

40

Fecha de presentación: noviembre, 2022

Fecha de aceptación: enero, 2023

Fecha de publicación: marzo, 2023

EL EXPERIMENTO FORMATIVO

EN LA OBTENCIÓN DE CELULOSA MICROCRISTALINA A PARTIR DEL PENNISETUM PURPUREUM

OBTAINING MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM PENNISETUM PURPUREUM BY MEANS OF SOUR AND ALKALINE HIDROLISIS

Javier Ignacio Briones García¹

Email: javier.briones@epoch.edu.ec

ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-2675-3495>

Manuel María Fiallos Ramos¹

Email: manuelm.fiallos@epoch.edu.ec

ORCID: <http://orcid.org/0000-0003-1895-2790>

Luis Samuel Eduardo Arias Alemán¹

Email: luis.arias@epoch.edu.ec

ORCID: <http://orcid.org/0000-0001-8262-8157>

Efraín Velasteguí López²

Email: evelasteguil@utb.edu.ec

ORCID: <http://orcid.org/0000-0002-7353-5853>

¹ Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Ecuador.

² Universidad Técnica de Babahoyo, Ecuador.

Cita sugerida (APA, séptima edición)

Briones García, J. I., Fiallos Ramos, M. M., Arias Alemán, L. S. E. & Velasteguí López, E. (2023). Obtención de celulosa microcristalina a partir del pennisetum purpureum mediante hidrólisis ácida y alcalina. *Revista Universidad y Sociedad*, 15(2), 389-399.

RESUMEN

El experimento formativo es entendido como aquel experimento que permite someter la propuesta, integralmente, a validación en la práctica formativa. En la investigación realizada se somete a valoración científica la obtención de celulosa microcristalina mediante la citada forma de experimentación. El objetivo de la presente investigación es la aplicación de un experimento formativo en el proceso de obtención de celulosa microcristalina a partir del Pennisetum Purpureum mediante la combinación de hidrólisis ácida y alcalina. Se caracterizó la materia prima mediante métodos físicos-químicos. Para la obtención de la celulosa microcristalina se propuso un diseño multifactorial de dos factores donde se varió las concentraciones de hidróxido de sodio de 10%, 20% y 30% en la hidrólisis alcalina con las concentraciones de hipoclorito de sodio (2% y 5%) para el blanqueo de la pulpa, tomando como variable de respuesta el rendimiento y pureza de celulosa. En la caracterización de la materia prima se obtuvo, humedad 79.2%, ceniza 13.30%, hemicelulosa 29.75%, lignina 9.53%, celulosa 37.26% y sustancias extraíbles 20.61% en porcentaje de peso. El tratamiento que presentó mayor eficacia fue el que se trabajó con una solución del 20% de hidróxido de sodio y 5% de solución de hipoclorito de sodio al 5% en rendimiento (37.95%). La celulosa microcristalina obtenida a partir del Pennisetum Purpureum, cumple con parámetros de pH, humedad y solubilidad, lo contrario para los parámetros de pureza y porcentaje de cenizas para poder ser grado alimenticio o farmacéutico.

Palabras clave: experimento formativo, celulosa microcristalina, pasto elefante, pennisetum purpureum, hidrólisis

ABSTRACT

The formative experiment is understood integrally as that experiment that allows subjecting the proposal, to validation in the formative practice. In the carried out investigation he/she undergoes scientific valuation the obtaining of cellulose microcrystalline by means of the one mentioned experimentation form. The objective of the present investigation is the application of a formative experiment in the process of obtaining of cellulose microcrystalline starting from the Pennisetum Purpureum by means of the combination of sour and alkaline hydrolysis. The matter was characterized it prevails by means of physical-chemical methods. For the obtaining of the cellulose microcrystalline he/she intended a design multifactorial of two factors where it was varied the concentrations of hydroxide of sodium of 10%, 20% and 30% in the alkaline hydrolysis with the concentrations of hypochlorite of sodium (2% and 5%) for the bleach of the pulp, taking as answer variable the yield and cellulose purity. In the characterization of the matter it prevails it was obtained, humidity 79.2%, ash 13.30%, and hemicellulose 29.75%, and lignin 9.53%, and cellulose 37.26% and substances entrails 20.61% in percentage of weight. The treatment that presented bigger effectiveness the one that one worked with a solution of 20% of hydroxide of sodium and 5% of solution of hypochlorite of sodium to 5% in yield was (37.95%). The cellulose microcrystalline obtained starting from the Pennisetum Purpureum, fulfills pH parameters, humidity and solubility, the opposite for the parameters of purity and percentage of ashes to be able to be nutritious grade or pharmacist.

Keywords: formative experiment, microcrystalline cellulose, elephant grass, pennisetum purpureum, hydrolysis

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, el mundo produce alrededor de 200 mil toneladas de materiales de celulosa microcristalina por año, a partir de algodón, madera y sulfato de celulosa para procesamiento químico con un alto contenido de alfa celulosa y un bajo contenido de lignina y hemicelulosas, aproximadamente el 70% de celulosa microcristalina se utiliza en las industrias alimentarias y farmacéuticas (Cordero et al., 2013).

El mercado mundial de celulosa microcristalina en 2017 ascendió a unos 900 millones de dólares, para 2025 se pretende que alcance los 1.451 millones de dólares, con un aumento del 5,5% de 2018 al 2025 (Market, Microcrystalline Cellulose (MCC) 2018). América del Norte es el mayor consumidor de este producto (> 45%), seguida de Asia y Europa. La región de Asia y el Pacífico muestra un consumo acelerado de celulosa microcristalina, mientras que América del Norte y Europa está creciendo a un ritmo más modesto (Market, Cellulose Powder 2018). De acuerdo con el análisis presentado por Global de Celulosa Microcristalina 2017-2025, uno de los principales factores que inciden en el mercado de celulosa microcristalina es la creciente demanda de su uso en las industrias alimentaria y farmacéutica por sus características y excelentes propiedades.

La madera es principalmente el material lignocelulósico empleado en la fabricación de diversos polímeros, muebles, pasta papelera entre otros. El 19% de la madera extraída mundialmente se destina para usos energéticos y el 42% se emplea en la fabricación de pastas de celulosa y subproductos. El incremento en la demanda de esta clase de materias primas ocasiona problemas tanto económicos como medioambientales (Locane, 2016; Rodríguez, 2011), entre las áreas más importantes de uso y aplicación se destacan:

- Obtención de productos que sustituyan la utilización parcial o total de reservas fósiles a partir de fuentes renovables.
- Obtención de polímeros y derivados químicos a partir de materiales residuales de bosques, cultivos o industria maderera.

Durante los últimos años la ecología y el ambiente se encuentran presentes en todos los ámbitos, el desarrollo sustentable involucra disposiciones orientadas a la administración eficiente y responsable de los recursos naturales para la preservación de estos. En este sentido, una de las fuentes prometedoras de materias primas puede ser la biomasa lignocelulósica presente en pastos y forrajes que son muy poco valorados presentando un gran porcentaje de fibra vegetal (Ortiz, 2011).

Los forrajes y pastos constituyen el alimento básico de consumo en el sector agropecuario, su material lignocelulósico presenta un gran potencial debido a su composición química, esta biomasa lignocelulósica presente en hojas y tallos pueden utilizarse como materia prima para la producción de celulosa microcristalina, pero hasta ahora se ha prestado poca atención a esta trayectoria de recuperación en forrajes.

El pasto elefante (*Pennisetum purpureum*) es una planta perenne del trópico con una gran producción de biomasa que se adapta a diferentes condiciones edafoclimáticas, esto se debe a la estabilidad en el rendimiento de los genotipos en ambientes diferentes (Schneider et al., 2016). Tiene productividad, tanto como alimento para el ganado como para su uso para la obtención de biocombustible, su producción de materia seca por hectárea año, alrededor de 40 – 50 toneladas (Cardona et al., 2012).

Los pocos datos disponibles en la literatura muestran el aislamiento del bagazo de caña de azúcar (Cordero et al., 2013), en Desechos Agrícolas del Cambur (Romero et al., 2013) fibra de estopa de coco (Pineda & Navarrete, 2017), en pseudotallo de banano (Aroca & Estrada, 2015), en madera y algodón (Maurat, 2014), entre otros, pero no se encuentra referencia bibliográfica de la obtención a partir del pasto de la especie *Pennisetum Purpureum*.

El aislamiento de la celulosa a partir de materiales naturales se basa en la acción de reactivos que disuelven o destruyen los componentes no celulósicos contenidos en los tejidos vegetales (proteínas, grasas, ceras, resinas, lignina y polisacáridos). Los métodos de aislamiento dependen del tipo de material vegetal, los principales son:

- Hidrolisis ácida – Las zonas amorfas de la celulosa son más susceptibles a la hidrólisis ácida, de manera que facilita la ruptura de los enlaces o-glucosídicos, liberando los cristales individuales. Frecuentemente son utilizados los ácidos sulfúrico y clorhídrico, las suspensiones coloidales producidas por hidrólisis con ácido sulfúrico son más estables (Maurat, 2014).
- Hidrolisis alcalina – Actúa igual que la hidrolisis ácida, provocando disminución en el grado de polimerización de la celulosa. Ocurre a altas temperaturas y con álcalis fuertes o si la celulosa presenta grupos oxidados (Odor, 2008). El tratamiento con solución de hidróxido de sodio (NaOH) produce un hinchamiento de la biomasa, aumentando el área superficial interna, un descenso de la cristalinidad, lo que ocasiona la separación de las uniones entre la lignina y los carbohidratos y una rotura de la estructura de la lignina (Rodríguez, 2016).

En este sentido, esta investigación pretende obtener celulosa blanqueada partir del pasto elefante (*Pennisetum*

Purpureum), mediante la combinación de métodos de hidrólisis (ácida y alcalina) para lograr la fracción cristalina de la celulosa.

DESARROLLO

La celulosa es la molécula biológica más abundante, y constituye el mayor porcentaje de los biopolímeros en la tierra, su principal fuente es de origen vegetal, formando parte de la pared celular en plantas. La celulosa puede ser sintetizada por diferentes sistemas biológicos, como hongos, algunos representantes del *phylum Chordata* (o tunicados), que son un tipo de animales marinos y bacterias del género *Agrobacterium*, *Rhizobium*, *Sarcina* y *Acetobacter*, donde los productores más eficientes son las bacterias Gram-Negativas del género *Acetobacter*; la más importante de ellas *Acetobacter xylinum* (reclasificada como *Gluconoacetobacter xylinus*) se ha utilizado como microorganismo modelo en los estudios básicos y aplicados sobre este producto (Jaramillo et al., 2014).

La celulosa de origen bacteriano es de gran interés debido a sus propiedades mecánicas, su alto grado de cristalinidad, pureza y polimerización. Además, resulta ser de gran importancia industrial, pues a diferencia de las celulosas vegetales se encuentra libre de hemicelulosa y lignina, características que la hacen industrialmente conveniente. Por otro lado, esta forma de obtener celulosa a partir de bacterias resulta ser una alternativa ante la celulosa de origen vegetal, debido a que puede solucionar problemas de impacto ambiental tales como la pérdida de grandes cantidades de bosque, el debilitamiento del suelo, la extinción de fauna y flora nativa y el aumento del calentamiento global (Jaramillo et al., 2014).

En la producción de celulosa bacteriana por el método estático, el factor de rendimiento Y_p/s es afectado por la concentración de glucosa inicial y el tiempo de fermentación. Bajas concentraciones dan valores altos de Y_p/s al inicio de la fermentación, mientras que altas concentraciones requieren tiempos largos para lograr valores comparables. El área superficial aumenta la producción

de celulosa, pero existe una relación (área interfacial/volumen de medio) límite a partir de la cual la celulosa producida por unidad de área comienza a descender. Existe una relación lineal entre el espesor relativo de película, definido como (altura de película húmeda/altura de líquido), y el área por unidad de volumen de medio. El espesor relativo límite (altura de película = altura de líquido) se encontraría para una relación área- volumen teórica de 1,1 cm', pero en la práctica se determinó que este valor es de 0,8 cm' para no afectar el rendimiento de celulosa (Caicedo et al., 2011).

MATERIALES Y METODOS

La materia vegetal utilizada fue recolectada en los predios de la Asociación Agropecuaria "Maconta Arriba", Portoviejo – Ecuador, dado que posee alrededor de 2500 especies de tipo *Pennisetum Purpureum*, debido a esto, se realizó un muestreo al azar en forma sistemática y estratificada (la pastura es dividida en áreas con similares características) con una madurez de 70 días, según la técnica de muestreo y parámetros de calidad de pastos y forrajes (Bruno et al., 1995). Posterior, los tallos fueron limpiados, lavados y troceados. Antes de realizar algún tratamiento químico al material vegetal este pasó por una etapa de pretratamiento que consistió en la clasificación y lavado más profundo con agua destilada, el material fue secado al sol para eliminar el exceso de humedad por el lavado, luego se secó hasta peso constante en un horno a 100 °C aproximadamente de 2 a 3 horas y se almacenaron en fundas herméticas.

Caracterización de la materia prima

La caracterización de la materia prima se realizó mediante análisis físico-químicos según las normas ANSI (*American Society for Testing and Materials*) y las normas TAPPI (*Technical Association for the Pulp and Paper Industries*) con adaptaciones, las normas utilizadas se presentan a continuación:

Nº de repeticiones = 3, Nº de tratamientos = 18, con un nivel de significancia (5 %).

Tabla 1. Esquema del experimento

Tratamiento	Muestra	Concentración de H ₂ SO ₄ (%)	Concentración de NaOH (%)	Concentración de NaClO (%)
		t = 60 min; T = 60°C	t = 120 min; T = 60°C	t = 300 min; T = 25°C
T1	1	0.4	10	5
	2	0.4	10	5
	3	0.4	10	5
T2	1	0.4	20	5
	2	0.4	20	5
	3	0.4	20	5
T3	1	0.4	30	5
	2	0.4	30	5
	3	0.4	30	5
T4	1	0.4	10	2
	2	0.4	10	2
	3	0.4	10	2
T5	1	0.4	20	2
	2	0.4	20	2
	3	0.4	20	2
T6	1	0.4	30	2
	2	0.4	30	2
	3	0.4	30	2

Fuente: elaboración propia.

La obtención se realizó bajo las siguientes etapas:

Extraíbles en agua caliente. Se colocó el material vegetal en un baño de agua destilada a 80°C por una hora, posteriormente se filtró el material y se llevó a secar hasta peso constante.

Hidrolisis acida. Consistió en una maceración acida del material vegetal obtenido luego de la técnica de extraíbles en agua caliente. Se tomó como referencia en método mejorado y aplicado según Pineda & Navarrete (2017) el cual se fundamenta del método de (Aroca & Estrada, 2015) donde se trabajó con una concentración suave de ácido sulfúrico de 0.4% por 60 minutos a una temperatura de 60°C, se filtra y se lava el material hasta un pH neutral y se lleva a secar hasta un peso constante.

Hidrolisis alcalina. En esta etapa del proceso se hizo reaccionar 20 gramos de muestra seca obtenida de la etapa de hidrolisis acida, con concentraciones diferentes de hidróxido de sodio dependiendo el tratamiento, calentándolo hasta los 60 °C por 120 min. Cumplido el tiempo requerido se lavó hasta pH neutral y se secó hasta peso constante.

Blanqueamiento. El blanqueamiento con NaClO se realizó a concentraciones diferentes según el tratamiento a una temperatura de 25°C por un tiempo de 300 minutos sin agitación. Cumplido el tiempo requerido se lavó hasta pH neutral y se secó hasta peso constante.

Molienda y tamizado. Para reducir el tamaño de partícula del material seco se utilizó un mortero y se molió en forma manual, luego, se clasificó el tamaño del material pulverizado mediante tamices de mallas 80, 100, 120 y 140.

Para la determinación de propiedades de la celulosa microcristalina obtenida, los análisis físico químicos se realizaron de acuerdo a las normas INEN (Instituto Ecuatoriano de Normalización) para la identificación cualitativa de celulosa y en combinación con las normas ANSI (*American Society for Testing and Materials*) y TAPPI (*Technical Association for the Pulp and Paper Industries*), se compararon con las especificaciones establecidas por el Reglamento (CE)

n°1333/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2008, con respecto a la celulosa microcristalina, las normas se detallan a continuación:

- INEN 2527 (Determinación cualitativa de celulosa)
- INEN 2527 (Determinación de solubilidad)
- NTE INEN 0384:1978 (Determinación de pH)
- TAPPI T-211 (Determinación de cenizas)
- TAPPI T-236 y TAPPI 236 cm-85 (Determinación del grado de des lignificación)
- ASTM D4442-92 (Determinación de humedad)
- Método de Kurschner y Hoffer (Determinación de celulosa)

La descripción estadística se realizó aplicando paquetes informáticos estadísticos de carácter gratuito (Excel y RStudio), los cuales permitieron realizar el análisis de la varianza y partiendo de este se aplicó la prueba Tukey HSD, para las tabulaciones de: rendimiento y porcentaje de pureza.

RESULTADOS

El pasto elefante utilizado presentó las siguientes características físico-químicas según los análisis realizados: humedad 79.2%, ceniza 13.30%, hemicelulosa 29.75%, lignina 9.53%, celulosa 37.26% y sustancias extraíbles 20.61% en porcentaje de peso, los resultados fueron comparados con investigación de (Segura et al., 2008; Cleef et al., 2012; Cazco, 2017) estos se encuentran dentro de los márgenes del tipo de material vegetal, por el contenido de material lignocelulósico y aspectos biológicos de la especie, como la rápida madurez que alcanza la fibra vegetal en tiempo es considerado como una fuente para la extracción de pulpa de celulosa.

La obtención de celulosa microcristalina se llevó a cabo bajo diferentes tratamientos y muestras, los cuales se encuentran contemplados en la tabla 3, de cada tratamiento se evaluó la pureza y el rendimiento del producto final obtenido.

Tabla 2. Resultado de rendimiento y pureza después de cada tratamiento

Tratamiento	Muestra	Peso de muestra seca (gr)	Concentración de H2SO4 (%)	Concentración de NaOH (%)	Concentración de NaClO (%)	Peso de producto final (gr)	Rendimiento (%)	Pureza (%)
			t = 60 min; T = 60°C	t = 120 min; T = 60°C	t = 300 min; T = 25°C			
T1	1	10	0.4	10	5	3.33	33.3	54.7
	2	10	0.4	10	5	3.454	34.54	52.37
	3	10	0.4	10	5	3.516	35.16	51.35
T2	1	10	0.4	20	5	3.754	37.54	74.34
	2	10	0.4	20	5	3.946	39.46	75.63
	3	10	0.4	20	5	3.685	36.85	74.27
T3	1	10	0.4	30	5	2.254	22.54	72.23
	2	10	0.4	30	5	2.06	20.6	67.79
	3	10	0.4	30	5	2.485	24.85	70.74
T4	1	10	0.4	10	2	3.624	36.24	42.15
	2	10	0.4	10	2	3.243	32.43	45.78
	3	10	0.4	10	2	3.678	36.78	43.18
T5	1	10	0.4	20	2	3.734	37.34	67.67
	2	10	0.4	20	2	3.593	35.93	70.37
	3	10	0.4	20	2	3.945	39.45	69.23

T6	1	10	0.4	30	2	2.967	29.67	62.57
	2	10	0.4	30	2	3.084	30.84	68.47
	3	10	0.4	30	2	2.775	27.75	65.24

Fuente: elaboración propia.

Respecto a los rendimientos de los tratamientos, las tablas 3 y 4 muestran los resultados obtenidos en cada tratamiento, donde se observa que el tratamiento 2 arroja un 37.95% de rendimiento y el tratamiento 5 un 37.57 % en el producto final, ambos tratamientos presentan una media de sus promedios casi similares como se observa en el gráfico 1.

El análisis de varianza realizado, permitió la interacción de los diferentes rendimientos obtenidos en los tratamientos, en la tabla 4 se detallan los estadísticos el cual reporta diferencias estadísticas significativas ($P < 0.05^{**}$) y que las medias de las repeticiones para cada tratamiento son diferentes.

Tabla 3. Análisis de varianza del rendimiento obtenido al final de los tratamientos

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	514.02965	5	102.80593		1.2104E-06	3.10587524
Dentro de los grupos	36.8942	12	3.074516667			
Total	550.92385	17				

Fuente: elaboración propia.

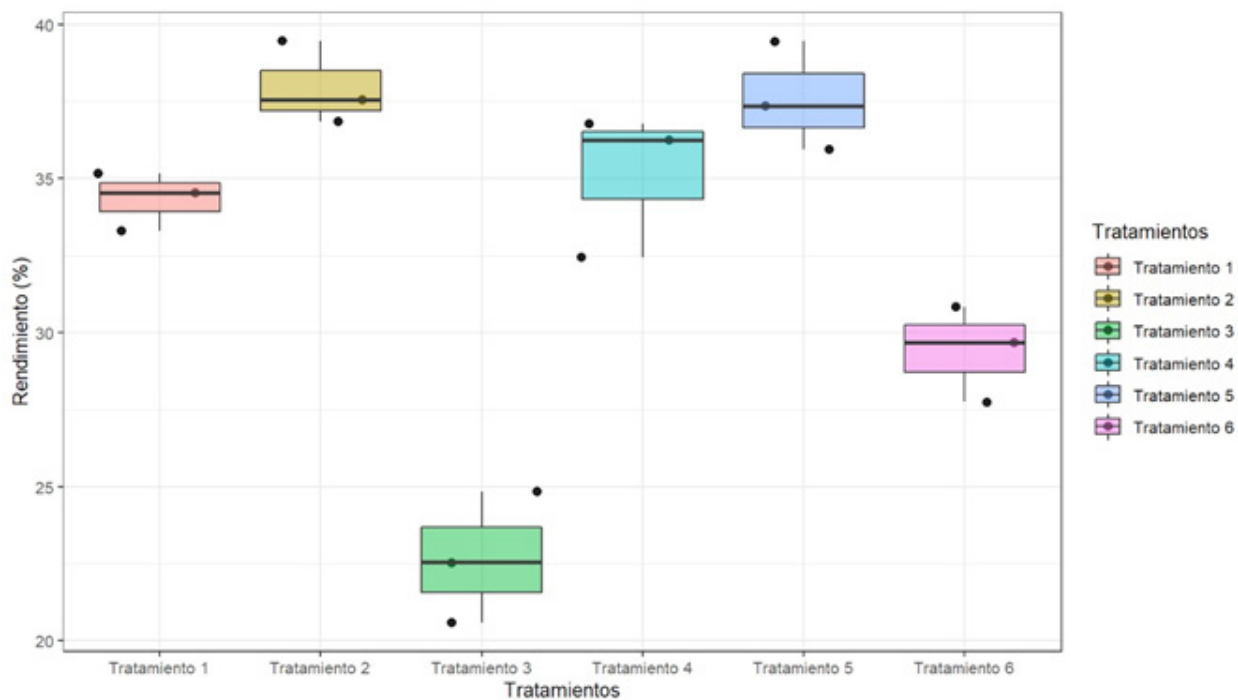


Figura 1. Comparación del rendimiento de cada tratamiento

Fuente: elaboración propia.

Para determinar estadísticamente la diferencia de los rendimientos se aplicó la prueba de Tukey, los resultados de la tabla 4 muestran las diferencias de las medias para cada tratamiento con su intervalo respectivo y los valores

para cada contraste con respecto al porcentaje de rendimiento obtenido, tomando en consideración los tratamientos con mayor rendimiento se contempla el T2 y T5, los cuales presentan un nivel de significancia menor al p-value y como se observa en la tabla, sus medias promedio son estadísticamente similares, por tal razón se pone en consideración estos dos tratamientos como los más eficientes.

Tabla 4 Resultados de la prueba de Tukey aplicado al rendimiento obtenido al final de los tratamientos

Tratamientos	Diferencias de las medias	Intervalo 1	Intervalo 2	P valor
T2 – T1	3.6166667	-1.192198	8.4255315	0.1908364
T3 – T1	-11.6700000	-16.478865	-6.8611352	0.0000358
T4 – T1	0.8166667	-3.992198	5.6255315	0.9912473
T5 – T1	3.2400000	-1.568865	8.0488648	0.2794780
T6 – T1	-4.9133333	-9.722198	-0.1044685	0.0442398
T3 – T2	-15.2866667	-20.095531	-10.4778018	0.0000021
T4 – T2	-2.8000000	-7.608865	2.0088648	0.4175583
T5 – T2	-0.3766667	-5.185531	4.4321982	0.9997782
T6 – T2	-8.5300000	-13.338865	-3.7211352	0.0007258
T4 – T3	12.4866667	7.677802	17.2955315	0.0000178
T5 – T3	14.9100000	10.101135	19.7188648	0.0000027
T6 – T3	6.7566667	1.947802	11.5655315	0.0051076
T5 – T4	2.4233333	-2.385531	7.2321982	0.5603277
T6 – T4	-5.7300000	-10.538865	-0.9211352	0.0168895
T6 – T5	-8.1533333	-12.962198	-3.3444685	0.0010825

Fuente: elaboración propia.

Relacionado con el porcentaje de pureza de celulosa obtenida, los tratamientos presentan una pureza de celulosa superior al 50%, siendo el tratamiento 2 el de mayor con un 74.74 % y el 4 de menor según sus medias.

El análisis de varianza realizado, permitió la interacción de los datos obtenidos en los tratamientos con respecto a la pureza de la celulosa, en la tabla 5 se detallan los estadísticos el cual reporta diferencias estadísticas significativas ($P < 0.05^{**}$) y que las medias de las repeticiones para cada tratamiento son diferentes. En figura 2 se muestra el reporte de estas diferencias.

Tabla 5. Análisis de varianza del porcentaje de pureza de celulosa obtenido al final de los tratamientos

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	1922.753267	5	384.5506533	8.7117197	0.001095492	3.10587524
Dentro de los grupos	529.7011333	12	44.14176111			
Total	2452.4544	17				

Fuente: elaboración propia.

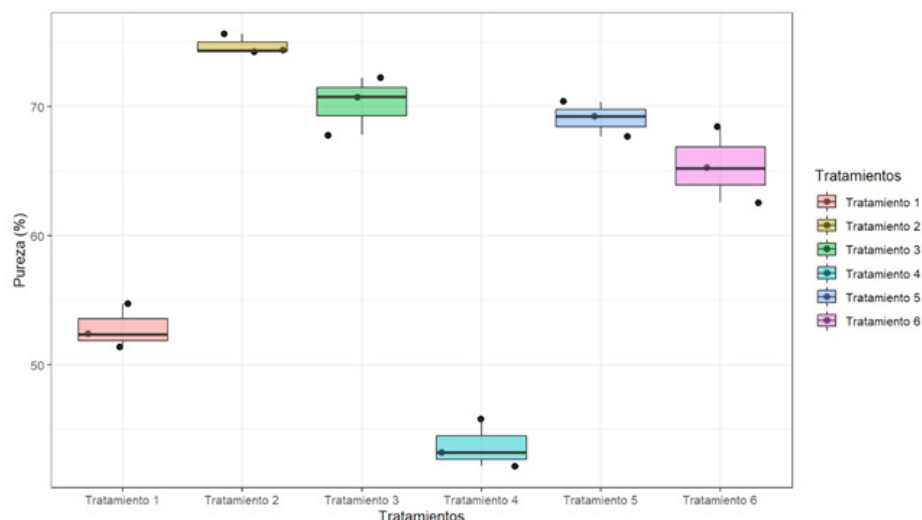


Figura 2. Gráfico comparativo del porcentaje de pureza de cada tratamiento

Fuente: elaboración propia.

El método de comparaciones múltiples (Tukey) aplicado para los resultados del % de pureza de celulosa de cada tratamiento se observa en la tabla 6, permite crear intervalos de confianza para todas las diferencias en parejas entre las medias de cada intervalo, donde se observa un valor significativo del tratamiento T2 con el resto, siendo este en el que se obtiene mayor pureza de celulosa.

Tabla 6. Resultados de la prueba de Tukey aplicado al del porcentaje de pureza de celulosa obtenido al final de los tratamientos

Tratamientos	Diferencias de las medias	Intervalo 1	Intervalo 2	P valor
T2 – T1	21.940000	16.604756	27.2752436	0.0000001
T3 – T1	17.446667	12.111423	22.7819103	0.0000015
T4 – T1	-9.103333	-14.438577	-3.7680897	0.0010240
T5 – T1	16.283333	10.948090	21.6185769	0.0000032
T6 – T1	12.620000	7.284756	17.9552436	0.0000463
T3 – T2	-4.493333	-9.828577	0.8419103	0.1193178
T4 – T2	-31.043333	-36.378577	-25.7080897	0.0000000
T5 – T2	-5.656667	-10.991910	-0.3214231	0.0355803
T6 – T2	-9.320000	-14.655244	-3.9847564	0.0008320
T4 – T3	-26.550000	-31.885244	-21.2147564	0.0000000
T5 – T3	-1.163333	-6.498577	4.1719103	0.9737846
T6 – T3	-4.826667	-10.161910	0.5085769	0.0850050
T5 – T4	25.386667	20.051423	30.7219103	0.0000000
T6 – T4	21.723333	16.388090	27.0585769	0.0000001
T6 – T5	-3.663333	-8.998577	1.6719103	0.2630432

Fuente: elaboración propia.

Luego de la valoración experimental de los tratamientos según su rendimiento y porcentaje de pureza se considera el tratamiento 2 como el más eficiente.

Las propiedades del producto se determinaron de acuerdo a las normas INEN (Instituto Ecuatoriano de Normalización) y en combinación con las normas ANSI (*American Society for Testing and Materials*) y TAPPI (*Technical Association for the Pulp and Paper Industries*), cuyas características son: ceniza 1.8%, pureza de celulosa 74.74%, humedad 4.3%, pH 6.8, insolubilidad en CH₃COOH 20%, NaClO 5%, H₂SO₄ 15%, HCl 10%, etanol 98% y agua.

El tamaño de partícula es de aproximadamente 0.1050 mm al pasar más del 50% por una malla de 140, según (Cordero et al., 2013; Pineda & Navarrete, 2017) el tamaño de la celulosa microcristalina para el comercio debe de tener las siguientes especificaciones: +60 malla < 1.0 % y en malla + 200 < 30 %, estando dentro del rango el producto obtenido en la investigación.

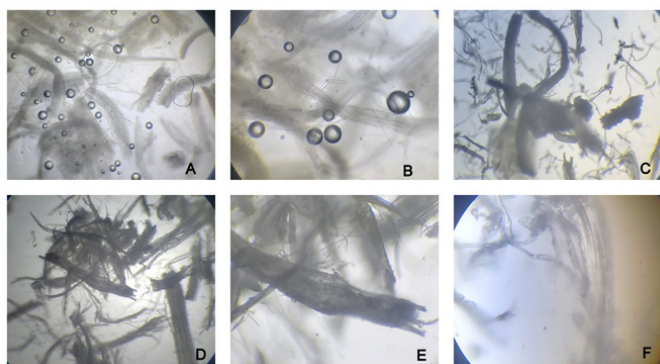


Figura 3. Vista de la celulosa microcristalina desde el microscopio

Nota: A = 4x, B=10x, C y D =40x, E= 80x, F= 100x

Fuente: elaboración propia.

La comparación se llevó a cabo bajo las especificaciones establecidas por el Reglamento (CE) n°1333/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2008, sobre aditivos alimentarios, con respecto a la celulosa microcristalina, esta cumple con parámetros de pH, humedad y solubilidad, lo contrario para los parámetros de pureza y % de cenizas para poder ser grado alimenticio o farmacéutico según las características estipuladas por (Europea, 2008). Dado producto se deja abierto a la posibilidad de estudio en campos industriales diferentes a los ya mencionados.

DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos se corresponden con los que exponen Jaramillo et al. (2014). Según estos autores, la melaza obtenida de la hidrólisis de la sacarosa y el consumo de glucosa y fructosa, muestran un comportamiento

importante, que se evidencia en el declive de los monosacáridos durante la producción de la celulosa. Entre el principio y el final del experimento, el consumo de fructosa para la concentración de 13,3 % se encontró desde 20,59 % hasta concentraciones mínimas de 3,7 % mostrando un máximo descenso entre los 0 y 3 días, y una estabilidad entre los días 7 y 14; no obstante, la concentración de 26,6 % para el tiempo inicial, constaba de 22,39 % de fructosa y el consumo final corresponde a una cantidad de 6,89 %.

El consumo de glucosa fue disminuyendo a medida que transcurrían los tiempos de incubación, comportamiento similar al de fructosa; el mayor descenso se observó en los primeros días de producción, 0 a 3 días, para ambas concentraciones. Para el primer y último día de síntesis con respecto a 13,3 % los valores se encontraron en un rango de 19,23 % a 0,21 %; para 26,6 % los valores de estos mismos días se encontraron entre 20,43 % y 4,32 %. De acuerdo a esto se puede decir que el consumo de glucosa al final del proceso disminuyó en un 90 % con respecto a su concentración inicial.

Del mismo modo el estudio es compatible con el aporte de Caicedo et al. (2011) quienes obtienen que, para alturas superiores de líquido, existirá un volumen no aprovechado, posiblemente limitado por la transferencia de masa, y para inferiores, se reduciría la producción de celulosa por ocupar todo el volumen líquido disponible. Lo anterior se corroboró graficando el espesor relativo de la película húmeda, definido como la relación entre el espesor de la película húmeda y la altura del líquido, contra la relación área/volumen del líquido. Para un valor límite de espesor relativo de película húmeda de 1, donde la altura de la película es igual a la altura del líquido, el área por unidad de volumen es 1,1 cm³, pero el límite práctico obtenido que no afecta el rendimiento de celulosa por unidad de área es de 0,8 crn³, aproximadamente.

CONCLUSIONES

El experimento formativo es entendido como aquel experimento que permite someter la propuesta, integralmente, a validación en la práctica formativa. En la investigación realizada se somete a valoración científica la obtención de celulosa microcristalina mediante la citada forma de experimentación.

La caracterización del pasto elefante (*Pennisetum Purpureum*) se realizó mediante métodos físicos-químicos de acuerdo a las normas del *Technical Association of Pulp and Paper Industry (TAPPI)*, con resultados de: humedad 79.2%, ceniza 13.30%, hemicelulosa 29.75%, lignina 9.53%, celulosa 37.26% y sustancias extraíbles 20.61%

en porcentaje de peso, estos se encuentran dentro de los márgenes del tipo de material vegetal, por el contenido de material lignocelulósico y aspectos biológicos de la especie, como la rápida madurez que alcanza la fibra vegetal en tiempo, es considerado como una fuente para la extracción de pulpa de celulosa.

Las variables y parámetros identificados en la obtención de la celulosa microcristalina en el laboratorio que permitieron un rendimiento del 37.95%, fueron la utilización de hidróxido de sodio al 20%, temperatura de 60°C, tiempo 120 minutos en la hidrólisis alcalina y en el blanqueo de la pulpa, hipoclorito de sodio al 5%, temperatura 25°C por 300 minutos, parámetros controlados para evitar irregularidades en el proceso y producto final.

La celulosa microcristalina obtenida a partir del *Pennisetum Purpureum*, cumple con parámetros de pH, humedad y solubilidad, lo contrario para los parámetros de pureza y % de cenizas para poder ser grado alimenticio o farmacéutico, pero se deja abierta la posibilidad de estudio en campos industriales diferentes a los ya mencionados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aroca Chica, M. J. & Estrada Ramírez, P. E. (2015). *Estudio comparativo de la celulosa obtenida a partir del pseudotallo de banano con la obtenida de bagazo de la caña de azúcar, empleando la misma metodología*. (Bachelor's thesis), Universidad de Guayaquil. Facultad de Ciencias Químicas.
- Bruno, O. A., Castro, H., Comerón, E., Diaz, M., Guaita, S., Gaggiotti, M. & Romero, L. (1995). Técnicas de muestreo y parámetros de calidad de los recursos forrajeros. *Publicación técnica*, (56).
- Caicedo, L. A., Da Franca, F. P. & López, L. (2001). Factores para el escalado del proceso de producción de celulosa por fermentación estática. *Revista Colombiana de Química*, 30(2), 155-162.
- Cardona, E. M., Rios, L. A. & Peña, J. D. (2012). Disponibilidad de variedades de pastos y forrajes como potenciales materiales lignocelulósicos para la producción de bioetanol en Colombia. *Información tecnológica*, 23(6), 87-96.
- Cazco Barba, C. (2017). *Obtención y caracterización de carboximetil celulosa (cmc) a partir de los forrajes pasto elefante (Pennisetum sp) Y KING GRASS (Pennisetum hybridum) para su aplicación en la industria alimentaria*. (Bachelor's thesis), Universidad Nacional de Chimborazo.
- Cleef, E. H. C. B. V., Silva Filho, J. C. D., Neiva Júnior, A. P., Patiño Pardo, R. M., Rêgo, A. C. D. & Gonçalves, J. D. S. (2012). Chemical composition and fermentation characteristics of elephant grass silage with biodiesel industry co-products. *Ciencia Rural*, 42, 718-723.
- Cordero Fernández, D., García-García, L., Bordallo-López, E. & Dopico-Ramírez, D. (2013). Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar. *ICIDCA : Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 47(1), 57-63.
- Europea, U. (2008). Reglamento (CE) no 1333/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2008, sobre aditivos alimentarios. Diario oficial de la Unión Europea, 31, 16-33.
- Jaramillo, R. D., Perna, O., Ríos, L. E. & Escobar, J. (2014). Efecto de la melaza de caña tratada con ácido sulfúrico en la producción de celulosa por *Gluconacetobacter xylinus* IFO 13693. *Revista Colombiana de Química*, 43(2), 25-31.
- Locane, J. J. (2016). Fundamentos. Miradas locales en tiempos globales: intervenciones literarias sobre la ciudad latinoamericana. *Miradas locales en tiempos globales*, 1-368.
- Market, Cellulose Powder (2018). *Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends and Forecast. 2018 – 2025*.
- Market, Microcrystalline Cellulose (MCC) (2018). *Source Type and Application: Global Opportunity Analysis and Industry Forecast 2018 – 2025*.
- Maurat D. E. C. (2014). Aprovechamiento de los Residuos Agrícolas provenientes del cultivo de Banano para obtener Nanocelulosa. *J. Chem. Inf. Model*, 77.
- Odor Chávez, A. (2008). *Tintas Ferrogálicas: su composición y principales mecanismos de transformación*. Ediciones UC.
- Ortiz, W. G. C. (2011). Materiales lignocelulósicos como fuente de biocombustibles y productos químicos. *TecnoESUFA: Revista de tecnología aeronáutica*, 16, 41-46.
- Pineda Burgos, A. & Navarrete Rivadeneira, J. (2017). *Obtención de celulosa micro cristalina a partir de la fibra de estopa de coco*. (Bachelor's thesis), Universidad de Guayaquil.

- Rodríguez Valiente, I. (2016). Pretratamiento de hidrólisis hidrotérmica para la degradación de los carbohidratos complejos de residuos de frutas para la obtención de bioetanol. [*Tesis de maestría*] Universidad de Oviedo. <https://digibuo.uniovi.es/dspace/handle/10651/39252?locale-attribute=es>
- Rodríguez, L. (2011). Conservación de los recursos naturales para una Agricultura sostenible Materia orgánica y actividad biológica. Qué es y qué hace. <https://www.ucm.es/data/cont/media/www/pag-104576/1.%20Materia%20org%C3%A1nica%20y%20actividad%20biol%C3%B3gica.pdf>
- Romero, P., Marfisi, Sh., Oliveros, P., Rojas B. & Peña G. (2014) Obtención de celulosa microcristalina a partir de desechos agrícolas del Cambur (Musa Sapientum). Síntesis de celulosa microcristalina. Revista Iberoamericana de Polímeros. 15(6) 286-300. <https://reviberpol.files.wordpress.com/2019/07/2014-romero.pdf>
- Schneider, L. S., Daher, R. F., Gravina, G. A., Machado, J. C., Menezes, B. R., Sousa, L. B., ... & Rodríguez, E. B. (2016). Forage production stability of elephant grass (*Pennisetum purpureum*) genotypes in Campos Dos Goytacazes, RJ, Brazil. *Agrociencia*, 50(6), 693-700.
- Segura, F., Echeverri, R. & Mejía, A. (2008). Deslignificación selectiva del pasto *pennisetum purpureum* x *pennisetum typhoides* usando basidiomicetos ligninolíticos. *Vitae*, 15(1), 41-50.