

## Extracción y caracterización de fibras de celulosa de residuo de piña con uso potencial en la industria del papel

Maria Camila Quintero Quintana <sup>1</sup>, Alba N. Ardila A. <sup>1,\*</sup>, Erasmo Arriola-Villaseñor <sup>1</sup>, Eduart A. Gutiérrez-Pineda <sup>2</sup>, Cristian C. Villa <sup>3</sup>

<sup>1</sup> Grupo de Investigación en Catálisis Ambiental y Energías Renovables (CAMER), Facultad de Ciencias Básicas Sociales y Humanas, Politécnico Colombiano Jaime Isaza Cadavid, Medellín, Colombia.

<sup>2</sup> Laboratorio de investigación y Desarrollo Agroalimentario (LIDA), UNAD Universidad Nacional Abierta y a Distancia - Sede José Celestino Mutis, Bogotá, Colombia

<sup>3</sup> Programa de Química, Facultad de Ciencias Básicas y Tecnologías, Universidad del Quindío. Carrera 15 calle 12n, Armenia, Quindío.

\* Autor de correspondencia: [anardila@elpoli.edu.co](mailto:anardila@elpoli.edu.co)

**Desarrollo Sustentable** (Gestión y Aprovechamiento de Residuos Sólidos). **Ponencia Virtual.**

Recibido: 16 de junio de 2023

Aceptado: 5 de septiembre de 2023

Publicado: 23 de noviembre de 2023

**Resumen:** la conciencia ambiental y el agotamiento de los recursos madereros son factores vitales que motivan a varios investigadores a explorar el potencial de los cultivos agrícolas como una fuente alternativa de material de fibra en las industrias de papel. Mundialmente se han producido más de veintisiete mil millones de toneladas de piñas en el 2020. Sin embargo, las prácticas actuales para el manejo de los cerca de 76 millones de toneladas de residuos lignocelulósicos ponen en alto riesgo la sostenibilidad de la piñicultura. En este trabajo, se extrajeron y caracterizaron fibras de las hojas de la piña del cultivo del Chocó para analizar su potencial como insumo de la industria papelera en Colombia. Para esto, se evaluaron diferentes condiciones mecánico-químicas para la extracción de fibras de celulosa y se caracterizaron por espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (XRD), microscopia electrónica de barrido (SEM), análisis termogravimétrico (TG) y composición química. Los resultados de XRD mostraron que el alomorfo de celulosa-I no fue alterado durante la extracción, y que el mayor número de picos de celulosa amorfa se obtuvieron con FB3M. Los resultados TGA revelaron que la estabilidad térmica aumentó para la celulosa aislada, y la degradación máxima se dio entre 200-400°C. Los resultados de la composición química mostraron una disminución en el contenido de hemicelulosa y lignina principalmente. SEM reveló cambios en la estructura morfológica, obteniendo fibras entre 2.93 – 6.46 µm. Las muestras fueron comparadas respecto a las fibras de celulosa empleadas por la empresa Kimberly Clark. El tratamiento FB3M es la mejor alternativa para la extracción de fibras y su aplicación en diferentes procesos industria papelera, con alto potencial en la fabricación de papel tisú.

**Palabras clave:** residuos de piña<sup>1</sup>; fibras de celulosa<sup>2</sup>; industria papelera<sup>3</sup>.

## Extraction and characterization of cellulose fibers from pineapple waste with potential use in the paper industry

**Abstract:** environmental awareness and the depletion of wood resources are vital factors motivating several researchers to explore the potential of agricultural crops as an alternative source of fiber material in the paper industries. Globally, more than 27 billion tons of pineapples have been produced by 2020. However, current practices for the management of about 76 million tons of lignocellulosic waste put the sustainability of pineapple farming at high risk. In this work, fibers were extracted and characterized from the pineapple leaves of the Chocó crop to analyze its potential as an input for the paper industry in Colombia. For this, different mechanical-chemical conditions were evaluated for the extraction of cellulose fibers and were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TG) and chemical composition. The XRD results showed that the cellulose-I allomorph was not altered during extraction, and that the best crystalline index was obtained by FB3M. The TGA results revealed that thermal stability increased for isolated cellulose, and maximum degradation occurred between 200-400°C. Chemical composition results showed a decrease in the content of hemicellulose, lignin mainly. SEM revealed changes in morphological structure, obtaining fibers between 2.93 - 6.46 µm. The samples were compared with the cellulose fibres used by Kimberly Clark. FB3M treatment is the best alternative for the extraction of fibers and its application in different processes paper industry, with high potential in the manufacture of tissue paper.

**Keywords:** pineapple waste<sup>1</sup>; cellulose fibers<sup>2</sup>; paper industry<sup>3</sup>.

### Introducción

En Colombia, el cultivo y explotación comercial de productos autóctonos como las frutas tropicales, que en general son de fácil y rápido crecimiento y cuya producción se puede llevar a cabo durante todos los meses del año gracias a la ubicación geográfica del país, ha evidenciado a lo largo de los años la falta de soluciones innovadoras que permitan

valorizar los subproductos derivados de estas actividades y disminuir los impactos ambientales negativos causados por su incorrecta disposición final (Asociación hortifrutícola de Colombia.,2017). Para el año 2018 se estimaba que en Colombia habían alrededor de 32.700 hectáreas de piña sembradas, con una producción de 1.058.109 toneladas, siendo los departamentos de Santander, Meta y Valle del Cauca los que concentraron la mayor producción de esta fruta (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural., 2019). Del total de piña producida en el país, el 49% se destina para su consumo en fresco, el 2% se exporta y el resto es procesado por la industria nacional para obtener productos derivados como dulces, mermeladas, aderezos, entre otros, que se comercializan principalmente en los mercados locales (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural.,2018).

En el departamento del Chocó, la producción de piña se realiza a pequeña escala, en fincas entre 1 y 5 hectáreas (Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R., 2020). Aun así, el área total de piña sembrada tuvo un aumento significativo en los últimos años, pasando de 516 hectáreas en 2016 a 838 hectáreas en 2018, con una producción media de 6.397 toneladas de esta fruta (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural., 2019). No obstante, debido a la falta de condiciones técnicas apropiadas para la cosecha de la piña, aunado al contexto geográfico, social y cultural específico de la región, cerca del 50% de la producción se convierte en residuos que habitualmente se desechan sin obtener ningún producto de valor agregado (Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R., 2020). En consecuencia, el aumento de la producción de piña en el Chocó está vinculado a la generación masiva de residuos, los cuales suelen terminar en botaderos a cielo abierto o en fuentes hídricas, ocasionando graves problemas ambientales por las demandas químicas y biológicas de oxígeno que estos tienen y a la vez, pérdidas económicas importantes para los campesinos (Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R., 2020). Por esta razón, se hace necesario explorar la posibilidad de dar valor a dichos residuos, con el fin de diversificar sus usos y hacer de la piña un producto sostenible, tanto ambiental como económicamente en esta región del país. Las fibras de la planta de piña están compuestas principalmente de celulosa, hemicelulosa y lignina, y en menores cantidades de cera, cenizas, entre otros; lo que ha generado un interés cada vez mayor por este residuo agrícola para la extracción de fibras de celulosa (Tanpichai, S., & Witayakran, S.,2018)( Laftah, W. A., & Abdul Rahman, W. A. W., 2016). Estas fibras presentan numerosas aplicaciones, tales como fabricación de papel, cosméticos, pinturas, recubrimientos, en la industria alimentaria y textil, y como refuerzo en matrices compuestas (Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G., 2018). Sin embargo, las propiedades químicas y físicas de los desechos de la piña difieren según la parte de la planta que se utilice, ya sea la cáscara, la corona o las hojas; al igual que pueden variar por el método de cultivo, la especie, las condiciones climáticas y agrícolas, las regiones geográficas y su edad o crecimiento (Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H., 2021).

Recientemente, varios estudios han investigado el uso de estos desechos para la producción de fibras de celulosa. Por ejemplo, Faria et al. (Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., & Silva, J. L., 2020) las obtuvieron a partir de la corona de las piñas, mediante un procedimiento químico en el que fueron trituradas, y luego tratadas con NaOH al 5% m/v, blanqueadas con una solución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 24% v/v y NaOH al 4% m/m, finalizando con una hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (30, 40 y 60% m/m). Los tratamientos fueron efectivos en la reducción de lignina y hemicelulosa, siendo el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 40% el que presentó los mejores resultados, con un ancho promedio de 10.38 nm. Por otra parte, Investigadores en India (Ravindran, L., Sreekala, M. S., & Thomas, S., 2019) reportaron la extracción de nanofibras de celulosa usando las hojas del cultivo de piña. Realizaron un tratamiento alcalino con NaOH al 2% v/v, blanqueamiento con una solución tampón y NaClO<sub>2</sub> acuoso al 1.7% m/m, seguido de hidrólisis ácida, usando jugo de limón como fuente de ácido cítrico, y finalizando con una reducción de tamaño por medio de un molino de bolas planetario. Según los resultados, los diámetros de las fibras obtenidas variaron entre 30-85 nm.

Asimismo, Mahardika et al. (Mahardika, M., Abral, H., Kasim, A., Arief, S., & Asrofi, M., 2018) también obtuvieron nanocelulosa a partir de las hojas del cultivo de piña de fuentes locales en Malasia, mediante un procedimiento que incluyó tratamiento alcalino con NaOH al 25% v/v, blanqueamiento con una solución de NaClO<sub>2</sub> y CH<sub>3</sub>COOH (4:1) e hidrólisis ácida con ácido clorhídrico 3.5 M para eliminar lignina, hemicelulosa y sustancias extractivas, seguida de una homogeneización de alta fricción y el uso de ultrasonificación para aislar las fibras de celulosa. Los análisis posteriores mostraron que se lograron producir nanofibras con diámetros entre 40 y 70 nm y un aumento de la estabilidad térmica con temperaturas de degradación alrededor de 320 °C. Los antecedentes expuestos tienen en común la implementación de un procedimiento mecánico-químico que en general incluye un tratamiento alcalino, blanqueamiento e hidrólisis ácida para eliminar parte de la lignina y demás componentes, aumentando la accesibilidad a la celulosa, seguido del uso de equipos mecánicos para obtener las fibras de celulosa. Entre las ventajas de este

procedimiento se encuentran el uso de reactivos más económicos, baja temperatura y presión de trabajo, y el uso de equipos más simples; condiciones deseables para una posible aplicación industrial (Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., & Silva, J. L., 2020). Ahora bien, en Colombia se han realizado algunas investigaciones para el aprovechamiento de los desechos de la piña en diferentes regiones del país (Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R., 2020) (Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R., 2020)(Ramírez Alfonso, S. M., & Nieto Reyes, M. C., 2017)( Mat Nayan, N., Abd Razak, S., Wan Abdul Rahman, W. A., & Abd Majid, R., 2013), pero ninguno se ha dirigido hacia el uso de las hojas de piña del Chocó. Así, este trabajo se enfocará en la extracción de fibras de celulosa a partir de las hojas del cultivo de piña del Chocó evaluando diferentes condiciones de extracción, con el fin de establecer los mejores resultados para la obtención de fibras como refuerzo en la fabricación de productos de la industria papelera, y así aportar un nuevo enfoque para la reutilización de este residuo agrícola en la región y el país.

## Materiales y Métodos

### Recolección y acondicionamiento de la materia prima

Las hojas de piña fueron recolectadas de frutos de la especie *Ananas Comosus* en estado maduro provenientes de las plantaciones de Tutunendo, corregimiento de Quibdó en el departamento del Chocó. Dichas piñas no tenían ningún problema de plaga, sin embargo, no cumplían con los estándares establecidos para su comercialización y principalmente para su exportación. Las hojas de piña fueron lavadas con agua desionizada, fraccionadas manualmente, y secadas al sol durante 3 días eliminado gran porcentaje (80%) de la humedad al material, después se molieron en un molino de cuchillas (SML SG-230F) hasta obtener un polvo homogéneo. El material molido se almacenó en bolsas plásticas para su posterior tratamiento y/o análisis fisicoquímico.

### Extracción de las fibras por diferentes tratamientos

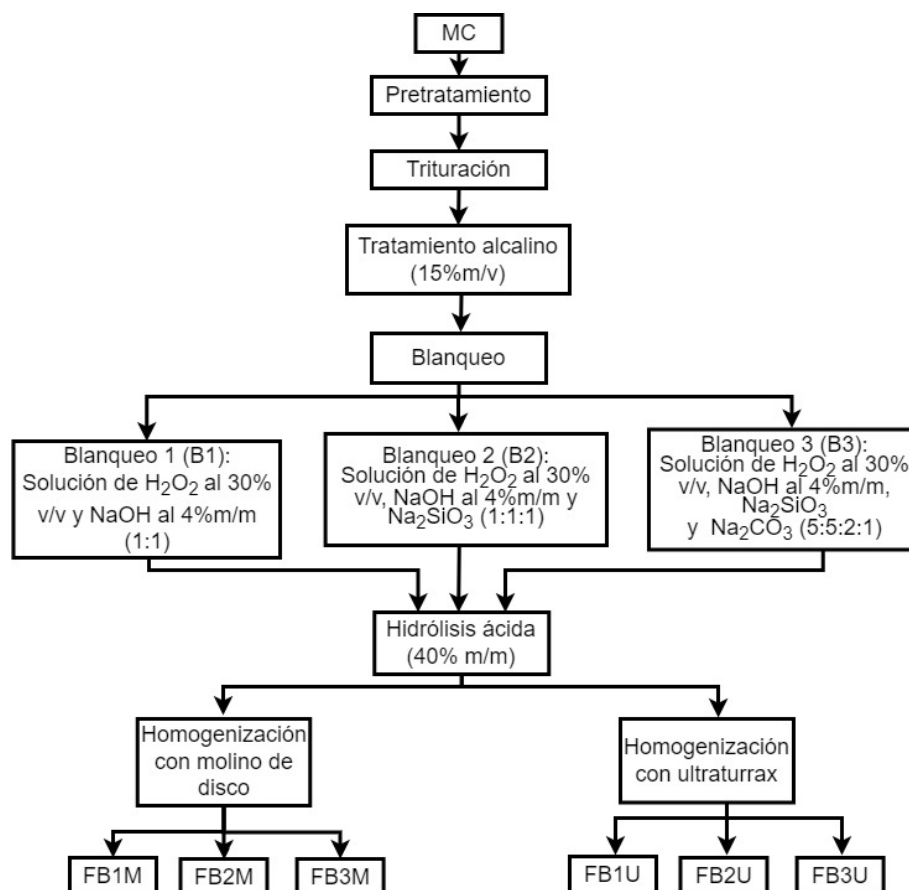


Figura 1. Etapas para la extracción de fibras de celulosa de las hojas de piña.

Para la extracción de las fibras, la biomasa seca molida se sometió a mercerización con NaOH al 4% m/m bajo agitación en ultra-turrax (Heidolp RZR2021) (proporción biomasa/solución de NaOH igual a 1:10 m/v, grado comercial) a temperatura ambiente, 550 rpm por 2 horas. Posteriormente, las fibras extraídas se sometieron a diferentes procesos de blanqueamiento (Figura 1) de acuerdo con datos reportados en la literatura (Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., & Silva, J. L., 2020) (Mahardika, M., Abrial, H., Kasim, A., Arief, S., & Asrofi, M., 2018). Seguidamente, se llevó a cabo la hidrólisis ácida con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 40% m/m (proporción fibra/solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> igual a 1:2 m/v, grado reactivo) a 50 °C y 200 rpm por 2 horas usando el mismo ultraturrax. Finalmente, para la homogeneización y aislamiento de las fibras se usaron dos sistemas mecánicos (mezclador Hamilton Beach HMD 200-CE y molino de disco Corona) como se muestra en la Figura 1. Para la mezcladora se preparó una suspensión 1:1 m/v (fibra/agua) y se homogeneizó a 16.600 rpm durante 30 minutos. Una vez finalizado cada proceso, las fibras fueron lavadas (agua destilada) y filtradas por gravedad hasta que el decantado alcanzó un pH neutro.

Con fin de realizar comparaciones con algunas fibras comerciales utilizadas por la empresa Kimberly Clark, también se realizó la caracterización de dos tipos de fibras (FKEU y FKPN) suministradas por dicha empresa. En la Tabla 1, se indica el código para las fibras evaluadas de acuerdo con los diferentes procedimientos fisicoquímicos y mecánicos aplicados.

Tabla 1. Códigos de las fibras obtenidas por diferentes procedimientos.

Código	Procedimiento
MC	Biomasa, seca y molida.
FB1U	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-ultra-turrax.
FB1M	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-molino de disco.
FB2U	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> -ultra-turrax.
FB2M	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> -molino-disco.
FB3U	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> -Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -ultra-turrax.
FB3M	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH-Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> -Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -molino-disco.
FKEU	Kimberly Fibra corta-Eucalipto
FKPN	Kimberly Fibra larga-Pino

### Caracterización fisicoquímica

Las fibras se caracterizaron determinando su porcentaje de humedad, tomando 5 gramos de muestra y se pusieron a secar en una estufa (60°C, 24 horas, Heraeus), y se llevó hasta peso constante. Además, se determinó el contenido de cenizas empleando la norma de La Asociación Técnica de la Industria del Papel y la Pulpa, TAPPI T-211.

Posterior a esto se determinó la composición química de las fibras, inicialmente se calculó la cantidad de extraíbles, tanto en agua como en alcohol, para esto se tomaron 10 g de muestra y se llevaron a un montaje Soxhlet el cual tenía como solvente agua destilada, terminada la extracción, los sólidos fueron extraídos y se secaron en el horno hasta peso constante; para los extraíbles en alcohol, el solvente utilizado fue alcohol etílico (95% grado USP). La lignina se determinó a partir de 300 mg de muestra libre de extraíbles, se agregaron 3 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (72%, grado reactivo), se mezcló durante 1 min y se llevó a incubación (1 horas), después se diluyó el ácido (4%) y se llevó a una autoclave (121°C, 1 hora, LABEQUIM) y se filtró al vacío. El sólido se secó (105°C, 4 horas) y se calcinó con una rampa de temperatura (hasta 575 °C, especificación mufla); se dejó enfriar, se pesó y se cuantificó la lignina.

La cuantificación de holocelulosa se realizó tomando 2 g de muestra (libre de extraíbles), 150 ml agua destilada, 1g de clorito de sodio y 0,2 ml de ácido acético glacial; se llevó a un baño maría (75-85°C), cada hora se agregó 0,2 ml de ácido acético glacial frío y 1 g de clorito de sodio durante 5 horas. Después se llevó a un baño de hielo (10°C), se filtró el contenido en un sistema al vacío y el precipitado se dejó secar (105°C, hasta peso constante). Así mismo, para la determinación de celulosa, se tomó 1g de fibra (obtenida en holocelulosa), se le agregaron 10 ml de NaOH (17,5% grado analítico), se agitó y se dejó reposar durante 5 minutos, luego, fueron añadidos 5 ml más de NaOH, se agitó y se dejó reposar por 30 minutos. Posteriormente, se agregaron 30 ml de agua destilada, se agitó y se dejó reposar por 1 hora. A continuación, se llevó a filtración al vacío y se lavó con una solución de NaOH (8%), además, se agregaron 15 ml de ácido acético (10%v/v), sin aplicar vacío, y se dejó reposar durante 3 min, después se lavó con agua destilada aplicando

vacío y finalmente el precipitado se llevó a secar a la estufa (65°C) hasta peso constante. Finalmente, la hemicelulosa se cuantificó por la diferencia entre celulosa y holocelulosa.

El análisis morfológico de las fibras se realizó por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM - Phenom G2 Pro), para lo cual las muestras fueron pre-tratadas en una revestidora que permitió extender una película de paladio y oro sobre su superficie para mejorar su visibilidad, y el vehículo utilizado fue Argón. Se tomaron micrografías a 260µm, 130µm, 60 µm y 20 µm. Para observar los cambios en las bandas de los diferentes grupos funcionales superficiales a lo largo de los diferentes tratamientos, se realizó el análisis por espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier por Reflectancia Total Atenuada (ATR-FTIR), usando un espectrofotómetro IR Shimadzu IRAffinity-1S. Las lecturas se realizaron en un rango de número de onda entre 800 a 4000 cm<sup>-1</sup>. Adicionalmente, se caracterizaron algunas fibras por difracción de rayos X en un difractómetro de Rayos X (DRX) Malvern-PANalytical Modelo Empyeen 2012, con fuente de Cu ( $\lambda=1.541874$ ) a 45kV y 40mA con un paso de 0.05° y un tiempo por paso de 52s. Además, se realizaron análisis termogravimétricos empleando un equipo TGA Instruments Q600, el análisis se realizó bajo el siguiente programa de calentamiento: equilibrio a 30°C con nitrógeno gaseoso, posteriormente un calentamiento hasta 120 °C bajo atmosfera del mismo gas con una rampa de calentamiento de 40°C/min, se obtuvo una primera isoterma por 12 min y seguidamente se calentó hasta 800 °C con una rampa de 40 °C/min, se obtuvo una segunda isoterma por 10 min, finalmente usando aire se obtuvo la tercera isoterma por 15 min. Finalmente, el rendimiento de la producción de fibra se calculó a partir de la cantidad inicial de biomasa procesada con respecto a la cantidad de fibra final obtenida.

## Resultados y Discusión

### *Composición química*

Los resultados de la Tabla 2 muestran la composición química principal de la materia prima y las fibras obtenidas. Las hojas del cultivo de piña (MC) presentan 56.9% de celulosa, 13.3% de hemicelulosa, y 12.2% de lignina. Melbi Mahardika (2018) reportó mayor contenido de celulosa (65%) y contenido de lignina (15.9%), y un contenido similar de hemicelulosa (13.9%). Sin embargo, el contenido del componente de la piña puede variar en función de las regiones geográficas, la variedad, la temporada, el período de madurez y la especie de cultivo de la piña (Laftah, W. A., & Abdul Rahman, W. A. W., 2016). Después de los tratamientos, el contenido de celulosa y hemicelulosa aumentó, mientras que la cantidad de lignina disminuyó. El contenido final de celulosa obtenido en cada tratamiento implementado muestra resultados similares a los encontrados por Melbi Mahardika (2018) el cual obtuvo 76.4% de celulosa en la fibra final. Lo anterior indica que en todos los tratamientos propuestos se logró la ruptura de los enlaces hemicelulosa-lignina, permitiendo obtener gran porcentaje de celulosa, no obstante, el método que menor eficacia presentó fue el B2, obteniendo fibras con porcentajes de celulosa, entre 43% y 49%, esto probablemente se deba a que el silicato de sodio es empleado para estabilizar la reacción del NaOH con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (blanqueo 1) la cual se puede dar muy rápida, donde se puede presentar fácilmente la degradación de las fibras; no obstante, el estabilizar la reacción requerirá un mayor tiempo de contacto de las fibras con la solución blanqueador, para garantizar la descomposición completa del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; de igual manera, en el B3 se emplea las mismas sustancias del B2 pero también se le agregó NaCO<sub>3</sub> el cual también es empleado como estabilizador pero que además favorece el blanqueo de las fibras celulósicas (Laftah, W. A., & Abdul Rahaman, W. A. W., 2015). Es por esto que se considera que el rendimiento pudo estar relacionado con el poco tiempo que se dejó reaccionando la etapa de blanqueo 2. Así mismo se puede observar que las fibras obtenidas del proceso de B1 y B3 presentan menos porcentaje de celulosa (entre 18% y el 21%) que las fibras empleadas por Kimberly-Clark, esto se debe a que estas fibras son extraídas de pino y eucalipto, en los cuales su estructura favorece la extracción, mientras que la estructura de las hojas de piña presenta mayor incrustamiento en la matriz de hemicelulosas/lignina lo que impide la ruptura de la pared celular dificultando el acceso a la celulosa (Tanpichai, S., & Witayakran, S., 2016). Añadido a esto se considera que la hemicelulosa, no logró de forma satisfactoria su transición de celulosa 1 a celulosa 2, que es la estructura cristalina de la celulosa más estable termodinámicamente, esto se respalda con el porcentaje de hemicelulosa encontrado para las muestras tratadas, el cuál es significativamente alto respecto a las muestras de Kimberly Clark (Tanpichai, S., & Witayakran, S., 2016). De esta manera, las fibras que mayor eficacia presentaron fueron las obtenidas en FB3M con un porcentaje de celulosa de 59.74%.

Tabla 2. Composición química principal antes y después del tratamiento.

Código	Cenizas (%)	Sólidos (%)	Humedad (%)	Extraíbles (%)			Carbohidratos (%)		
				Agua	Etanol	Lignina	Holocelulosa	Hemicelulosa	Celulosa
MC	6,94	88.76	11.24	30.44	10.03	12.2	70.24	13.30	56.94
FB1U	0,99	91.95	8.05	4.17	3.96	0	89.59	34.21	55.38
FB1M	0,234	92.55	7.45	3.29	6.55	0	89.82	34.08	55.75
FB2U	13,78	92.35	7.65	3.29	3.96	0	88.58	38.65	49.93
FB2M	12,73	92.97	7.93	2.94	8.65	0	88.25	44.52	43.73
FB3U	0,66	92.62	7.38	1.37	7.18	0	89.75	37.31	52.44
FB3M	0,65	91.75	8.25	2.77	6.34	0	89.59	29.85	59.74
FKEU	0,22	89.78	10.22	2.04	7.21	0	84.91	7.39	77.52
FKPN	0,73	91.33	8.67	2.58	4.94	0	86.57	9.42	77.15

La tabla 3 proporciona una visión general de los rendimientos obtenidos en base húmeda y en base seca. Los bajos rendimientos se le atribuyen principalmente a que la materia prima empleada tiene un alto porcentaje de agua (80.96%), lo cual disminuyó de forma significativa la cantidad de muestra inicial para los procesos de extracción de celulosa, por este motivo se puede evidenciar que el rendimiento en base seca aumenta aproximadamente 7 veces que en base húmeda. De igual forma se debe tener en cuenta que del material restante el 6% corresponde a cenizas y aproximadamente el 25% corresponde a material indeseado (lignina y hemicelulosa). Como se puede observar, los rendimientos obtenidos dependieron únicamente del método de blanqueo aplicado, ya que las muestras pertenecientes al mismo blanqueo obtuvieron igual % de rendimiento, es por esto que podemos inferir que la segunda variable modificada, el método de homogenización, no afectan el rendimiento de la obtención de la fibra. El método de blanqueo 2 y 3 fueron los que menor rendimiento presentaron, esto puede estar relacionado con los reactivos empleados, dado que pudieron cambiar las condiciones de reacción como la temperatura, pH generando una posible degradación de las fibras en la solución (Laftah, W. A., & Abdul Rahaman, W. A. W., 2015).

Tabla 3. Rendimientos globales obtenidos en base húmeda y en base seca.

Código	%Rendimiento en base húmeda	%Rendimiento en base seca
FB1M	1.800	11.721
FB1U	1.800	11.721
FB2M	1.451	9.450
FB2U	1.451	9.450
FB3M	1.687	10.984
FB3U	1.687	10.984

### *Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier*

La Figura 2 presenta los espectros FTIR para todas las muestras estudiadas. El pico presente en 1200–1300  $\text{cm}^{-1}$ , es característico de la vibración del anillo aromático de la lignina (Mahardika, M., Abral, H., Kasim, A., Arief, S., & Asrofi, M., 2018) (Karmakar, S. R., 1999) y el pico en 1740  $\text{cm}^{-1}$ , corresponde al grupo COOH, estiramiento de los ácidos ferúlicos y p-Coumaric en lignina (Karmakar, S. R., 1999). De estos picos, el primero tiende a desaparecer en las fibras con tratamiento químico y mecánico, esto se debe a la eliminación de la lignina durante la mercerización y el blanqueo, mientras que el segundo permanece en todas las muestras, incluidas las de referencia. Por otra parte, se observa un patrón similar para todas las muestras entre 900-1300  $\text{cm}^{-1}$ , no se observa aparición/desaparición de bandas, además, se puede observar un aumento en la intensidad del grupo polisacárido en las muestras FB2U, sin embargo, las fibras obtenidas por el método de blanqueo 3, presentan la mayor similitud respecto a las fibras de referencia. El pico de absorción de agua del grupo OH alrededor del número de onda 1640  $\text{cm}^{-1}$  aparece en todas las muestras como se

esperaba de otros estudios (Mat Nayan, N., Abd Razak, S., Wan Abdul Rahman, W. A., & Abd Majid, R., 2013) (Tanpichai, S., & Witayakran, S., 2016). Todas las muestras revelan picos en números de onda de alrededor de  $2900\text{ cm}^{-1}$  debido a la vibración de estiramiento en el grupo CH y  $\text{CH}_2$ . Como se puede observar, los perfiles de los IR son muy similares para la mayoría de las fibras, excepto para para FB1U, FB1M y FB3M que tienen un pico adicional en  $2350$  aproximadamente. Debido a lo anterior, las fibras que presentan más similitud respecto a las fibras de referencia son FB2U, FB2M, y FB3U, destacando este estas tres FB3U.

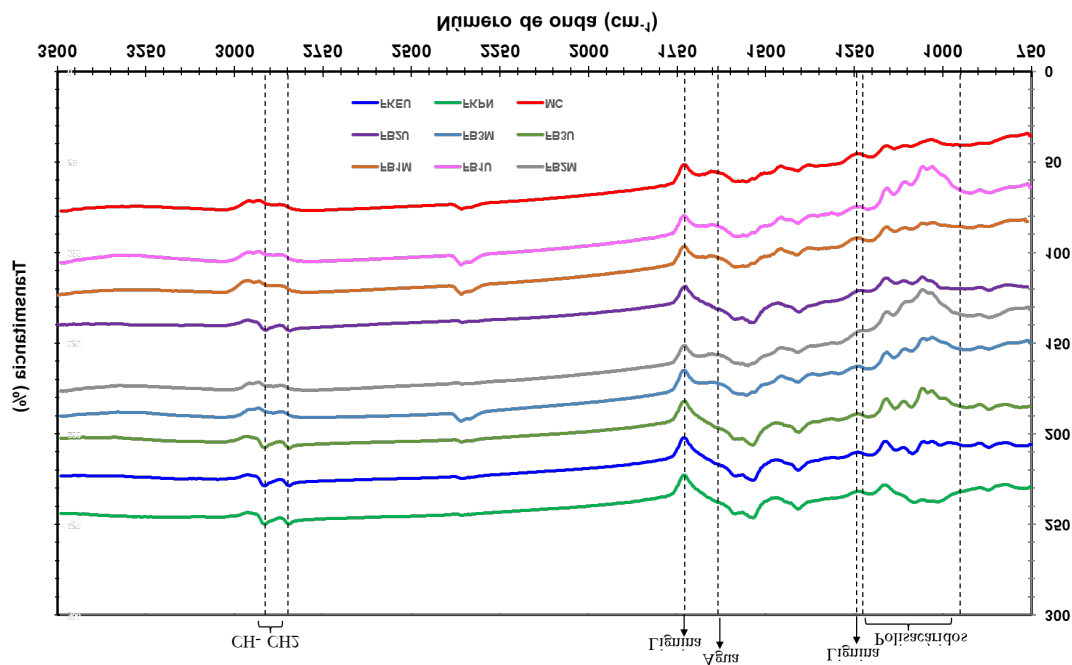


Figura 2. DRIFT para la hoja del cultivo de piña y las fibras obtenidas después de cada tratamiento.

### Microscopía Electrónica de Barrido

La Figura 3 muestra imágenes SEM de las diferentes fibras una vez finalizados los tratamientos. La Figura 3a y 3b son imágenes de las hojas de piñas, las cuales muestran una superficie rugosa e irregular, las fibras están unidas entre sí debido a la presencia de componentes de lignina y hemicelulosa. En las figuras 3c a 3r, se pueden observar las fibras obtenidas con los diferentes tratamientos, las cuales tienen apariencia lisa y diferencias en la morfología. La distribución del diámetro de las fibras tratadas se encuentra en un rango entre  $2.93 - 6.46\ \mu\text{m}$  (Figura 4), resultados similares a los obtenidos en otros estudios (Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H., 2021) (Mahardika, M., Abrial, H., Kasim, A., Arief, S., & Asrofi, M., 2018); esto demuestra que los tratamientos propuestos son métodos viables para obtener microfibras a partir de las hojas de piña. Así mismo se puede evidenciar que no hay una diferencia significativa entre el método de homogenización por molido de discos y ultraturrax, dado que presentan alta similitud en la dispersión en el tamaño de diámetros obtenidos.

Las fibras de Kimberly Clark presentan fibras con diámetros entre  $9.98-14.67$  y  $11.15-16.43$  para la muestra de eucalipto y el pino, respectivamente. Esto indica que las fibras obtenidas a partir de las hojas de piña presentan un valor reducido respecto a las implementadas en Kimberly, sin embargo, estudios previos han aplicado fibras con diámetros inferiores a  $10\ \mu\text{m}$  para la fabricación de papel Kraft (Laftah, W. A., & Abdul Rahaman, W. A. W., 2015) y diámetros entre  $3 - 4.5\ \mu\text{m}$  para productos adsorbentes (Fareez, I. M., Ibrahim, N. A., Wan Yaacob, W. M. H., Mamat Razali, N. A., Jasni, A. H., & Abdul Aziz, F., 2018) considerando de este modo que las fibras obtenidas son viables para su aplicación en la industria papelera, específicamente en la fabricación de papel tisú, lo cual favorece propiedades del papel como capacidad de absorción, suavidad y retención de humedad, entre otros.

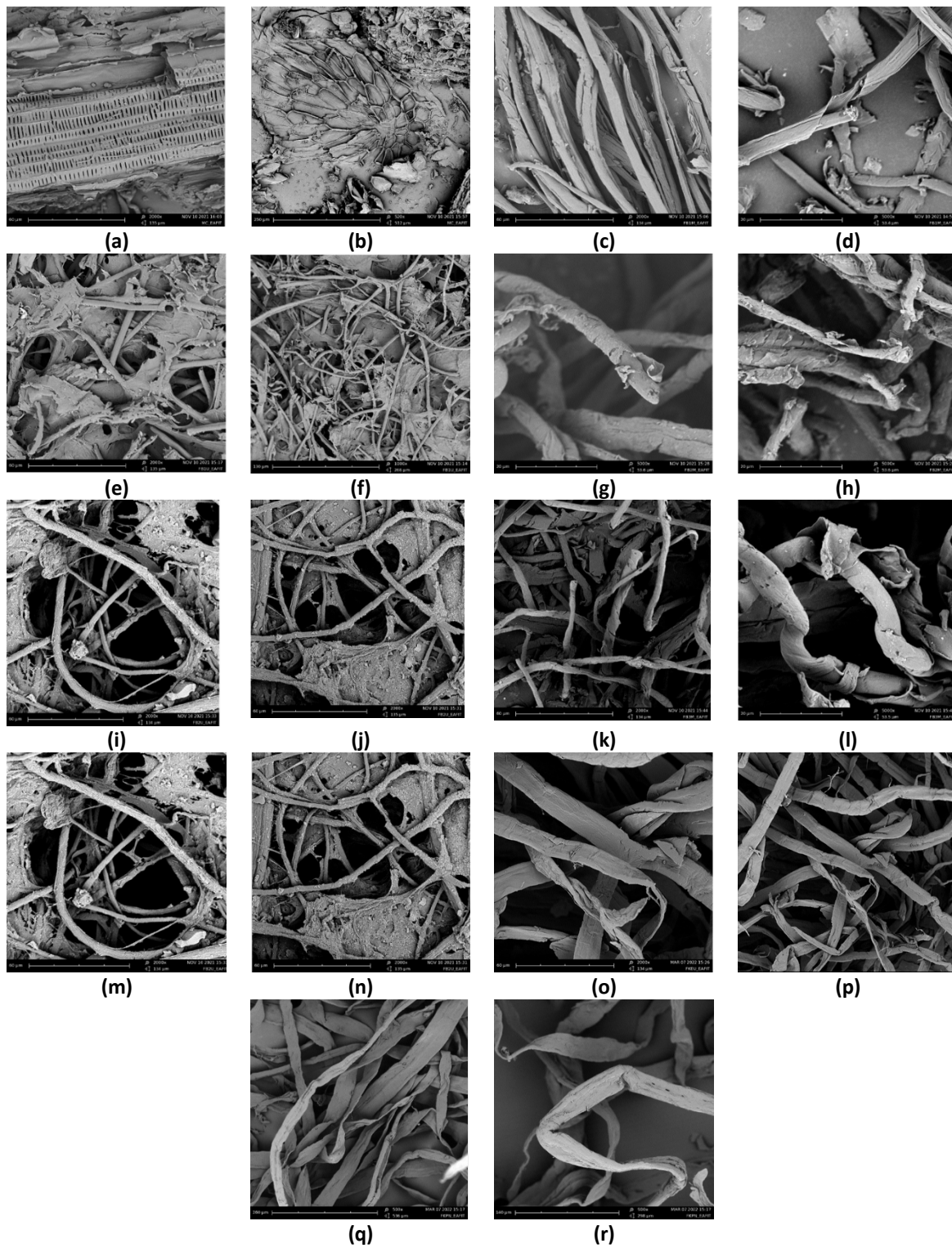
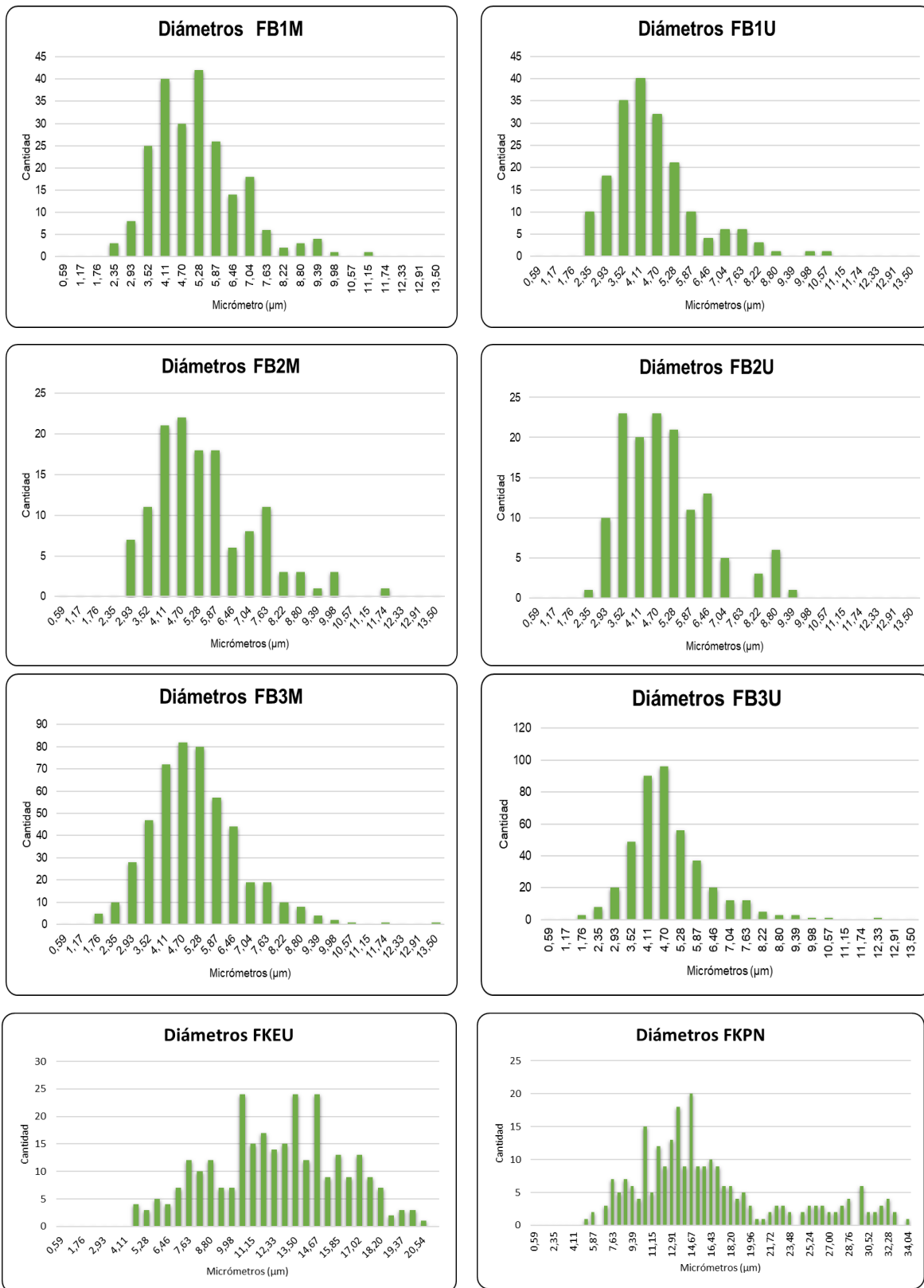


Figura 3. Micrografías obtenidas por SEM: (a) y (b) MC; (c) y (d) FB1M; (e) y (f) FB1U, (g) y (h) FB2M; (i) y (j) FB2U; (k) y (l) FB3M; (m) y (n) FB3U; (o) y (p) FKEU; (q) y (r) FBPN



### Difracción de rayos X

La figura 5 muestra la curva XRD de las muestras tratadas. Todas las muestras de PALF revelaron picos de celulosa cristalina, los picos  $2\theta = 14,16$  y  $23,0$ , plano (101)(1011) y (002) planos de celosía, de la estructura característica de celulosa 1 (Tanpichai, S., Witayakran, S., & Boonmahitthisud, A., 2019). Se puede observar que este pico muestra una mayor intensidad en las muestras FB1U, FB3U y FB3M, lo cual es congruente con el % de celulosa obtenido (Tabla 2), en línea con esto, son las muestras que presentan picos relacionados con celulosa cristalina, es decir, celulosa 1, confirmando que las muestras FB2U y FB2M presentaron deficiencia en la transformación de celulosa 2 a celulosa 1, donde aparentemente hay menor número de picos de celulosa cristalina, sin embargo, esto no se puede afirmar contundente hasta la fecha, por lo tanto, actualmente se están determinando parámetros morfométricos e índice de cristalinidad para confirmar esta aseveración. Este análisis se realizó únicamente para las muestras obtenidas después de tratamiento dado que todas tienen el mismo perfil.

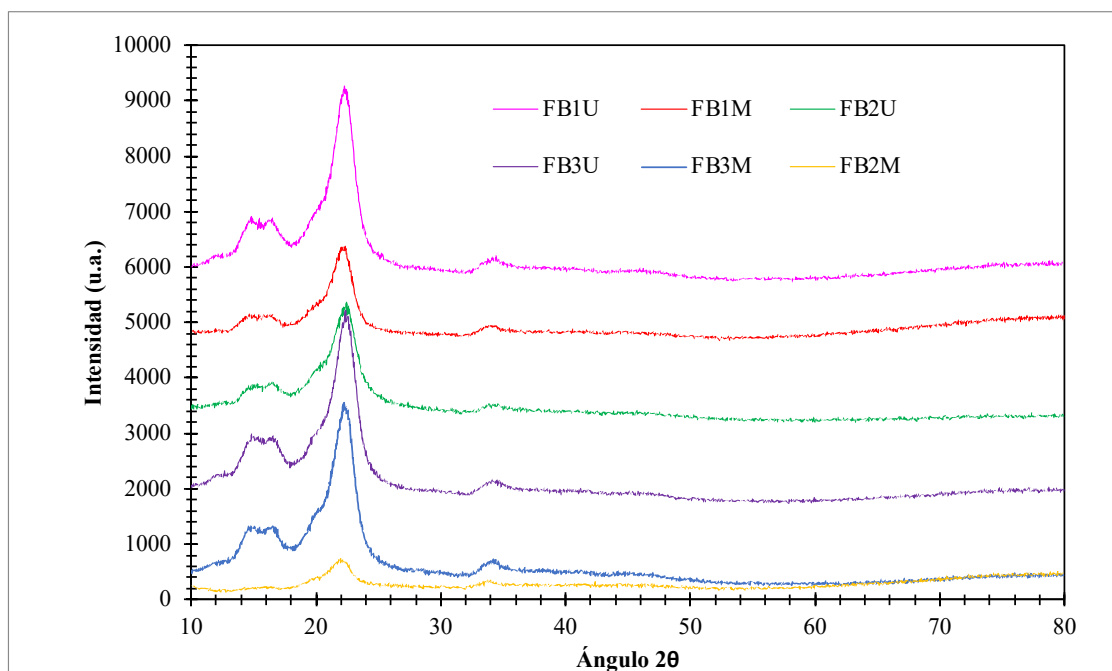


Figura 5. Difractograma de microfibras de celulosa a partir de fibra de hoja de piña.

### 3.5 Análisis Termogravimétrico

La Figura 6 muestra las curvas TG y DTG para las muestras analizadas. Las principales etapas de degradación con sus respectivas temperaturas y residuos se muestran en la Tabla 4. La temperatura de inicio para iniciar el proceso principal de degradación estuvo entre  $36-52$  °C con los tratamientos. Para todas las muestras, se puede observar una pérdida de masa a aproximadamente  $100$  °C, que está relacionada con la evaporación del agua y los componentes de bajo peso molecular (Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H., 2021). El pico de degradación principal de  $200$  a  $400$  °C se atribuye a la celulosa, mientras que el pico de degradación de la hemicelulosa se denomina hombro pequeño de  $150$  a  $350$  °C, este último no varió con los diferentes tratamientos, pero los hombros mostrados para MC desaparecieron con los tratamientos, lo cual probablemente esté relacionado con la descomposición de la hemicelulosa. Todas las muestras presentan una estabilidad térmica entre  $439-515$  °C, descomponiéndose completamente en cenizas. Sin embargo, la fibra FB2M es la que tiene más residuos, este resultado es congruente con los resultados obtenidos en el % de cenizas y de carbohidratos (Tabla 2), lo cual es debido al contenido de hemicelulosa que aún queda en la fibra. Así mismo se evidencia que las fibras tratadas por el método de blanqueo 3 son las que menos residuos presentan y las que mayores porcentajes de celulosa alcanzaron. Aún así, todas las muestras tratadas presentan alta similitud con respecto a los gráficos obtenidos de las fibras de referencia, por lo cuál se considera que todas tienen un comportamiento termogravimétrico similar. Este aumento en la temperatura de estabilidad térmica entre la muestra cruda y las muestras tratadas podría confirmar que se logró la eliminación de lignina (Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H., 2021).

Tabla 4. Etapas de degradación y pérdida de masa principal para las fibras antes y después de los tratamientos.

Muestra	Etapas	Rango de temperatura (°C)	Temperatura del pico (°C)	Masa perdida (%)	Residuos a 600°C (%)
MC	1°	23-135	36	8	8
	2°	175-345	286	44	
	3°	345-411	369	26	
	4°	411-600	439	14	
FB1M	1°	25 -118	40	7	10
	2°	155-415	320	65	
	3°	415-557	498	18	
FB1U	1°	26-127	46	7	4
	2°	182-351	334	61	
	3°	351-533	507	28	
FB2M	1°	32-130	48	8	14
	2°	200-400	323	56	
	3°	400-600	499	22	
FB2U	1°	25-120	48	9	8
	2°	200-432	329	67	
	3°	432-572	494	16	
FB3M	1°	34-112	46	7	0
	2°	158-369	322	77	
	3°	369-519	497	16	
FB3U	1°	24-117	52	8	1
	2°	201-381	327	80	
	3°	381-600	515	11	
FKEU	1°	27-117	46	8	0
	2°	214-397	335	68	
	3°	397-492	464	24	
FKPN	1°	29.9-119	44	7	0
	2°	208-393	341	73	
	3°	393-521	483	34	

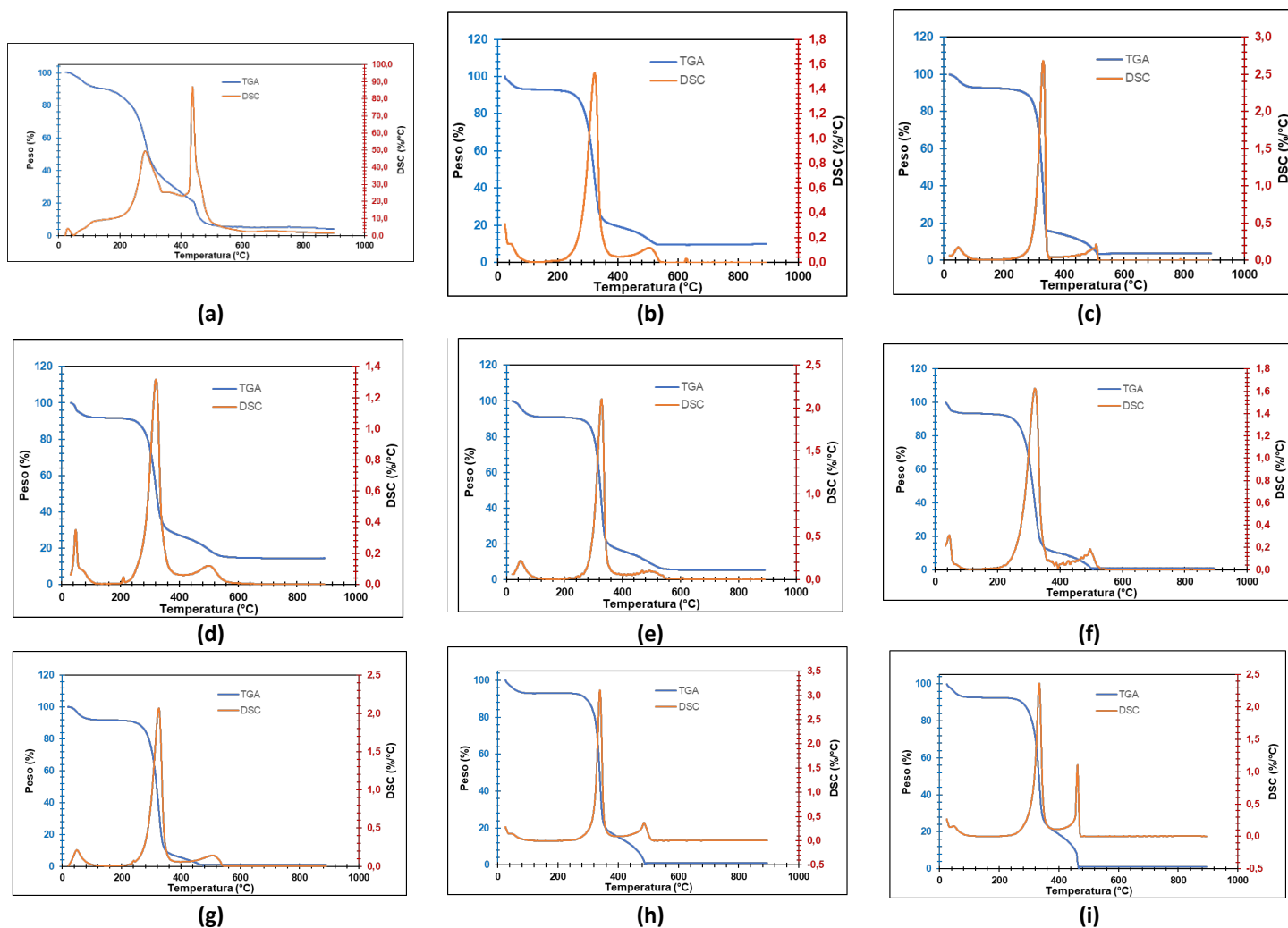


Figura 6. Curvas obtenidas por TGA y DTG: (a) MC; (b) FB1M; (c) FB1U, (d) FB2M; (e) FB2U; (f) FB3M; (g) FB3U; (h) FKEU; (i) FKPN

## Conclusiones

De acuerdo con los resultados mencionados, a través de este estudio se presenta un método de aprovechamiento para los residuos de hoja de piña, permitiendo evidenciar, por medio del análisis de SEM, la obtención de microfibras de celulosa, con una posibilidad alta para usarse en la industria papelera. La intención de los pretratamientos y procedimientos realizados para aislar la celulosa de la fibra natural, se ve cumplida al momento de mostrar los análisis de IR, donde se evidencia la desaparición de los picos de los demás carbohidratos amorfos y por el SEM que muestra la aparición homogénea de fibras aisladas, demostrando que los procesos implementados, son efectivos para la remoción de hemicelulosa, lignina y demás componentes presentes en la matriz lignocelulósica. El resultado de los espectros XRD confirma la existencia de un compuesto y valida la estructura de celulosa 1, con características cristalinas. Las curvas TGA muestran un aumento de la estabilidad térmica de la celulosa en las fibras obtenidas en comparación con las hojas de piña y reveló que la hemicelulosa es el componente más reactivo y se descompone temprano para todas las muestras. Respecto a las fibras de referencia, los mejores resultados obtenidos, de los diferentes tratamientos propuestos, fueron de las fibras FB3M, dado que son las que presentan mayor similitud en las propiedades físicas, químicas, térmicas y morfológicas con las fibras suministradas por Kimberly Clark.

Las fibras de la hoja de piña tienen propiedades comparables con otras fibras lignocelulósicas como el pino y el eucalipto. El alto contenido de celulosa, las buenas propiedades mecánicas y el bajo contenido de lignina de la fibra de hoja de piña son las propiedades más buscadas en la industria del papel para la obtención de una pulpa de alta calidad. Los materiales de desecho no madereros son materias primas alternativas muy suficientes para las industrias del papel,

particularmente las hojas de piña que se consideran residuos de abundancia y esta sería una forma de agregar valor a los residuos de las hojas de piña.

**Agradecimientos y financiamiento:** Los autores agradecen al Ministerio de Ciencia, Tecnología en Innovación (Minciencias) por la financiación del proyecto de investigación “Aprovechamiento y valorización integral de residuos agrícolas de la industria platanera y bananera: Una alternativa económica y ambientalmente viable, código 130189082312, aprobado en el marco de la Convocatoria No. 890 de 2020 “Convocatoria para el fortalecimiento de CTel en Instituciones de Educación de Educación Superior (IES) Públicas 2020”.

## Bibliografía

- Asociación hortifrutícola de Colombia. (2017). Lineamientos y estrategias de articulación de Asohofrucol con la agroindustria en pro del desarrollo hortifrutícola en Colombia. <https://sioc.minagricultura.gov.co/DocumentosContexto/S2561-Lineamientos%20ASOHOFRUCOL.pdf>
- Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. (2019). Cadena de la Piña. <https://sioc.minagricultura.gov.co/Pasifloras/Documentos/2019-06-30>
- Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. (2018). Producción de piña llegaría a más 950 mil toneladas en 2018, calcula MinAgricultura. <https://bit.ly/3meqwaN>
- Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R. (2020). A Bio-refinery Approach from Pineapple in the Context of Non-Technified Crops: The Choco-Colombian Region. *Agricultural Reviews*, 41(4), 317–327. <https://doi.org/10.18805/ag.R-165>
- Murcia Palacios, J. F., Ardila, A. N., & Barrera Zapata, R. (2020). Producción de etanol a partir de piñas de rechazo de cultivos del Chocó. *Revista ION*, 33(1), 47-56. <https://doi.org/10.18273/revion.v33n1-2020005>
- Tanpichai, S., & Witayakran, S. (2018). All-cellulose composites from pineapple leaf microfibers: Structural, thermal, and mechanical properties. *Polymer Composites*, 39(3), 895–903. <https://doi.org/10.1002/pc.24015>
- Laftah, W. A., & Abdul Rahman, W. A. W. (2016). Pulping process and the potential of using non-wood pineapple leaves fiber for pulp and paper production: A review. *Journal of Natural Fibers*, 13(1), 85-102. <https://doi.org/10.1080/15440478.2014.984060>
- Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G. (2018). Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion*, 1(1), 32-43. <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.05.004>
- Pereira, P. H. F., Ornaghi, H. L., Arantes, V., & Cioffi, M. O. H. (2021). Effect of chemical treatment of pineapple crown fiber in the production, chemical composition, crystalline structure, thermal stability and thermal degradation kinetic properties of cellulosic materials. *Carbohydrate Research*, 499. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2020.108227>
- Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., & Silva, J. L. (2020). Production of cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers through alkaline pretreatment and acid hydrolysis under different conditions. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(6), 12346-12353. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.08.093>
- Ravindran, L., Sreekala, M. S., & Thomas, S. (2019). Novel processing parameters for the extraction of cellulose nanofibres (CNF) from environmentally benign pineapple leaf fibres (PALF): Structure-property relationships. *International Journal of Biological Macromolecules*, 131, 858-870. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.03.134>
- Mahardika, M., Abrial, H., Kasim, A., Arief, S., & Asrofi, M. (2018). Production of nanocellulose from pineapple leaf fibers via high-shear homogenization and ultrasonication. *Fibers*, 6(2). <https://doi.org/10.3390/fib6020028>
- Ramírez Alfonso, S. M., & Nieto Reyes, M. C. (2017). Aprovechamiento de residuos lignocelulósicos de la Ananas Comosus (piña) para la producción de xilitol por hidrólisis enzimática [Trabajo de grado, Fundación Universidad de América]. <http://hdl.handle.net/20.500.11839/6575>
- Ardila Ramírez, C., María Palacio, Á. M., & Barrera Zapata, R. (2018). Cáscara de piña como adsorbente de colorantes típicos de la industria textil. *Ciencia en Desarrollo*, 9(2), 161-168. <http://repositorio.uptc.edu.co/handle/001/2361>
- Universidad Nacional de Colombia. (2018). Compost de piña disminuiría la erosión. <https://bit.ly/2Wze5vH>
- Moreno Ariza, S., & Mendoza Vega, Y. P. (2019). Producción de fibra artesanal a partir de subproductos de la piña, para la producción de textiles biodegradables [Trabajo de grado, Universidad Santo Tomás]. <http://hdl.handle.net/11634/18146>
- Mat Nayan, N., Abd Razak, S., Wan Abdul Rahman, W. A., & Abd Majid, R. (2013). Effects of mercerization on the properties of paper produced from Malaysian pineapple leaf fiber. *International Journal of Engineering and Technology*, 13(4), 1-6. [http://ijens.org/Vol\\_13\\_I\\_04/130604-7575-IJET-IJENS.pdf](http://ijens.org/Vol_13_I_04/130604-7575-IJET-IJENS.pdf)
- Musule, R., Alarcon-Gutiérrez, E., Houbroun, E. P., Bárcenas-Pazos, G. M., Pineda-Lopez, M. R., Domínguez, Z., Sánchez-Velásquez, L. R. (2016). Chemical composition of lignocellulosic biomass in the wood of Abies religiosa across an altitudinal gradient. *Journal of Wood Science*, 62(6), 537-547. <https://doi.org/10.1007/s10086-016-1585-0>
- Laftah, W. A., & Abdul Rahman, W. A. W. (2016). Pulping process and the potential of using non-wood pineapple leaves fiber for pulp and paper production: A review. *Journal of Natural Fibers*, 13(1), 85-102. <https://doi.org/10.1080/15440478.2014.984060>
- Tanpichai, S., & Witayakran, S. (2016). All cellulose composites from pineapple leaf microfibers structural, thermal and mechanical properties. *Polymer Composites*. <https://doi.org/10.1002/pc>
- Karmakar, S. R. (1999). *Chemical Technology in the Pre-Treatment Processes of Textiles* (Vol. 12, pp. 160-216). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)80056-X](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)80056-X)
- Laftah, W. A., & Abdul Rahaman, W. A. W. (2015). Chemical pulping of waste pineapple leaves fiber for kraft paper production. *Journal of Materials Research and Technology*, 4(3), 254-261. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.12.006>
- Fareez, I. M., Ibrahim, N. A., Wan Yaacob, W. M. H., Mamat Razali, N. A., Jasni, A. H., & Abdul Aziz, F. (2018). Characteristics of cellulose extracted from Josapine pineapple leaf fibre after alkali treatment followed by extensive bleaching. *Cellulose*, 25(8), 4407-4421. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-1878-0>
- Tanpichai, S., Witayakran, S., & Boonmahitthisud, A. (2019). Study on structural and thermal properties of cellulose microfibers isolated from pineapple leaves using steam explosion. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(1). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.102836>.