.1. Rendimientos (% p/p) de pulpa de celulosa

Se pudo observar que los rendimientos obtenidos por el método alcalino, en las 9 corridas experimentales y a los tres niveles de velocidad de agitación (factor ruido), son más bajos comparados con los obtenidos con el método Organosolv (Tablas 4 y 5). Los rendimientos de pulpa de celulosa por el método Organosolv son más altos que los que reportan Romero-Viloria, P y colaboradores en 2014 para residuos de cáscara y tallo de *Musa sapientum*. Estos autores obtuvieron rendimientos de 27%. Por otra parte [15] obtuvieron rendimientos de pulpa de celulosa de jute de entre 36 a 46% por método de pulpeo alcalino, en el cual utilizaron cargas de NaOH de 14-18%, lo cual es un factor que influye directamente sobre el rendimiento de la pulpa de celulosa.

Según [16], los rendimientos obtenidos para pulpa de celulosa de *Agave americana* fueron de 6 a 49%. Los rendimientos de pulpa de celulosa por el método de pulpeo

alcalino disminuyeron a mayores concentraciones de NaOH como lo reportan Santiago y colaboradores [17] para la especie de *Agave sisalana*.

En la Fig. 1 se presentan los resultados de la influencia de los factores sobre el valor medio de la respuesta factorial y de interacciones. Específicamente los valores que contribuyen en mayor porcentaje son (A3) una concentración alta (12%) de NaOH, (B1) con un tiempo de proceso de 24 horas, (C3) una alta (2.5% m/v) concentración de Na₂CO₃, (D1) una baja concentración de Na₂SO₄, en % m/v y (R2) con una velocidad de agitación media de 600 rpm.

3.2. Efecto promedio de los factores sobre el nivel medio de rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *A. Salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH)

Tabla 5. Rendimientos (% p/p) de pulpa de celulosa de la especie *Agave salmiana* mediante el método de pulpeo Organosolv (CH₃COOH).

Experimento	R1	R2	R3
1	36.67	39.27	33.27
2	34.11	33.10	25.55
3	32.71	36.30	38.26
4	28.58	27.31	26.94
5	35.06	33.57	38.21
6	34.13	36.32	29.69
7	31.48	33.23	32.94
8	34.65	32.71	32.15
9	36.03	29.85	33.86

Fuente: Elaboración propia

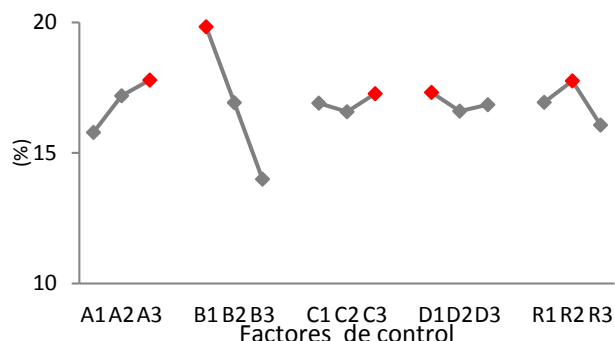


Figura 1. Efecto promedio de las interacciones entre factores de control y factores de ruido sobre el nivel medio de rendimiento de pulpa de la especie *Agave Salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH). Fuente: Elaboración propia

3.3. Efecto promedio de la relación señal/ruido sobre el valor medio del rendimiento *A. salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH)

En la Fig. 2 se muestran las condiciones óptimas para obtener los porcentajes más altos de rendimiento de pulpa de celulosa en el pulpeo alcalino. Según el análisis realizado se requiere (A3) una concentración alta (12%) de NaOH, (B1) con un tiempo de proceso de 24 horas, (C3) una alta (2.5% m/v) concentración de Na₂CO₃, (D1) una baja concentración de Na₂SO₄, en % m/v.

En la Tabla 6 y Fig. 3 se observa que las condiciones óptimas para obtener mayores rendimientos a R1 son A3, B1, C3 y D1; para R2 las condiciones óptimas son A3, B1, C1 y

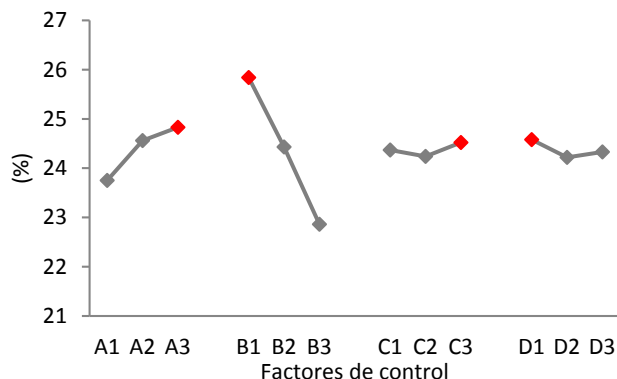


Figura 2. Efecto promedio de la relación señal/ruido sobre el valor medio del rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *Agave salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH).

Fuente: Elaboración propia

Tabla 6. Efecto promedio de las interacciones de los factores sobre el rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *Agave salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH).

	Factor ruido		
	R1	R2	R3
A1	16.49	16.28	14.59
A2	17.07	17.65	16.84
A3	17.25	19.34	16.78
B1	19.56	21.33	18.60
B2	16.85	17.5	16.46
B3	14.41	14.44	13.16
C1	16.28	18.37	16.09
C2	16.53	16.65	16.57
C3	18.00	18.25	15.56
D1	17.87	19.13	14.95
D2	17.18	16.36	16.25
D3	15.76	17.78	17.02

A: NaOH (% m/v); B: Tiempo del proceso (horas); C: Na₂CO₃ (% m/v); D: Na₂SO₄, (% m/v) y R: Ruido velocidad de agitación del sistema en rpm.

Fuente: Elaboración propia

D1; mientras que para R3 las condiciones óptimas son A2, B1, C2 y D3. Nótese que para R1, R2 y R3, se requiere el mismo nivel para el factor tiempo (B1).

3.4. Efecto promedio de los factores sobre el nivel medio de rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *Agave Salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH₃COOH)

En la Fig. 4 se presentan los resultados de la influencia de los factores sobre el valor medio de la respuesta factorial e interacciones, y valores de respuesta. Específicamente los factores que contribuyen en mayor porcentaje son (A1) una concentración baja (60% m/v) de H₂O (B3) con un tiempo de proceso de 6 horas, (C3) una alta (80% m/v) concentración de CH₃COOH, (D1) una baja (0.5% m/v) concentración de HCl, en % m/v y (R1) con una velocidad de agitación de 600 rpm.

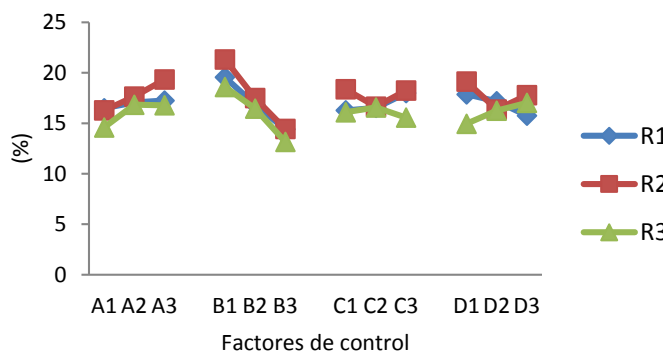


Figura 3. Efecto promedio con los valores medios en *A. salmiana* con el método de pulpeo alcalino (NaOH). Fuente: Elaboración propia

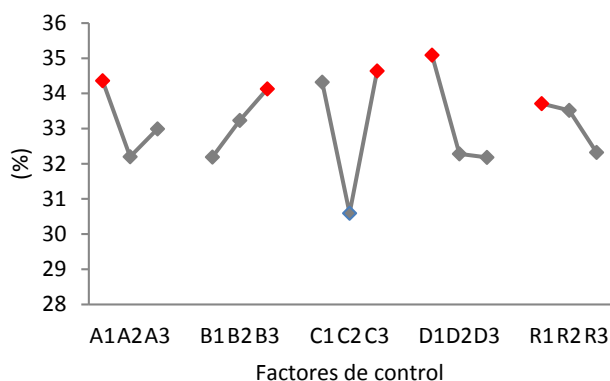


Figura 4. Efecto promedio de las interacciones entre factores de control y factores de ruido sobre el nivel medio de rendimiento de pulpeo de la especie *A. Salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH_3COOH). Fuente: Elaboración propia

3.5. Efecto promedio de la relación señal/ruido sobre el valor medio del rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *A. salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH_3COOH)

En la Fig. 5 se aprecian las condiciones óptimas para obtener los porcentajes más altos de rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *A. salmiana* por el proceso de pulpeo Organosolv. Según el análisis se requiere (**A1**) una concentración baja (60% m/v) de H_2O (**B3**) con un tiempo de proceso de 6 horas, (**C3**) una alta (80% m/v) concentración de CH_3COOH , (**D1**) una baja (0.5% m/v) concentración de HCl.

En la Tabla 7 y Fig. 6 observamos que las condiciones óptimas para obtener mayores rendimientos a R1 son las siguientes: A1, B2, C1 y D1; para R2 las condiciones óptimas son A1, B3, C1 y D1; mientras para R3 las condiciones óptimas son A3, B3, C3 y D1. Nótese que para R1, R2 y R3, se requiere el mismo nivel para el factor tiempo (B1).

3.6. Condiciones óptimas en el proceso de pulpeo alcalino (NaOH), para la especie *Agave salmiana*

A partir del análisis de los resultados obtenidos, se

establece que las condiciones óptimas para obtener altos rendimientos de pulpa en el proceso de pulpeo alcalino (NaOH) se logran mediante la siguiente combinación de factores y niveles:

- Factor A:** Concentración de 12% m/v de NaOH (**nivel 3**)
- Factor B:** Tiempo del proceso de pulpeo de 24 horas (**nivel 1**)
- Factor C:** Concentración de 2.5% m/v Na_2CO_3 (**nivel 3**)
- Factor D:** Concentración de 0.2% m/v Na_2SO_4 (**nivel 1**)

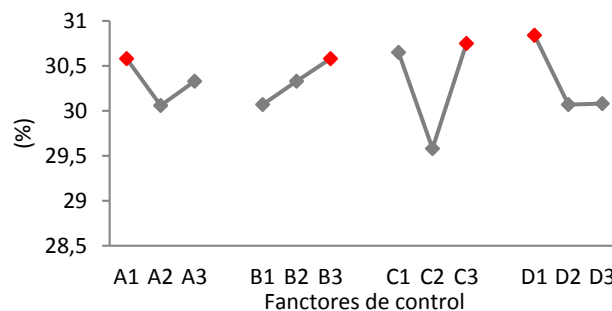


Figura 5. Efecto promedio de la relación señal/ruido sobre el valor medio del rendimiento de pulpa de celulosa de la especie *A. salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH_3COOH). Fuente: Elaboración propia

Tabla 7.

Respuesta promedio con los valores medios bajo el efecto promedio de las interacciones de la especie *Agave salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH_3COOH).

	Factor de ruido		
	R1	R2	R3
A1	34.5	36.22	32.36
A2	32.59	32.4	31.61
A3	34.05	31.93	32.98
B1	32.24	33.27	31.05
B2	34.61	33.13	31.97
B3	34.29	34.16	33.94
C1	35.15	36.1	31.7
C2	32.91	30.09	28.78
C3	33.08	34.37	36.47
D1	35.92	34.23	35.11
D2	33.24	34.22	29.39
D3	31.98	32.11	32.45

Fuente: Elaboración propia

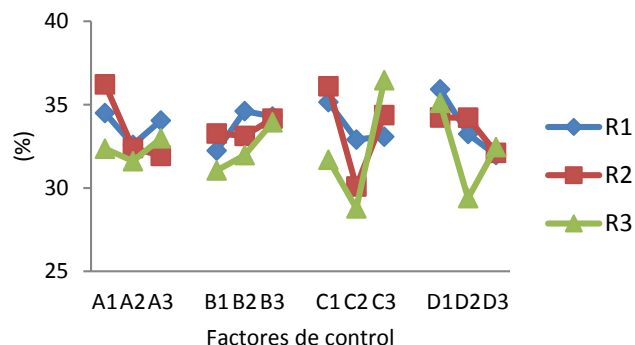
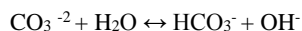
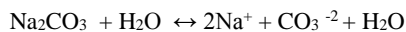


Figura 6. Efecto promedio con los valores medios. *A. salmiana* con el método de pulpeo Organosolv (CH_3COOH). Fuente: Elaboración propia

Este proceso es ampliamente usado en la industria del papel, ya que presenta ciertas ventajas sobre otros métodos como que puede ser usado para todas las especies maderables, además las fibras de la pulpa obtenida presentan alta resistencia, asimismo este proceso es eficiente debido a la recuperación de químicos y energía, por otra parte el tiempo de proceso es relativamente corto [18].

La actividad de deslignificación en el proceso de pulpeo ocurre por la formación de iones OH^- por hidrólisis de NaOH . En adición, el siguiente equilibrio juega un importante papel en el proceso:



Los mejores rendimientos se obtienen con concentraciones más altas de NaOH y Na_2CO_3 mientras que el tiempo y la concentración de Na_2SO_4 son los valores más bajos. Esto se debe directamente al grado de causticidad y sulfidez que está directamente relacionado con el grado de deslignificación. Además cabe mencionar que el rendimiento depende de otros factores como son la naturaleza del precursor y de la calidad de las fibras [19].

La naturaleza física de las fibras es otro factor importante en el rendimiento de la pulpa, como el tamaño y la homogeneidad de éstas, es decir si las fibras son pequeñas y heterogéneas se obtendrá un bajo rendimiento; en el caso específico de la especie *A. salmiana* presentó un mayor porcentaje (41.8) de fibras pequeñas (<0.5 mm) en comparación con las otras especies, además esta especie fue la que presentó menor contenido de celulosa (34%) según resultados de TGA y mayor contenido de lignina (15.58%) [10, 20].

3.7. Condiciones óptimas en el proceso de pulpeo Organosolv (CH_3COOH), para la especie *A. salmiana*

A partir del análisis de resultados obtenidos, se establece que las condiciones óptimas para obtener altos rendimientos de pulpa en el proceso de pulpeo Organosolv (CH_3COOH) se logran mediante la siguiente combinación de factores y niveles:

Factor A: Concentración de 60% m/v de H_2O (nivel 3)

Factor B: Tiempo del proceso de pulpeo de 6 horas (nivel 3)

Factor C: Concentración de 80% m/v CH_3COOH (nivel 3)

Factor D: Concentración de 0.5% m/v HCl (nivel 1)

Entre la gran gama de disolventes orgánicos propuestos en la literatura el ácido acético ha sido más utilizado debido a que puede deslignificar de forma extensiva y selectiva. La utilización de ácido acético en el proceso de pulpeo proporciona altos rendimientos de pulpa de celulosa debido a que la materia prima es fraccionada en celulosa y licores conteniendo lignina y productos de la degradación de las hemicelulosas.

3.8. Experimentos confirmatorios

De acuerdo con los resultados donde se encontraron los niveles de cada factor en condiciones óptimas para cada tipo

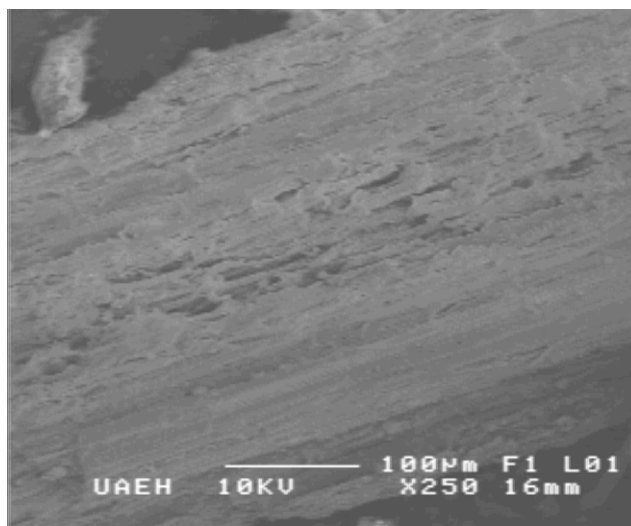


Figura 7a. Fibras celulósicas del precursor *A. salmiana*
Fuente: Elaboración propia

de pulpeo, se realizaron los experimentos confirmatorios bajo las citadas condiciones. Las cinco réplicas realizada por cada tipo de pulpeo arrojaron en promedio, 39.69 ± 1.27 % de rendimiento para el pulpeo alcalino y 71.57 ± 2.16 % para el pulpeo al Organosolv.

Como se hace notar, el valor de 39.69% optimizado, es 18 veces porcentuales más elevado que el que se alcanzó de 21.33% como el más alto en la Tabla 6 del pulpeo alcalino.

Por su parte en el pulpeo Organosolv, el valor optimizado de 71.57% es prácticamente el doble del reportado en la Tabla 7 de 36.47%, como valor más elevado. De este modo se confirman los rendimientos mejores por cada método de pulpeo para la obtención de pulpa de celulosa a partir de *A. salmiana* bajo condiciones optimizadas.

Las pulpas de celulosa obtenidas por ambos métodos de pulpeo y observadas en MEB se muestran en la Fig. 7a, 7b y 7c. Se hace notar lo observado para las fibras del precursor (*A. salmiana*) en la Fig. 7a, puede verse el agregado de todas las fibras estando presente la lignina como agente sellante o aglutinante. Así mismo en la Fig. 7b se observa que la gran mayoría de la lignina ha sido eliminada mediante el pulpeo alcalino a la sosa (deslignificación).

Finalmente en la Fig. 7c se aprecia la casi total ausencia de lignina, por cuanto las fibras están mucho más separadas, lo cual indica que se logra una mayor deslignificación en el pulpeo Organosolv.

Estos resultados son comparables con lo reportado por Jiménez y colaboradores [21] durante sus evaluaciones de pulpeo alcalino con la lenteja de agua (*Lemna* sp.), lo cual es observable de manera similar (fibras aún unidas por fracciones de lignina que no logran separarse) como lo indica la Fig. 8.

Así también comparable con lo reportado por Canché y colaboradores [22], quienes a partir de pseudotallo de banana y en pulpeo a la sosa obtuvieron algo similar (Fig. 9).

Por otro lado y según Ortiz y Blanchette [23], se ha reportado que partiendo de madera en deterioro y mediante el método de pulpeo Organosolv, se logró una mayor deslignificación lo cual es observable en la Fig. 10.

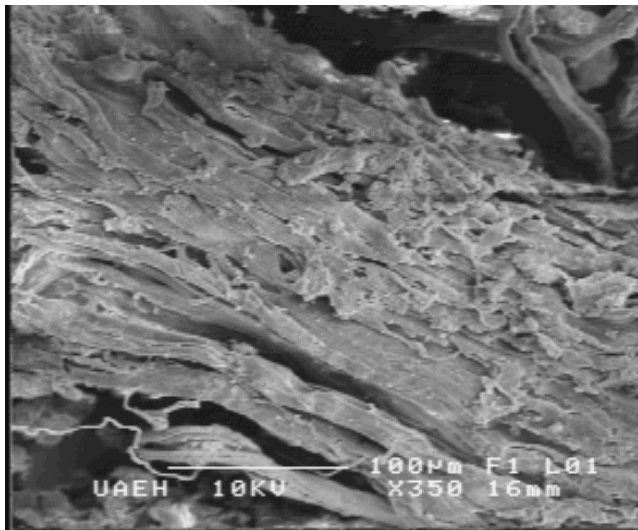


Figura 7b. Fibras celulósicas obtenida a partir de *A. salmiana* mediante pulpeo alcalino.
Fuente: Elaboración propia

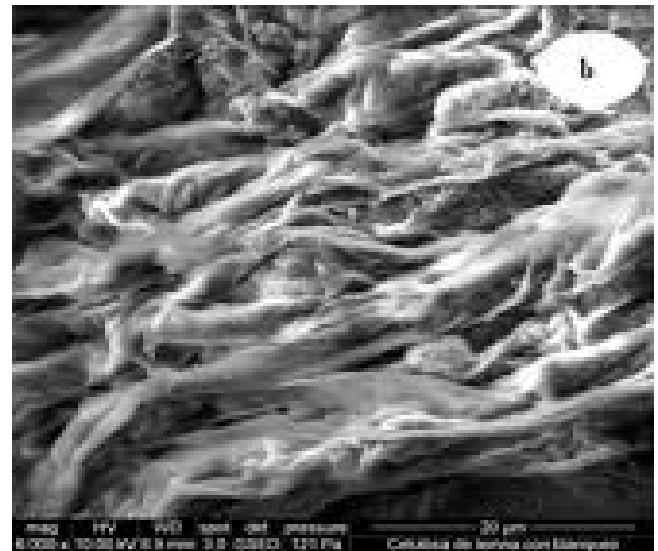


Figura 8. Fibras de celulosa obtenidas mediante pulpeo a la sosa a partir de la lenteja de agua (*Lemna* sp.).
Fuente: Tomado de [21]

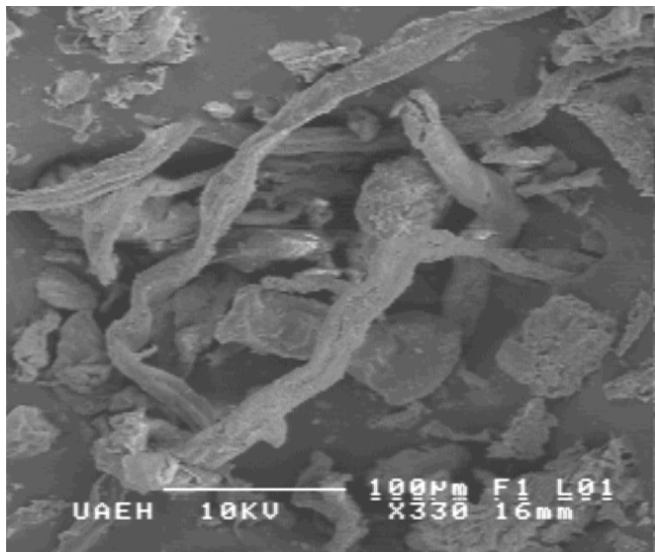


Figura 7c. Fibras celulósicas obtenida a partir de *A. salmiana* mediante pulpeo Organosolv (ácido).
Fuente: Elaboración propia

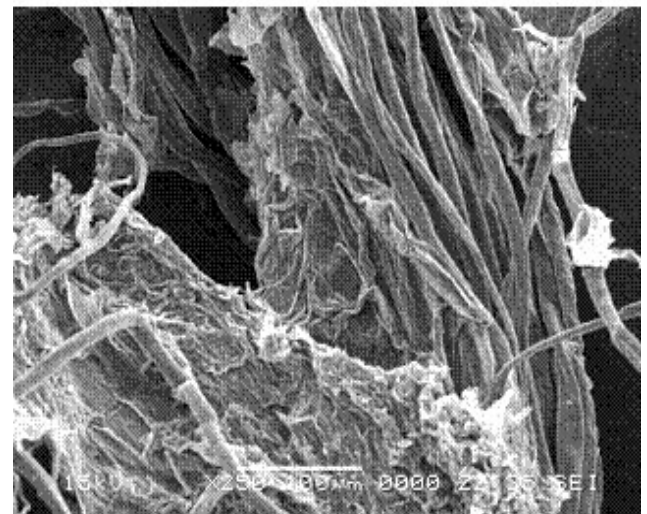


Figura 9. Fibras de celulosa obtenidas mediante pulpeo a la sosa a partir de pseudotallo de banana.
Fuente: Tomado de [22]

Se puede llegar a inferir que la obtención de una mejor pulpa de celulosa estará en dependencia del tipo de precursor maderable o no, que se emplee, así como del tipo de método de pulpeo y las condiciones de trabajo.

4. Conclusiones

Las condiciones óptimas y reproducibles para obtener pulpa de celulosa de *Agave salmiana* mediante pulpeo alcalino fueron: [NaOH] 12%; 24 horas; [Na₂CO₃] 2.5% y [Na₂SO₄] 0.2%. En contraste para el pulpeo ácido las condiciones óptimas fueron: H₂O 60%; 6 horas; [CH₃COOH] 80% y [HCl] 0.5%.

Sobre la base del análisis de la respuesta “mayor rendimiento mejor” en el ANOVA, se encontró que para el

pulpeo alcalino, el factor que tiene mayor incidencia en el proceso es el tiempo, y el factor que tiene menor incidencia es [Na₂CO₃]; por otro lado, para el pulpeo ácido el factor que tiene la mayor contribución es [CH₃COOH] y el de menor incidencia es la velocidad de agitación.

En los experimentos confirmatorios de pulpeo alcalino se obtuvo un rendimiento de 39.69% de pulpa de celulosa de *Agave salmiana*, mientras que para pulpeo Organosolv se obtuvo un rendimiento de 71.57%.

En las microfotografías de las pulpas se observó que las fibras obtenidas mediante pulpeo ácido presentaron mayor longitud y grosor que las obtenidas por el pulpeo alcalino.

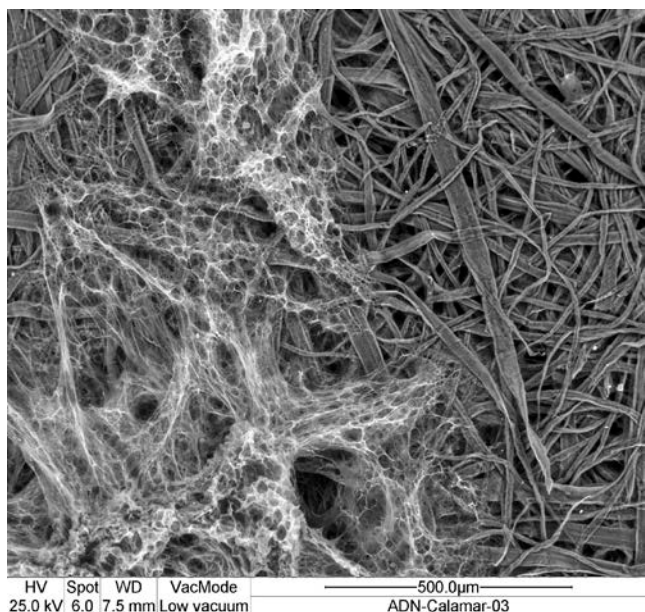


Figura 10. Fibras de celulosa obtenidas mediante pulpeo Organosolv y a partir de fibras de madera en deterioro.

Fuente: Tomado de [23]

References

- [1] Kurita, K., Chitin and Chitosan: Functional biopolymers from marine crustaceans., *Mar. Biotechnol. Chem.* 8, pp. 203-226, 2006. DOI: 10.1007/s10126-005-0097-5
- [2] Franco-Guarnizo, A., Martínez-Yépes, P.N. y Sánchez-Hoover, A., Pretratamientos de la celulosa y biomasa para la sacarificación. *Revista Scientia Et Technica.* [en línea]. XV(42), pp. 284-289, 2009. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=84916714053>
- [3] Pandey, K.K., A study of chemical structure of soft and hardwood and wood and polymers by FTIR spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science.* [online]. 71, pp. 1969-1975, 2002. Available at: <http://download.xuebalib.com/xuebalib.com.7111.pdf>
- [4] Idarraga, G., Ramos, J., Zúñiga, V., Shain, T. and Young, R., Pulp and paper from blue Agave waste from Tequila production. *J. Agric. Food Chem.* [online]. 47, pp. 4450-4455, 1999. Available at: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10552832>
- [5] Iñiguez-Covarrubias, G., Días-Teres, R., Sanjuan-Dueñas, R. Anzaldo-Hernández, J. and Rowel, R.M. Utilization of by-products from the tequila industry. Part 2: Potential value of Agave tequilana Weber azul leaves. *Bioresource Technology.* [online]. 77, pp. 101-108, 2001. Available at: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11272015>
- [6] Parra, L.A., del Villar, P. y Prieto, A., Extracción de fibras de agave para elaborar papel y artesanías. *Acta Universitaria.* [en línea]. 20(3), pp. 77-83, 2010. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=41618860011>
- [7] Biermann, C.J., *Handbook of pulping and papermaking.* Academic Press. E.U.A. 1996.
- [8] Escamilla-Treviño, L.L., Potential of plants from the genus Agave as Bioenergy Crops. *Bioenerg. Res.* 5, pp. 1-9, 2012. DOI: 10.1007/s12155-011-9159-x
- [9] Gumeta-Chávez, C., Chanona-Pérez, J., Vega, A., Ligerio, P., Mendoza-Pérez, J.A. y Gutiérrez-López, G., Obtención de celulosa y lignina mediante el proceso organosolv. XII Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería. Memorias. Morelia, México, 2007.
- [10] Escoto-García, T., Vivanco-Castellanos, E.M., Lomeli-Ramírez, M.G. y Arias-García, A., Tratamiento fermentativo-químico-mecánico del bagazo de maguey (Agave Tequilaza Weber) para su aplicación en papel hecho a mano. *Revista Mexicana de Ingeniería Química.* [en línea]. 5(Su1), pp. 23-27, 2006. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=62009905>
- [11] Hernández-Hernández, H.M., Chanona-Pérez, J.J., Vega, A., Ligerio, P., Mendoz-Pérez, J.A., Calderón-Domínguez, G., Terrés, E. and Farrera-Rebollo, R.R., Acetosolv treatment of fibers from waste agave leaves: Influence of process variables and microstructural study. *Industrial Crops and Products* [online]. 86, pp. 163-172, 2016. Available at: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669016301893>
- [12] Ligerio, P., Vega, A. and Bao, M., Acetosolv deslignification of Miscanthus sinensis bark: Influence of process variables. *Industrial Crops and Products.* In Press. 2004.
- [13] Massart, D.L., Gerald, C.F. and Wheatley, P.O., *Evaluation and optimization of laboratory methods of analytical procedures.* Elsevier Science Publishers. 1980.
- [14] Barrado, E., Vega, M., Pardo, R., Grande, P. and del Valle, J.L., Optimisation of a purification method for metal-containing wastewater by use of a Taguchi experimental design *Wat. Res.*, 30(10), pp. 2309-2314, 1996. DOI: 10.1016/0043-1354(96)00119-4
- [15] Jahan, M.S., Rahman, J.N.N.M, Islam, M. and Quaiyyum, M.A., Chemical characteristics of ribbon retted jute and its effect on pulping and papermaking properties. *Industrial and Crops Products*, 84 pp. 116-120, 2016. DOI: 10.1016/j.indcrop.2016.01.054
- [16] Jaouadi, M., M'sahli, S. and Sakli, F., Optimization and characterization of pulp extracted from the Agave americana L. *Fibers. Textile Research Journal.* 79(2), pp. 110-120, 2009.
- [17] Santiago, A.D., Rodríguez, G.N. y Mogollón, G., Evaluación del potencial papelero de la fibra de sisal (*Agave sisalana*), en Memorias del Congreso Iberoamericano en Celulosa y papel 2000. CIADICYP. 10 P.
- [18] Sefik T.M., Relationship between alkaline pulp yield and the mass fraction and degree of polymerization of cellulose in pulp. Ankara University, 2003.
- [19] Romero, V.P., Marfisi, S., Rondón, O.P., Rojas, B. y Peña, G., Obtención de celulosa microcristalina a partir de desechos agrícolas del cambur (*Musa sapientum*). Síntesis de celulosa microcristalina. *Rev. Iber. Polímeros.* [en línea]. 15(6), pp. 286-300, 2014. Disponible en: <http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/NOV14/romero.pdf>
- [20] Hulle, A., Pradyumkumar, K. and Katkar, P., Agave americana leaf fibers. *Fibers*, 3, pp. 64-75, 2015. DOI: 10.3390/fib3010064
- [21] Jiménez, G., Rodríguez, E., Contreras, M., Valbuena, A. y Colina, M., Obtención de carboximetil celulosa usando Lemna como materia prima., *Revista Iberoamericana de Polímeros.* [en línea]. 12(6), pp. 334-341, 2011. Disponible en: <http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/DIC11/genire.pdf>
- [22] Canché-Escamilla, G. et al., Obtención de celulosa a partir de los desechos agrícolas del banano. *Información Tecnológica*, 16(1), pp. 83-88, 2005.
- [23] Ortíz, R. and Blanchette, R., Defibration wood obtained from the Saltpeter Works Humberstone and Santa Laura in Chile. *World Heritage Sites. Madera y Bosques.* [en línea]. 20(3), pp. 59-68, 2014. Disponible en: <http://www.redalyc.org/pdf/617/61732732006.pdf>

E. Jiménez-Muñoz, es Estudiante de Doctorado en Ciencias Ambientales por la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México.
ORCID: 0000-0001-7883-0600.

F. Prieto-García, es Dr. en Química por la Universidad de Valladolid, España. Profesor-investigador titular en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México.
ORCID: 0000-0001-8878-3908.

J. Prieto-Méndez, es Dra. en Ciencias Ambientales por la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México. Actualmente profesor-investigador titular en la propia institución.
ORCID: 0000-0001-5705-1704.

O.A. Acevedo-Sandoval, es Dr. en Química por la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México. Director del Instituto de Ciencias Agropecuarias en la misma institución.
ORCID: 0000-0003-0475-7003.

R. Rodríguez-Laguna, es Dr. en Ciencias. Manejo de Recursos Naturales por la Universidad Autónoma de Nuevo León, México. Profesor-investigador titular en la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México
ORCID: 0000-0002-0867-008X.