

## Evaluation of calcium oxide and calcium hydroxide for the obtaining of cellulose fiber

### Evaluación de óxido de calcio e hidróxido de calcio para la obtención de fibra de celulosa

García-Alcocer, Nidia K<sup>1</sup>; Salgado-García, Sergio<sup>2\*</sup>; Córdova-Sánchez, Samuel<sup>1</sup>; Castañeda-Ceja, Raúl<sup>1</sup>; De la Cruz-Burelo, Patricia<sup>1</sup>; Turrado-Saucedo, José<sup>3</sup>

<sup>1</sup>División de Académica de Ciencias Básicas e Ingeniería-Universidad Popular de la Chontalpa. CA-QVyDS. Carretera Cárdenas Huimanguillo km 2, Ranchería Paso y Playa, C.P. 86529, H. Cárdenas, Tabasco. México. <sup>2</sup>Colegio de Postgraduados Campus Tabasco, km 3.5 Periférico Carlos A. Molina S/N, C.P.86500, H. Cárdenas, Tabasco. México. Grupo MASCANA. <sup>3</sup>Departamento de Madera, Celulosa y Papel/ CUCEI. Universidad de Guadalajara. 45200 Zapopan, Jalisco. México.

\*Autor por correspondencia: salgados@colpos.mx

#### ABSTRACT

**Objective:** To evaluate the use of calcium oxide and calcium hydroxide as an alternative reagent in the extraction of cellulose fiber.

**Design/methodology/approach:** Sugarcane straw of the variety Méx 69-290 (*Saccharum* spp.), dry and with a size of 40 mm in length, was used. For the extraction of the fiber, three reagents were evaluated, sodium hydroxide at 10%, calcium hydroxide at 10, 15, 20, 25 and 30%, calcium oxide at 5, 7.5 and 10%. The 9 treatments were performed using the completely randomized design with 5 and 4 repetitions, respectively. The method used to extract the cellulose fiber was the artisanal and 100 g of dry straw was used for each process.

**Results:** The obtaining of cellulose fiber and the yield of cellulose fiber with calcium hydroxide at a concentration higher than 25% was higher than that obtained with 10% sodium hydroxide. The characteristics of the sheets formed with the cellulose fiber extracted with 25% calcium hydroxide and 10% sodium hydroxide were similar and their quality. With the cellulose fiber obtained from calcium hydroxide at 25 and 30%, it was possible to make artisanal vessels with good consistency and beauty.

**Limitations of the study/implications:** The extraction of cellulose fiber with calcium hydroxide generates greater rejection of straw.

**Findings/conclusions:** The cellulose fiber extracted with calcium hydroxide allows the production of artisanal paper and vessels.

**Key words:** Sugar cane, artisanal paper.

#### RESUMEN

**Objetivo:** Evaluar el uso del óxido de calcio e hidróxido de calcio como reactivos alternativos en la obtención de fibra de celulosa.

**Diseño/metodología/aproximación:** Se utilizó paja de caña de azúcar (*Saccharum* spp.) de la variedad Méx 69-290, seca y con un tamaño de 40 mm de longitud. Para la extracción de la fibra se evaluaron tres reactivos, hidróxido de sodio al 10%, hidróxido de calcio al 10, 15, 20, 25 y 30%, y óxido de calcio al 5, 7.5 y 10%. Los nueve tratamientos, se realizaron usando un diseño completamente al azar con cinco y cuatro repeticiones, respectivamente. El método usado para extraer la fibra de celulosa fue el artesanal y para cada proceso se usó 100 g de paja seca.

**Agroproductividad:** Vol. 12, Núm. 7, junio. 2019, pp: 3-9.

**Recibido:** diciembre, 2018. **Aceptado:** mayo, 2019.



**Resultados:** La obtención de fibra y el rendimiento de fibra de celulosa con hidróxido de calcio a una concentración mayor de 25%, fue superior a la obtenida con hidróxido de sodio al 10%. Las características de las hojas formadas con la fibra de celulosa extraída con hidróxido de calcio al 25% e hidróxido de sodio al 10% fueron similares y su calidad. Con la fibra de celulosa obtenida de hidróxido de calcio al 25 y 30% fue posible elaborar vasijas artesanales con buena consistencia y belleza.

**Limitaciones del estudio/implicaciones:** La extracción de fibra de celulosa con hidróxido de calcio genera mayor rechazo de paja.

**Hallazgos/conclusiones:** La fibra de celulosa extraída con hidróxido de calcio permite elaborar papel artesanal y vasijas.

**Palabras clave:** Caña de azúcar, papel artesanal.

## MATERIALES Y MÉTODOS

La paja de la variedad Méx 69-290, proviene del área de cosecha mecanizada de la Impulsora Agrícola, Ganadera y Comercial, SPR de RL de CV., en el Ejido La Esperanza en el municipio de Huimanguillo, Tabasco, que abastece caña al Ingenio Pdte. Benito Juárez.

La paja se recolectó inmediatamente después de la cosecha mecánica, se colocó en bolsas de plástico negro, se trasladó al Colegio de Postgraduados - Campus Tabasco, donde se dejó secar al aire libre durante una semana, extendiéndola sobre bolsas negras a manera que pudiera dispersarse y poder secarse con ayuda del sol. Posteriormente, se recortó manualmente con ayuda de tijeras, a un tamaño de aproximadamente 40 mm. Se pesaron muestras de 100 g y se embolsaron en bolsas de plástico.

El diseño experimental utilizado fue completamente al azar, donde se evaluaron cinco concentraciones de hidróxido de calcio con cinco repeticiones cada uno, se incluyeron cuatro tratamientos adicionales: tres concentraciones de óxido de calcio con cuatro repeticiones y una con una concentración de hidróxido de sodio al 10% con cinco repeticiones (Cuadro 1). El trabajo experimental se llevó a cabo en el Laboratorio de usos múltiples del Colegio de Postgraduados - Campus Tabasco.

### Variables de estudios

**Fibra de celulosa.** Se utilizó el método artesanal (García-Estrada *et al.*, 2017). Los reactivos utilizados fueron de uso industrial y se utilizó agua corriente. Se colocaron 100 g de paja en una olla de peltre de una capacidad de 3.5 L con una tapa perforada, se le agregó el hidróxido

## INTRODUCCIÓN

Todas las metodologías para la obtención de fibras de celulosa en la producción de papel se basan en la separación de las fibras de la madera. Existen dos procesos principales para la obtención de estas fibras: el método alcalino y el método del sulfito. Este último se desarrolló inicialmente basado en el uso de bisulfito de calcio, un producto barato para la fabricación de pasta. Este proceso fue evolucionando a través de su uso e incorporando otros sulfitos y bisulfitos, pero con el paso del tiempo éste ha perdido terreno frente al método Kraft (Chávez y Domine, 2013). En el proceso con sulfitos se utiliza licor blanco; una mezcla de hidróxido de sodio (NaOH) y sulfuro de sodio (Na<sub>2</sub>S). El hidróxido de sodio degrada la lignina y el sulfuro de sodio acelera las reacciones de cocción y decrece la degradación de la celulosa causada por el hidróxido de sodio. La lignina hace que la pulpa se torne marrón durante la cocción. Debido a que los productos químicos de blanqueo son mucho más caros que los químicos de cocción, se trata de remover la lignina tanto como sea posible durante el proceso de cocción. Sin embargo, una remoción de lignina extensa causa que la degradación de la celulosa aumente. Esto decrece el rendimiento y la resistencia de la pulpa.

El hidróxido de sodio utilizado en el proceso Kraft es muy corrosivo, absorbe humedad del aire y cuando se disuelve en agua o se neutraliza con un ácido libera una gran cantidad de calor que puede ser suficiente como para encender materiales combustibles. El propósito del pretratamiento con NaOH, es remover la lignina y la hemicelulosa y aumentar la porosidad del material (Cortinez, 2010), pero los reactivos utilizados suelen ser agresivos, y no solo para la fibra de celulosa, sino que también se convierten en un factor altamente contaminante (García-Estrada *et al.*, 2017). Es por ello que se ha buscado adecuar los métodos de extracción, donde: el pretratamiento sea eliminado, el reactivo utilizado sea menos agresivo, y el rendimiento sea similar. El hidróxido de calcio se utiliza como un floculante y bactericida; es empleado en los procesos de neutralización de ácidos sobrantes debido a que es una base muy fuerte, y puede utilizarse para producir papel artesanal, por ello, es necesario generar mayor información sobre la sustitución del hidróxido de sodio con el hidróxido de calcio como su principal componente para la obtención de las fibras de celulosa.

de calcio ya diluido de acuerdo a la concentración a utilizar, a manera que cubriera por completo la paja; se procedió a calentar en una parrilla eléctrica casera. Se agitó ocasionalmente con una pala de madera para evitar la precipitación de la mezcla y una vez que entró en estado de ebullición se tomó el tiempo y la temperatura con ayuda de un termómetro digital Raytek (minitemp), después de la ebullición se esperó una hora para retirar de la parrilla, durante esa hora se agitó constantemente y se tomó nuevamente la temperatura. Pasada la hora se retiró y se procedió a lavar con agua corriente.

La fibra de celulosa obtenida se colocó en un cedazo grande con malla metálica, bajo agua a presión, a manera que se pudieran realizar los lavados; la muestra se mantuvo bajo el chorro a presión hasta que las fibras de celulosa quedaron limpias. Se exprimieron las fibras de celulosa en el cedazo y se colocaron en charolas de aluminio de fondo plano, se distribuyó la fibra en toda la charola a manera de separarlas para poder realizar el secado en la estufa de aire forzado a una temperatura de 65 °C por 12 h; por último, se obtuvo el peso en seco de las fibras y se registró el dato.

### Variables de estudio

**Número de hojas de papel artesanal.** La elaboración de hojas de papel artesanal se llevó a cabo utilizando la técnica de elaboración de papel artesanal (Salgado *et al.*, 2017).

**Grosor.** La medición del espesor de las hojas se llevó a cabo con un vernier manual (MetroMex), registrando los datos en milímetros.

**Tamaño.** El tamaño de las hojas se determinó utilizando una regla de plástico con una longitud de 30 cm. Las medidas fueron registradas en centímetros. Los bordes obtenidos en las hojas no fueron totalmente regulares y algunos formaban pequeñas hendiduras, por lo que se midió la altura y el ancho de cada hoja tomando como punto de partida el borde más pequeño de cada lado. La medición se realizó en una mesa plana para obtener datos precisos.

**Gramaje.** El pesado de las hojas se realizó con una balanza analítica. Los pesos se obtuvieron en g/m<sup>2</sup> y se registraron por grupos.

**Vasijas artesanales.** La elaboración de las vasijas artesanales, a partir de las fibras de celulosa se llevó a cabo

en el área de autoclaves del Colegio de Postgraduados - Campus Tabasco, utilizando como moldes algunos recipientes de vidrio, engrudo frío y papel vitrofil. Se utilizó la fibra de celulosa obtenida de los tratamientos con Hidróxido de Calcio al 25 y al 30% debido a que fueron las fibras con las mejores características, y para tener un punto de comparación se tomó también la fibra obtenida del tratamiento con Hidróxido de Sodio. El engrudo que se utilizó fue preparado a una dilución de 3:1, donde se utilizaron 3 tazas de agua por una de maizena<sup>®</sup>, para su preparación se calentaron dos tazas de agua, mientras que la tercera taza de agua se le agregó a la maicena mientras se agitaba con una pala de madera, cuando el agua estaba a punto de alcanzar su grado de ebullición se agregó la maizena<sup>®</sup> ya diluida y sin dejar de agitar se retiró del fuego. Se esperó a que enfriara para poderla utilizar. Las fibras de celulosa fueron rehidratadas para su mejor manejo. Los recipientes de vidrio que se utilizaron como molde se farraron con el papel vitrofilm para facilitar su separación. Teniendo todo listo se procedió a formar las vasijas artesanales. La fibra ya hidratada se sumergió en un recipiente con el engrudo frío y ya pasada por el engrudo se colocó sobre los moldes cubiertos con vitrofil a manera de que las fibras quedaran sobreexpuestas unas con otras para formar la unión de estas. Cuando se cubrió todo el molde con la fibra de celulosa se colocó al sol para facilitar su secado, cuando la pieza estaba totalmente seca se separó los recipientes de vidrio, el papel emplaye que quedó adherido a las fibras que formaban los moldes se retiró con cuidado y se colocó la vasija al sol nuevamente a manera que en esta ocasión el sol secase la parte de interna.

**Análisis estadístico.** Para las variables fibra de celulosa, rechazo, rendimiento fibra de celulosa, espesor de hoja, gramaje de hoja, largo y ancho de hoja, se realizó el análisis de varianza con el diseño completamente al azar y la prueba de comparación múltiple de medias de Tukey, usando el paquete SAS versión 9.3.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Fibra de celulosa

El análisis de varianza para la fibra de celulosa mostró diferencias altamente significativas en los tratamientos, con un coeficiente de variación de 11.99% indicativo del bajo error experimental (Cuadro 1). De acuerdo con la prueba de Tukey se formaron tres grupos, donde la mayor cantidad de fibra de celulosa se obtuvo con el tratamiento a base de óxido de calcio al 5% y la menor cantidad con hidróxido de sodio al 10%, el resto de los

tratamientos presentaron valores intermedios (Cuadro 1).

El rendimiento con hidróxido de sodio fue menor a los demás tratamientos debido a un mayor ataque hacia las fibras, dando como resultado una fibra más suave y manejable. Este resultado es menor al obtenido por García-Estrada *et al.* (2017) y López-Velázquez (2019), quienes obtuvieron 39% de fibra de celulosa utilizando paja de caña de azúcar molida a 4 mm; en este trabajo el tamaño de la paja fue de 40 mm.

Con respecto a los tratamientos de hidróxido de calcio al 25 y 30%, se registraron rendimientos de fibra de 51 y 58% respectivamente con características similares a la obtenida con hidróxido de sodio, igual de manejable, aunque con textura menos suave.

Con los tratamientos a base de óxido de calcio se obtuvo una fibra áspera y poco manejable, por lo que se descarta para este propósito. Con los tratamientos de hidróxido de calcio mayor de 25% se obtuvo una fibra similar al hidróxido de sodio, por lo tanto, puede utilizarse como un reactivo alternativo para la obtención de la fibra de celulosa. En los tratamientos con  $\text{Ca(OH)}_2$  y  $\text{CaO}$  se observó un porcentaje de residuo generado, el cual no se obtuvo en el grupo de  $\text{NaOH}$ , debido a que este reactivo sometió a las fibras a mayor ataque, de tal manera que no permitió que quedaran residuos de fibras sin separar (Cuadro 1).

El tratamiento con  $\text{Ca(OH)}_2$  al 20%, presenta el rechazo más alto de paja de caña, debido a que la paja no sufrió un ataque químico total. Lo ideal sería utilizar los tratamientos que produzcan mayor rendimiento y menor rechazo de paja. En la Figura 1 se presentan detalles de la fibra de celulosa obtenida en cada tratamiento.

**Figura 1.** Fibra de celulosa y rechazo obtenido por cada tratamiento. a). hidróxido de calcio 10%, b). hidróxido de calcio 15%, c). hidróxido de calcio 20%, d). hidróxido de calcio 25%, e). hidróxido de calcio 30% y f). hidróxido de sodio 10%.

**Cuadro 1.** Rendimiento de fibra de celulosa de caña de azúcar (*Saccharum spp.*).

Tratamientos	Fibra de Celulosa (g)	Residuo (g)	Rendimiento total (%)
Hidróxido de Calcio 10%	58.4ab <sup>†</sup>	16.6ab	75.1a
Hidróxido de Calcio 15%	48.5bc	12.6b	61.2b
Hidróxido de Calcio 20%	48.6bc	24.3a	73.0a
Hidróxido de Calcio 25%	51.7ab	19.6ab	71.3ab
Hidróxido de Calcio 30%	58.8ab	14.7b	73.6a
Hidróxido de Sodio 10%	35.5c	0.0c	35.5c
Óxido de Calcio 5%	62.8a	16.2ab	79.0a
Óxido de Calcio 7.5%	60.7ab	13.7b	74.5a
Óxido de Calcio 10%	60.7ab	13.7b	74.5a
Media	53.4	14.6	68.1
CV(%)	11.9	28.6	7.2
Prob. de F de Tratamientos	0.0001**	0.0001**	0.0001**
DSM	13.9	9.1	10.7

<sup>†</sup>Las medias con la misma literal dentro de la columna son iguales estadísticamente. Tukey ( $P \leq 0.5$ ).

\*\* Altamente significativa.



## Hojas formadas artesanalmente

Los análisis de varianza realizados en las hojas de papel fueron cuatro, de los cuales el espesor, largo y ancho, presentaron diferencias altamente significativas con un coeficiente de variación de 44.6, 5.7 y 2.5% respectivamente. El gramaje fue la única variable que no presentó diferencia entre tratamientos, con un coeficiente de variación de 15.7% (Cuadro 2).

El espesor registró la formación de tres grupos. Con el hidróxido de calcio al 10% se obtuvieron hojas con mayor espesor, debido a la característica de la fibra de celulosa obtenida. El tratamiento que presentó un espesor menor a la media y más cercano al espesor de las hojas de papel industrial (el cual fluctúa entre los 0.08 y 0.11 mm) fue el de hidróxido de calcio al 30%, seguido del tratamiento con hidróxido de calcio al 25%; los dos tratamientos están representados con la misma literal de acuerdo a la prueba Tukey. Cabe resaltar

**Cuadro 2.** Características de las hojas de papel artesanal.

Tratamientos	Espesor (mm)	Gramaje (g m <sup>2</sup> )	Largo (cm)	Ancho (cm)
Hidróxido de Calcio 10%	0.19a <sup>†</sup>	9.0a	22.7b	14.0b
Hidróxido de Calcio 15%	0.15ab	7.8a	26.8a	14.4ab
Hidróxido de Calcio 20%	0.12ab	7.7a	26.4a	14.8a
Hidróxido de Calcio 25%	0.11b	8.1a	26.6a	14.8a
Hidróxido de Calcio 30%	0.09b	8.0a	26.8a	14.7a
Hidróxido de Sodio 10%	0.12ab	7.6a	25.6a	14.5a
Media	0.1	8.1	25.9	14.5
CV(%)	44.6	15.7	5.7	2.5
Prob. de F de Trat.	0.0089**	0.2424NS	0.0001**	0.0001**
DSM	0.0771	1.6	1.9	0.4

<sup>†</sup>Las medias con la misma literal dentro de la columna son iguales estadísticamente. Tukey (P ≤ 0.5).

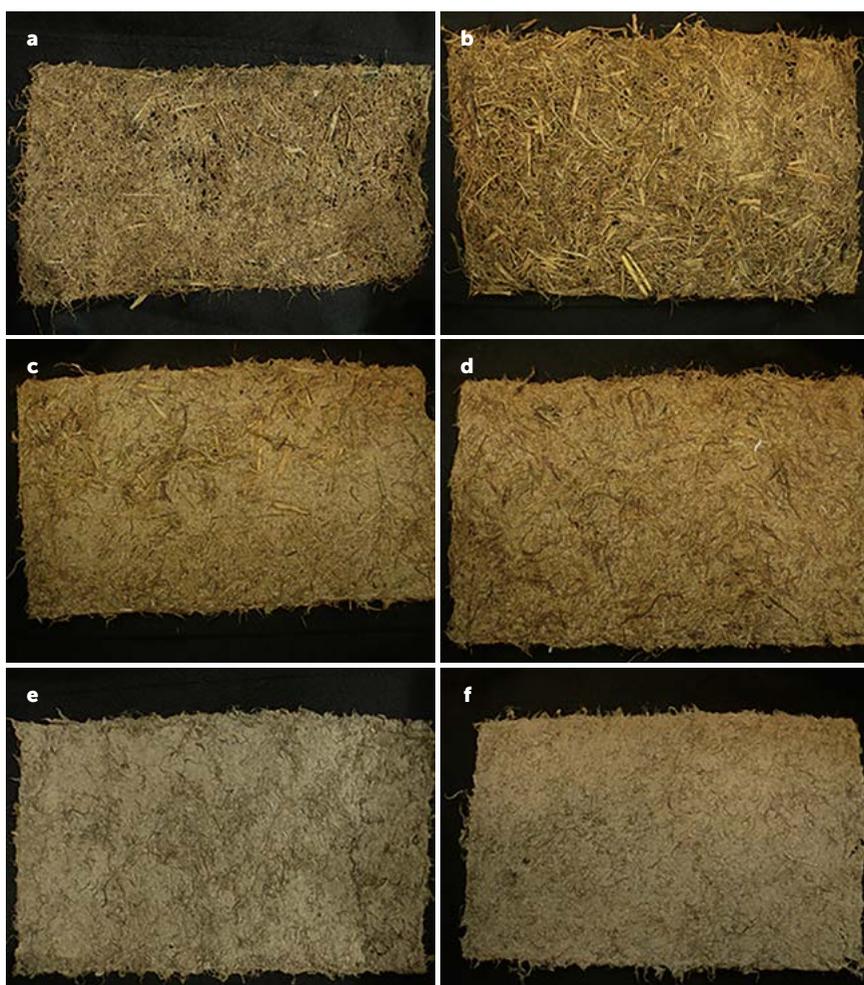
\*\* Altamente significativa, NS- No significativa.

que estos mismos tratamientos fueron los que permitieron obtener fibras de celulosa similares a las obtenidas con el hidróxido de sodio, por lo que se atribuye el espesor de la hoja a la característica de la fibra de celulosa con la que es realizada. El espesor de las hojas es similar

a los obtenidos por Salgado-García et al. (2017), quien obtuvo hojas con una media de 0.71 mm en sus tratamientos por método de pulpeo, y una media de 0.79 mm en sus tratamientos por método casero (Figura 2).

En cuanto al gramaje, no se observan diferencias significativas entre tratamientos, con un peso promedio de 8.1 g/m<sup>2</sup>, similar a la media de 8.42 g/m<sup>2</sup> obtenida por Salgado-García et al. (2017).

En la determinación del tamaño de las hojas se analizaron los parámetros, largo y ancho de cada hoja según los tratamientos. El largo se dividió en dos grupos (Cuadro 2), la hoja formada con la fibra de celulosa obtenida con hidróxido de calcio 10% fue menor al



**Figura 2.** Hojas formadas artesanalmente a partir de las fibras de celulosa obtenidas con Hidróxido de Calcio y de Sodio. a) Hidróxido de Calcio 10%, b) Hidróxido de Calcio 15%, c) Hidróxido de Calcio 20%, d) Hidróxido de Calcio 25%, e) Hidróxido de Calcio 30%, f) Hidróxido de Sodio 10%.

resto, mientras que, para ancho de hoja, se formaron dos grupos (Cuadro 2), los tratamientos con hidróxido de calcio al 10 y 15%, presentaron menor ancho en comparación al resto. Los bordes de las hojas obtenidas con el tratamiento de hidróxido de calcio al 10% fueron irregulares, lo que influyó en su largo y ancho, al tacto fueron rígidas y con poca capacidad de doblez, esto pudo haber influido también en su espesor y gramaje; sin embargo, los bordes de los tratamientos con hidróxido de calcio del 15 al 30% y con el hidróxido de sodio al 10% fueron más regulares y las hojas al tacto fueron más suaves y manejables, con la capacidad de doblez de una hoja de papel. Las hojas que más se asemejan a las obtenidas con el hidróxido de sodio fueron las obtenidas con hidróxido de calcio al 25 y al 30% (Figura 3).



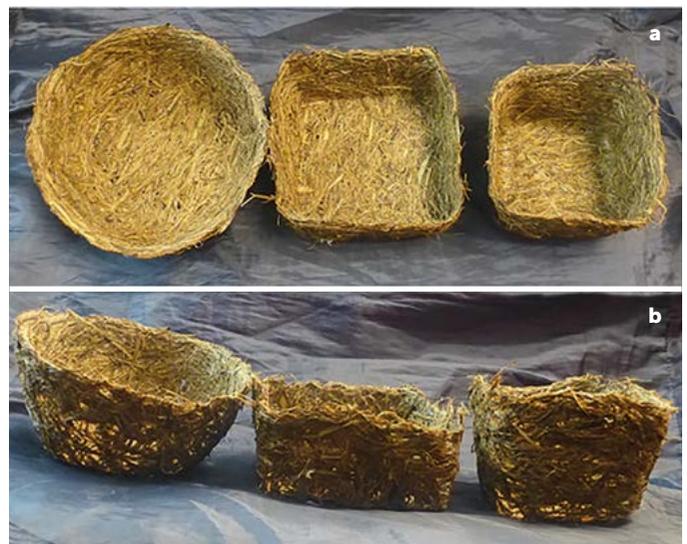
**Figura 3.** Comparación de la peor hoja con la mejor hoja obtenida de los tratamientos con Hidróxido de Calcio: a). Hidróxido de Calcio 10% y b). Hidróxido de Calcio 30%.

### Vasijas artesanales elaboradas con la fibra de celulosa

La fibra de celulosa obtenida con los tratamientos de hidróxido de calcio al 25 y 30% son las que permiten elaborar las vasijas artesanales de tipo redondo y cuadrado (Figura 4 y 5).

### CONCLUSIONES

La obtención de la fibra de celulosa con hidróxido de calcio a una concentración superior de 25% fue mayor a la obtenida con hidróxido de sodio al 10%, y también fue superior en rendimiento, pero en estos tratamientos el rechazo de paja fue mayor. Por lo que puede utilizarse como un reactivo alternativo para la obtención de la fibra de celulosa. Las características de las hojas formadas con la fibra de celulosa extraída con hidróxido de calcio mayor a 25% fue similar a las



**Figura 4.** Vasijas artesanales terminadas: a). Vista inferior y b). Vista exterior.



**Figura 5.** Vasijas artesanales decoradas.

obtenidas con hidróxido de sodio al 10%. Con la fibra de celulosa obtenida de hidróxido de calcio al 25 y 30% fue posible elaborar vasijas artesanales. Se descarta al óxido de calcio ya que su fibra fue áspera y poco manejable para elaborar hojas de papel y vasijas.

## LITERATURA CITADA

- Chávez, S.M. y Domine, M. (2013). Lignina, estructura y aplicaciones: métodos de despolimerización para la obtención de derivados aromáticos de interés industrial. *Av. Cien. Ing.* 4(4): 15-46.
- Cortínez, V.V.A. (2010). Comparación de pretratamientos en residuos forestales para la producción de bioetanol de segunda generación: hidrólisis ácida y líquidos iónicos. Universidad de Chile. Santiago de Chile. 122 p.
- García-Estrada, Y., Salgado-García, S., Bolio-López, G.I., Córdova Sánchez, S., Lagunes-Espinoza, L.C., Falconi-Calderón, R., y Veleva, L. (2017). Métodos para extraer celulosa de la paja de caña de azúcar. *Agroproductividad*, 10(10):1-8.
- López-Velázquez, L.Y., Salgado-García, S., Bolio-López, G.I., Córdova Sánchez, S., Lagunes-Espinoza, L.C., Turrado-Saucedo, J., Saucedo-Corona, A.R., Falconi-Calderón, R. (2019). Contenido de celulosa de la paja de caña de azúcar. *ERA*, 16 p (en prensa).
- Salgado-García, S., Córdova Sánchez, S. Turrado Saucedo, J., Saucedo-Corona, A.R., Fuentes Martínez, J.G., García-Estrada, Y.; López-Velázquez, L.Y.; García-Alcocer, S.K. y García-Alcocer, N.K.(2017). Papel artesanal de paja de caña de azúcar. *Agroproductividad* 10(10): 30-38.

