

Obtención de rayón viscosa a partir de fique con potencial aplicación en el sector textil colombiano

María Camila Amaya Vergara

Trabajo de grado para optar al título de:
Magíster en Diseño y Gestión de Procesos Industriales

Director
Robin Zuluaga Gallego
PhD. Ingeniero Agroindustrial

Asesor:
Cristina Castro
PhD. Ingeniero Químico

Universidad Pontificia Bolivariana
Formación Avanzada
Maestría en Diseño y Gestión de Procesos Industriales
Medellín
2018

18 Julio de 2018

Yo, María Camila Amaya V.

“Declaro que esta tesis (o trabajo de grado) no ha sido presentada para optar a un título, ya sea en igual forma o con variaciones, en esta o cualquier otra universidad” Art. 82 Régimen Discente de Formación Avanzada.

Firma

M^a Camila Amaya V.

TABLA DE CONTENIDO

1. MARCO TEORICO	1
1.1. FIBRAS	1
1.2. FIBRAS NATURALES	2
1.3. FIBRAS HECHAS POR EL HOMBRE.....	2
1.4. FUENTES DE EXTRACCIÓN DEL RAYON VISCOSA.....	3
1.4.1. Fuentes maderables.	3
1.4.2. Fuentes no maderables.	3
1.5. PROCESO DE PULPEO.....	5
1.6. CELULOSA REGENERADA	6
1.7. RAYÓN VISCOSA	7
1.8. PRODUCCIÓN RAYÓN VISCOSA.....	10
2. METODOLOGÍA.....	11
2.1. AISLAMIENTO DE LA CELULOSA DEL FIQUE (PULPA)	11
2.2. CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE FIQUE (PF) Y PULPA DE MADERA (PM) ..	13
2.2.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR).....	13
2.2.2. Determinación de azúcares por cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) y lignina klason.	13
2.2.3. Viscosidad Intrínseca.	14
2.3. DISOLUCIÓN DE LA PULPA DE FIQUE Y LA PULPA DE MADERA.....	14
2.4. PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS	15
2.5. CARACTERIZACIÓN DE LA VISCOSA SIN SOLIDIFICAR.....	17
2.5.1. Determinación de celulosa.	17
2.5.2. Índice de maduración.	17
2.5.3. Contenido alcalino.	18
2.6. CARACTERIZACIÓN DEL RAYÓN VISCOSA OBTENIDO	18
2.6.1. Propiedades mecánicas.	18
2.6.2. Análisis termogravimétrico (TGA).....	18
2.6.3. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	18
2.6.4. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR).....	19
2.6.5. Microscopia electrónica de barrido SEM.....	19
3. ANÁLISIS DE RESULTADOS	20
3.1. ANALISIS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS	20
3.2. CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE CELULOSA DE FIQUE (PF) y PULPA DE CELULOSA DE MADERA (PM)	23
3.2.1. FTIR.	23
3.2.2. Determinación de azúcares por cromatografía líquida de alta eficacia (hplc)y lignina klason.	24
3.2.3. Viscosidad intrínseca.	25
3.3. CARACTERIZACIÓN DE LA VISCOSA SIN SOLIDIFICAR.....	25

3.3.1. Determinación de celulosa.....	25
3.3.2. Índice de maduración.....	26
3.3.3. Contenido alcalino.....	27
3.4. CARACTERIZACIÓN DEL RAYÓN VISCOSA A PARTIR DE PULPA DE FIQUE Y DE PULPA DE MADERA.....	27
3.4.1. FTIR.....	28
3.4.2. TGA.....	29
3.4.3. DSC.....	30
3.4.4. Propiedades mecánicas.....	31
3.4.5. SEM.....	32
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	36
4.1 CONCLUSIONES.....	36
4.2 RECOMENDACIONES.....	36
5. PRODUCTOS.....	37
6. BIBLOGRAFIA.....	38
ANEXOS.....	46
ANEXO 1: Datos del contenido de lignina para el diseño de experimentos.....	46
ANEXO 2: Costo materias primas.....	61

LISTA DE FIGURAS Y TABLAS

Figura 1. Clasificación de las fibras según su naturaleza (Sreenivasa Murthy 2016).....	1
Figura 2. Proceso de extracción de la celulosa del fique, pulpeo.	13
Figura 3. Álcalí celulosa en agitación.....	14
Figura 4. Álcalí celulosa de fique al momento de agregar CS ₂ (a) Xantato de celulosa de fique después de la agitación de la álcalí celulosa con CS ₂ (b).	15
Figura 5. Jalea de viscosa con fique como materia prima	16
Figura 6. Diagrama del proceso para la producción de rayón viscosa	17
Figura 7. Alcalinización(a) y blanqueo (b) de las fibras de fique.....	20
Figura 8. Espectro FTIR de PF y FV	21
Figura 9. Diagrama de Pareto del diseño de experimentos	22
Figura 10. Contenido Alcalino en VF Y VM.....	27
Figura 11. Películas de Rayón Viscosa, a partir de madera (a) y a partir de fique (b)...	28
Figura 12. TGA del Rayón Viscosa de Fique	29
Figura 13. DSC de VM y VF	30
Figura 14. Propiedades mecánicas del VF y VM	31
Figura 15. Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de VF y VM.....	32
Figura 16. Imágenes de SEM de las películas de Rayón viscosa: a) VF x100. b) VM x100. c) VF x1500. d) VM x1500.....	33
Figura 17. Imágenes de SEM de la sección transversal de las películas de Rayón viscosa: a) VF x60. b) VM x60. c) VF x300. d) VM x300.	34
Figura 18. SEM de la sección transversal de las fibras de Rayón viscosa: a) VF x300. b) VM x300. c) VF x500. d) VM x500.	35
Tabla 1. Ventajas y desventajas de las celulosas regeneradas.....	8
Tabla 2. Esquemas de producción de las celulosas regeneradas	9
Tabla 3. Estructura del Diseño factorial 3 ³ para conocer las condiciones de operación para el aislamiento de la celulosa.	12
Tabla 4. Tabla ANOVA para el contenido de lignina	22
Tabla 5. Análisis de azúcares del fique (FV), pulpa de fique (PF) y pulpa de madera (PM).....	24
Tabla 6. Datos de viscosidad intrínseca.....	25
Tabla 7. Productos derivados del trabajo de grado.....	37

FIGURAS Y TABLAS EN ANEXO

Figura 19. FTIR de la corrida 1 del diseño de experimentos	47
Figura 20. FTIR de la corrida 2 del diseño de experimentos	47
Figura 21. FTIR de la corrida 3 del diseño de experimentos	48
Figura 22. FTIR de la corrida 4 del diseño de experimentos	48
Figura 23. FTIR de la corrida 5 del diseño de experimentos	49
Figura 24. FTIR de la corrida 6 del diseño de experimentos	49
Figura 25. FTIR de la corrida 7 del diseño de experimentos	50
Figura 26. FTIR de la corrida 8 del diseño de experimentos	50
Figura 27. FTIR de la corrida 9 del diseño de experimentos	51
Figura 28. FTIR de la corrida 10 del diseño de experimentos	51
Figura 29. FTIR de la corrida 11 del diseño de experimentos	52
Figura 30. FTIR de la corrida 12 del diseño de experimentos	52
Figura 31. FTIR de la corrida 13 del diseño de experimentos	53
Figura 32. FTIR de la corrida 14 del diseño de experimentos	53
Figura 33. FTIR de la corrida 15 del diseño de experimentos	54
Figura 34. FTIR de la corrida 16 del diseño de experimentos	54
Figura 35. FTIR de la corrida 17 del diseño de experimentos	55
Figura 36. FTIR de la corrida 18 del diseño de experimentos	55
Figura 37. FTIR de la corrida 19 del diseño de experimentos	56
Figura 38. FTIR de la corrida 20 del diseño de experimentos	56
Figura 39. FTIR de la corrida 21 del diseño de experimentos	57
Figura 40. FTIR de la corrida 22 del diseño de experimentos	57
Figura 41. FTIR de la corrida 23 del diseño de experimentos	58
Figura 42. FTIR de la corrida 24 del diseño de experimentos	58
Figura 43. FTIR de la corrida 25 del diseño de experimentos	59
Figura 44. FTIR de la corrida 26 del diseño de experimentos	59
Figura 45. FTIR de la corrida 27 del diseño de experimentos	60

Tabla 8. Promedios de las respuestas del diseño de experimentos en función de la Ecuación 1	46
---	----

Tabla 9. Costos Materias primas para el pulpeo de 500 g de Fique.	61
--	----

Tabla 10. Costos para producir y solidificar 300 mL de viscosa	61
--	----

ABREVIATURAS

ATR	Reflectancia total atenuada
CS ₂	Disulfuro de carbono
DP	Grado de polimerización
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
FOB	Free on board
FTIR	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier
FV	Fique Virgen
H ₂ SO ₄	Ácido sulfúrico
NaOH	Hidróxido de Sodio
PF	Pulpa de fique
PM	Pulpa de madera
TGA	Análisis termogravimétrico
VF	Rayón viscosa de fique
VF	Rayón viscosa de madera

DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS

DEDICATORIAS

Dedico este trabajo a Dios, porque sin Él nada de esto sería posible, a mis padres por alentarme a cada momento en ser una mejor persona, a mi familia por su apoyo incondicional, a Melissa, Santiago y Maria Clara que me apoyaron siempre que lo necesité. A Robín por ser el gran maestro que es y a Cristina que apoyó cada paso en este proceso, y a todos los que de alguna manera me apoyaron y colaboraron con la realización de este trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios por la culminación satisfactoria de este trabajo, a mis padres por el apoyo incondicional, a Robín Zuluaga, Melissa Cortés, Santiago Zuluaga, al Profesor Miguel Pereira del Departamento de Ingeniería Química de la Universidad de Concepción (Chile) y a todo su equipo de trabajo, al CIDI por el apoyo de la beca pasantía y a todos los que de alguna forma u otra me apoyaron en este camino.

También quiero agradecer a Maria Clara Restrepo, por introducirme en el maravilloso mundo del fique y por todo el apoyo y finalmente a Cristina Castro, por ayudarme a sacar este trabajo adelante, por ser ese apoyo incondicional y por introducirme en el mundo de la investigación, gracias por permitirme crecer, por confiar en mí y por ser un gran ejemplo a seguir.

RESUMEN

La producción de fibras textiles en Colombia ha sido básicamente de fibras sintéticas como la poliamida (nylon) y el poliéster, en empresas como Enka de Colombia, la cual produce tanto para abastecer el mercado local como para exportar. En la actualidad en el país se conocen más de 100 especies de plantas productoras de fibras naturales las cuales son utilizadas solo para hacer artesanías, cuerdas o costales, de estas especies el fique es la fibra nacional y crece casi en cualquier piso térmico. El objetivo de esta investigación es obtener un material de rayón viscosa a partir de fique, para evaluar su potencial aplicación en el sector textil.

La fibra fue cortada y blanqueada en un proceso cuyas variables como concentración de reactivo de blanqueo, temperatura y tiempo fueron determinadas con ayuda de un diseño de experimentos. La pulpa de fique obtenida fue evaluada en parámetros importantes para la producción de rayón viscosa, como el contenido de α -celulosa y el grado de polimerización, además, esta fue comparada con los valores reportados para la pulpa disponible comercialmente. Los resultados obtenidos mostraron que fue posible obtener una pulpa de celulosa de fique con valores de α -celulosa y un grado de polimerización suficiente para su utilización en un proceso de generación de rayón viscosa

Una vez se aseguró que la pulpa de fique tuviera características aptas para la producción de rayón viscosa, se procedió a hacer la regeneración de la pulpa de fique (PF) y de una pulpa de madera comercial (PM), esta última para efectos comparativos. Las características químicas, mecánicas y térmicas de la viscosa obtenida de ambas fuentes se determinaron con miras a analizar su posible aplicación en la industria textil.

La viscosa obtenida de la pulpa de celulosa de fique presentó la estructura química típica de una celulosa tipo II y un comportamiento mecánico y térmico similar a la obtenida de una pulpa de madera comercial, lo que indica que esta podría ser utilizada en la generación de filamentos para el sector textil.

ABSTRACT

The production of textile fibers in Colombia has been basically synthetic fibers such as polyamide (nylon) and polyester, by companies such as Enka de Colombia, which produces them to supply the local market and to export. At present more than 100 species of plants producing natural fibers in the country which are used only to make handicrafts, ropes or sacks, of these species fique is the national fiber and grows in almost any thermal floor. The objective of this research is to obtain a viscose rayon material from fique, to evaluate its application in the textile industry.

The fiber was cut and bleached in a process whose variables as concentration of bleaching reagent, temperature and time were determined with the help of an experimental design. The fique pulp obtained was evaluated in important parameters for viscose rayon production, as the content of α -cellulose and the degree of polymerization, in addition, these were compared with the values reported for the commercially available pulp. The results obtained showed that it was possible to produce a fique cellulose pulp with a sufficient α -cellulose content and degree of polymerization for its use in a viscose rayon generation process.

Once it was ensured that the pulp of fique had suitable characteristics for the production of viscose rayon, the regeneration of the pulp of fique (PF) and a commercial wood pulp (PM) was proceeded, the latter for comparative purposes. The chemical, mechanical and thermal characteristics of the viscose obtained from both sources were determined in order to analyze its possible application in the textile industry. The viscose obtained from fique cellulose pulp presented the typical chemical structure of a type II cellulose and a mechanical and thermal behavior similar to viscose from a commercial wood pulp, which indicates that it could be used in the generation of filaments for the textile sector.

INTRODUCCIÓN

En la última década Colombia se ha situado como el tercer país con mayor crecimiento en el sector textil y moda luego de países como México y Perú. Esta industria es una de las más antiguas del país, genera el mayor número de empleos y representa el 5 % del Producto Interno Bruto (PIB) nacional y el 3% de las exportaciones (Procolombia 2015).

A pesar de que esta industria es uno de los motores principales del país y tiene empresas como Fabricato y Enka de Colombia que generan exportaciones de más de 71 y 66 millones de USD free on board (FOB) al año, respectivamente, las materias primas utilizadas en sus procesos son importadas. Dentro de las principales importaciones se encuentran las fibras textiles (elemento básico para cualquier proceso textil). Las importaciones en el país de fibras e hilazas suman más de 340 millones de USD y para el 2017, la fibra de mayor importación fue el algodón con alrededor 118 millones de dólares ubicándose como el insumo más comprado en el exterior (Diagonal 2017; Legiscomex 2012).

Dada las condiciones del mercado frente a la fluctuación y aumento del dólar, la industria textil viene experimentando un incremento de la producción, lo que hace que aumente también la importación de materias primas que podrían producirse en el país.

La producción de fibras textiles en Colombia ha sido básicamente de fibras como la poliamida (nylon) y el poliéster, en empresas como Enka de Colombia, la cual produce tanto para abastecer el mercado local como para exportar. Sin embargo, existen otras fibras hechas por el hombre de amplio consumo nacional como el rayón viscosa, utilizada para, blusas, lencería, forros; sabanas, manteles, colchas, toallas higiénicas, vendajes, armazón de neumáticos entre otros, las cuales se producen por medio de la regeneración química de la celulosa de madera o algodón.

Dado que Colombia no es un país de producción de maderas en rollo o pulpas de celulosa y tampoco produce suficiente algodón, esta fibra artificial no se genera en el país y en lo corrido del año compañías como Miratex, Fabricato y Coltejer han importado más de 240 toneladas de rayón viscosa (Infoexim 2017). Sin embargo, Colombia si cuenta en su inventario con otras fuentes de celulosa como las fibras naturales, las cuales tienen el mismo potencial para convertirse por vía química en rayón viscosa.

En el país se han reconocido más de 100 especies de plantas productoras de fibras naturales, y se especula que hay muchas más por conocer (Linares et al. 2008). El fique es considerado como la fibra nacional y se desarrolla en suelos fértiles, profundos, secos o sueltos de zonas tropicales. Esta es similar a otras fibras como el Jute y el Sisal (Finagro 2013). La planta se reconoce por tener tallos de hasta 1,5 m de alto, hojas carnosas con 20 cm de ancho, dispuestas en forma de roseta de color verde y flores de color blanco verdoso (Morales and Peláez 2002).

Debido a que la fibra presenta tacto tosco, áspero y de color dorado, por sí sola no se aplica en el campo de vestuario y es más usada para artesanías, redes, costales y cuerdas, representando baja fuente de ingresos para sus productores y desestimulando su cultivo (Linares et al. 2008; Morales and Peláez 2002). Una hectárea de fique puede producir 2 ton/año de fibra, lo que representa 1,26 ton de celulosa, mucho más que las 0,88 ton al año que se producen por hectárea sembrada de algodón (Enciso et al. 2010; Peinado et al. 2006). Un kilogramo de fique puede costar alrededor de 1800 pesos colombianos lo cual es muy poco para el proceso productivo de extracción realizado por comunidades campesinas, por lo que se hace necesario generar mayor valor agregado a esta materia prima. Por lo tanto, teniendo en cuenta que las fibras textiles artificiales como el rayón viscosa ocupan el segundo lugar en exportación nacional y que el fique presenta una composición de 63 % de celulosa (materia prima para la producción de rayón viscosa) y está siendo una materia prima de bajo valor agregado en el país, en este trabajo se evalúa la posibilidad de producir rayón viscosa a partir de fique, en forma de películas para evaluar sus características y verificar su posible implementación en el sector textil.

1. MARCO TEORICO

1.1. FIBRAS

Una fibra es la unidad elemental de cualquier textil, se caracteriza por tener una longitud de al menos 100 veces su diámetro, sus propiedades dependen de su naturaleza y de la estructura interna y externa y son éstas las que le dan a un textil sus bondades. Su clasificación está determinada por su composición química, y en especial por su origen ya sea natural o hecha por el hombre (Hollen and Saddler 2002; Houck 2009).

Las fibras naturales son aquellas que se encuentran como tal en su estado virgen o necesitan de procesos sencillos para ser extraídas de las hojas o del tallo de las plantas, por su parte las manufacturadas son aquellas que se elaboran a partir del procesamiento de un polímero natural (fibras artificiales) o de un polímero sintético (fibras sintéticas), cuya solución polimérica pasa por un proceso de extrusión para la elaboración de filamentos (Houck 2009).

Las fibras artificiales o regeneradas están hechas a partir de una sustancia natural ya sea de fuente celulósica, proteica, alginatos, cauchos entre otras (Sreenivasa Murthy 2016). Las fibras sintéticas en cambio no tienen como base principal una fuente natural si no que en su mayoría son derivadas de fuentes petroquímicas (COOK 2001c). En la Figura 1 se puede ver un breve diagrama de cómo se clasifican las fibras según su naturaleza.

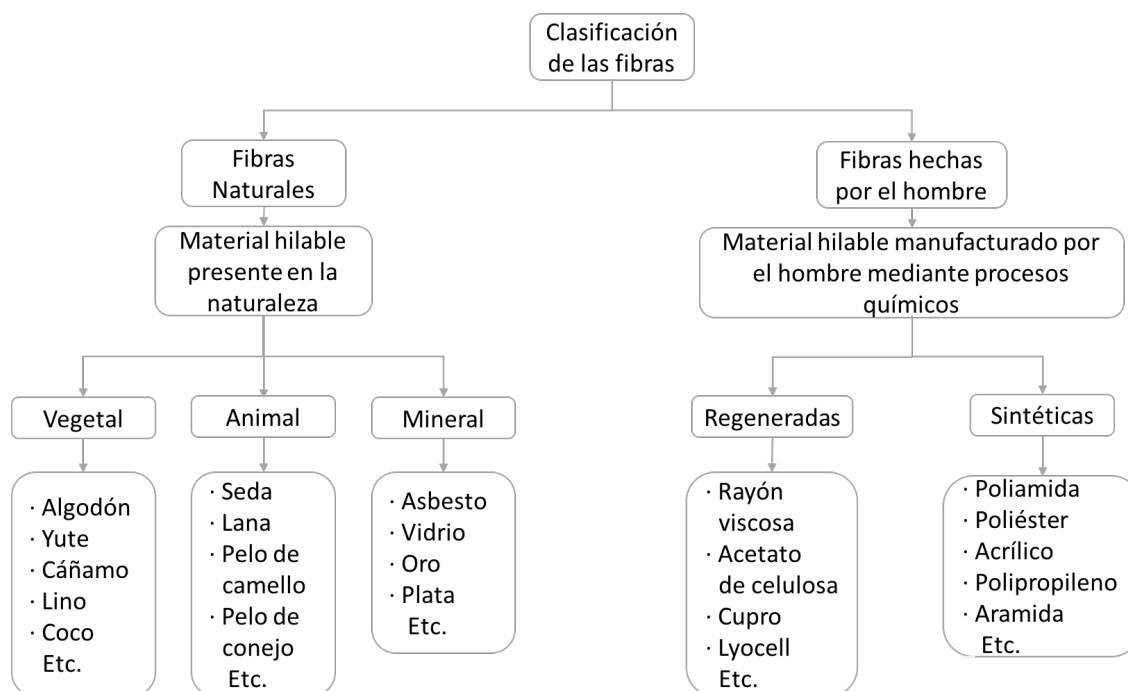


Figura 1. Clasificación de las fibras según su naturaleza (Sreenivasa Murthy 2016)

1.2. FIBRAS NATURALES

Las fibras naturales han sido usadas por el hombre desde el año 7000 a.C aproximadamente (Burnham 1965). Estas pueden ser de origen animal, mineral o vegetal. Se caracterizan por ser permeables, higroscópicas, capaces de liberar humedad, poco nocivas, y en comparación a las fibras hechas por el hombre son poco inflamables y biodegradables (Kozłowski, Mackiewicz-Talarczyk, and Barriga-Bedoya 2010).

Las de origen animal, son fibras proteicas, pueden provenir del pelo de un mamífero como la lana, la vicuña, el mohair, el cabello de camello, el cachemir, entre otros o de secreciones como la seda, proveniente de gusanos y de arañas. Se componen de cadenas de polipéptidos con grupos funcionales tanto ácidos como básicos (Hollen and Saddler 2002). Las fibras de origen mineral son de naturaleza inorgánica, como los asbestos y el basalto (Huber 2012).

En el presente trabajo nos enfocaremos en el estudio de las fibras vegetales como materia prima. Estas son provenientes de cualquier recurso vegetal en donde la fibra se puede separar fácilmente de los materiales que la rodean (lignina, hemicelulosa, ceras, pectinas) y se clasifican según el lugar de donde se extraen como semillas, frutos, tallos u hojas (Young 2004). Se podría decir que son el “esqueleto” de las diversas y complejas estructuras de la naturaleza (COOK 2001d). La mayoría de las fibras utilizadas en el sector textil son extraídas de fuentes lignocelulósicas como el lino, yute, kenaf, cáñamo, abacá, cabuya o fique, piña y el bambú (Kozłowski and Mackiewicz-Talarczyk 2012).

Las fibras vegetales desde muchos siglos atrás se han empleado en la solución de algunas necesidades de la humanidad, como por ejemplo en aspectos como la construcción, vestido, pesca, entre otros. Situándose como el segundo recurso más importante en la economía mundial obtenido de plantas, después de los alimentos. En Colombia se han llegado a encontrar más de 100 especies productoras de fibras poco conocidas, que en su mayoría se emplean para uso artesanal en: tejidos, cuerdas, mochilas, sombreros, papel, canastos, cinturones, muebles, entre muchos otros productos. Sin embargo, las dos fibras más utilizadas en la economía nacional con cultivos extensivos son el algodón, para prendas de vestir y el fique, para elaborar empaques y artesanías (Linares et al. 2008).

1.3. FIBRAS HECHAS POR EL HOMBRE

Estas han aparecido gracias a la necesidad del hombre por encontrar nuevas alternativas para las necesidades y exigencias del entorno. Independiente de su naturaleza, se fabrican por extrusión de una sustancia formadora de fibra en forma líquida, la cual pasa a través de unos orificios finos en una hilera, los filamentos se comienzan a endurecer mediante varios métodos (dependiendo de su naturaleza) y se estiran para obtener hilos

de la longitud deseada. Estas se comercializan en presentación de filamento o fibra cortada (COOK 2005).

Como se mencionó anteriormente las fibras artificiales o regeneradas son aquellas fibras que como materia prima poseen una fuente natural, e intentan imitar la naturaleza y su productos (Sreenivasa Murthy 2016). Entre las que se, el rayón viscosa, el cupro, acetato de celulosa, tencell (marca registrada de lyocell), entre otras. Por otra parte las fibras sintéticas son aquellas que el hombre a manufacturado completamente, no buscan imitar la naturaleza y no tienen una fuente natural dentro su proceso (COOK 2005). Entre las que se conocen el poliéster, poliamida, expandex, acrilicas, entre otras.

1.4. FUENTES DE EXTRACCIÓN DEL RAYON VISCOSA

Normalmente para la producción u obtención de celulosa regenerada, la materia prima más utilizada es la pulpa de celulosa proveniente de fuentes maderables o de borras de algodón. Por la contaminación ambiental, y la búsqueda de nuevos recursos algunas fuentes no maderables de celulosa están siendo evaluadas como materia prima para la regeneración de celulosa (Sugesty, Kardiansyah, and Hardiani 2015).

1.4.1. Fuentes maderables.

Como bien se sabe, la madera es una de las fuentes renovables para la obtención de biopolímeros (Polaskova et al. 2013). Es la fuente de celulosa más abundante y más explotada industrialmente, por ende, es la más utilizada para la regeneración de la misma.

De acuerdo con una comparación de los autores Haule, Carr, and Rigout (2016), las películas regeneradas a partir de celulosa de pino presentan mayor cristalinidad de acuerdo con la difracción de rayos-X en comparación con las otras fuentes de celulosa (borras de algodón, celulosa micro cristalina y bambú), fueron las que exhibieron mejor resistencia y formación de película, junto con el mayor ángulo de contacto, demostrando ser el material más hidrófobo de los tres (Burnham 1965; Haule, Carr, and Rigout 2016).

Otra de las fuentes maderables más utilizadas es el eucalipto, ya que sus pastas kraft se convirtieron durante las últimas tres décadas en una materia prima de papeles para imprimir, escribir y para algunas aplicaciones especiales como el rayón viscosa (Lima 2003). Se ha demostrado que tiene una buena reactividad (Köpcke 2010), aunque en el proceso para regenerarse como acetato aún presenta problemas de hilatura (Atalla and Isogai 2010) y como materia prima para la producción de Lyocell con líquidos iónicos, ha mostrado buen desempeño según Sixta et al. (2015) y Casas et al. (2013).

1.4.2. Fuentes no maderables.

La producción de rayón viscosa a partir de fuentes poco convencionales diferentes a la madera está aún en estudio, ya que el mercado está liderado por las fuentes maderables (Sixta 2008) y los procesos de extracción varían dependiendo del tipo

de fibra y sus contenidos extraíbles según su naturaleza (Heinze 2016). En la literatura se presentan reportes de rayón viscosa de las siguientes fuentes no maderables:

Bambú.

Es una de las fuentes para la regeneración de celulosa que se ha destacado en los últimos años, es una planta que tiene crecimiento relativamente rápido y en total tiene 1.250 especies en 75 géneros (Scurlock, Dayton, and Hames 2000). Esta contiene de 40-50 % de celulosa en su composición y es comparable con algunas fuentes maderables que tienen de 38-56 % de celulosa (Mimms 1993), su pulpa tiene una baja viscosidad comparada con las fuentes maderables, lo cual limita su uso para ciertas aplicaciones que requieren mayor grado de disolución tales como acetato y nitrato; pero es útil para la producción de rayón viscosa y derivados de la carboximetilcelulosa (CMC) (Batalha et al. 2012).

Sugesty et al. estudiaron 4 tipos de bambú para la producción de pulpa con el fin de obtener rayón, en donde lograron observar que las pulpas tenían más de 94 % de celulosa y cumplían con los estándares nacionales para ser usados para la regeneración de celulosas (Sugesty, Kardiansyah, and Hardiani 2015).

Borras de Algodón.

Son el desperdicio que se genera después de que el algodón es sometido a procesos textiles. Estas son fibras muy cortas o con baja resistencia mecánica, que presentan excelentes características para regenerar celulosa ya que se componen en más de un 80 % de est (Polyutov A. et al. 2000).

Con los resultados obtenidos por Pang et al. (2015) se realizó una comparación de diferentes fuentes celulósicas (borras de algodón, pino, celulosa micro cristalina y bambú) para la obtención de películas, las cuales se disolvieron con líquidos iónicos. De esto se obtuvo que las películas de algodón se solubilizaron completamente, gracias al bajo contenido de residuos de hemicelulosa, fueron las más homogéneas y con menos rugosidad acorde a las imágenes presentadas por microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía de fuerza atómica (AFM), además de que presentaron la mejor estabilidad térmica en comparación a las otras películas de acuerdo con el análisis termogravimétrico (TGA) (Pang et al. 2015).

Caña de Azúcar/Bagazo.

La caña de azúcar es una hierba perenne, que se adapta a la mayoría de climas tropicales y subtropicales. Es originaria de Asia, pero se produce alrededor de todo el mundo, se utiliza más que todo para la producción de etanol, azúcar, bebidas y dulces. Al año se generan alrededor de 80 millones de toneladas de desperdicio de este bagazo en 8,4 millones de hectáreas de tierra (Conab. 2012). Debido a que su contenido de celulosa, que es del 40 % (Hon 1995), es una de las materias primas que está emergiendo para la obtención de celulosa regenerada acorde con los autores Andrade and Colodette (2014). Las pulpas

resultantes de esta son de baja viscosidad para ser hiladas, sin embargo son viables para la producción de rayón (Andrade and Colodette 2014).

Cañamo.

Actualmente la empresa japonesa Isai Kasei ha desarrollado fibras de rayón viscosa a partir de cáñamo, en filamento y fibra cortada, que ha demostrado tener buen comportamiento como reemplazo del algodón, ya que tienen mejor absorción y dispersión de los líquidos, junto con propiedades antibacterianas al igual que el cáñamo natural (Jianchun 2010). Debido a sus buenas características de absorción existe un método patentado en donde se utiliza la fibra producida para su uso en pañales y toallas higiénicas (Huawei and Xiuzhen 2015).

Yute.

En China se ha desarrollado una patente que describe el método para la preparación de rayón viscosa a partir de yute. Que comienza con la alcalinización de pulpa de celulosa de yute con un grado de polimerización (DP) de 400 a 450, el cual no es necesario ajustar. En el procedimiento se omite el paso de envejecimiento de la pulpa, evitando ruptura brusca de cadenas moleculares. Las fibras resultantes tienen una rotura en seco de 2,30 cN/dtex y en húmedo de 1,30 cN/dtex la cual tiene mayor resistencia que la de una fibra de viscosa comercial (a partir de madera o algodón) que tiene una resistencia en seco de máximo 2 cN/dtex y en húmedo de 1,1 cN/dtex (Houck 2009).

1.5. PROCESO DE PULPEO

El proceso de pulpeo se basa en “liberar” las fibras de celulosa fijadas en la madera o en la matriz de una planta. Aproximadamente el 90% de la producción mundial de pulpa es a partir de madera, mientras que el 10% restante se produce a partir de otras plantas (Sixta 2008). El proceso de extracción de las fibras se puede hacer mecánico y/o químicamente. El proceso mecánico requiere de mucha energía y consiste en pasar la madera por una serie de equipos de reducción de tamaño de partícula como molinos o trituradores y luego procesarla por un refinador, normalmente estos procesos requieren de un proceso químico posterior. El proceso químico se basa en ablandar la matriz en donde está contenida la fibra mediante el uso de diversos reactivos (Brännvall 2009; Heinze 2016)

El proceso de pulpeo químico tiene su origen en el siglo XVI, pero ha pasado por una serie de modificaciones y combinaciones. El más conocido e implementado comercialmente implica reactivos alcalinos, con bisulfito y con sulfato, conocido como pulpeo kraft, el cual en combinación con tratamientos térmicos y mecánicos, puede generar diferentes calidades de pulpa (Heinze 2016; Sixta 2008).

En el pulpeo Kraft se busca obtener la celulosa con alto contenido de α -celulosa modificando la estructura de la lignina con el uso de un álcali fuerte, la presencia de iones de bisulfuro y la ayuda de altas presiones (más de 90 bar) y altas temperaturas de 150 –

170 °C en una primera etapa, seguido de un blanqueo normalmente con compuestos clorados (Gellerstedt 2015; Keijsers, Yilmaz, and Van Dam 2013).

Para el proceso de filamentos continuos de rayón viscosa se utilizan pulpas con alto contenido de α -celulosa (>89%) (Khristova et al. 2006), sin embargo para el procesamiento de fibras cortadas de rayón viscosa es posible usar pulpas de bajo nivel de α -celulosa, las cuales se pueden usar en vestuario o en medicina (Sixta 2008).

En la actualidad la industria ha intensificado sus esfuerzos para minimizar la contaminación derivada de los procesos de despulpado y blanqueo. Con el uso de diferentes agentes menos contaminantes, como los blanqueadores sin cloro (Khristova et al. 2006), en consecuencia en el presente trabajo se realizó una alcanización con hidróxido de sodio (NaOH) y un proceso de blanqueamiento con peróxido de hidrógeno.

1.6. CELULOSA REGENERADA

La celulosa es el polímero renovable más abundante sobre la tierra, constituye en gran parte la estructura de las plantas y se producen aproximadamente 1,5 x 10¹² toneladas al año (Huber 2012). Fue descubierta por Anselme Payen quien la definió como un carbohidrato compuesto por glucosa. En sí, la celulosa es un polisacárido compuesto químicamente por unidades de glucopiranosas que cuando se unen en pares forman la celobiosa, dímero que se repite conformando largas cadenas. Estas se ensamblan con otras de forma adyacente por puentes de hidrógeno intermoleculares con altas características estructurales. Gracias a los grupos hidroxilo, la celulosa tiene la capacidad de ser hidrofílica y mantener una humedad de 8-12,6 % (J. Chen 2014; Huber 2012) y es esta característica además de su resistencia y bajo costo la que la hacen uno de los materiales más apetecidos en el campo textil.

La fibra celulósica más conocida en la industria textil es el algodón, el cual se compone en más de un 90 % de celulosa y presenta otras características como su absorción de humedad y fácil coloración. Se comenzó a utilizar desde antes de que el lino fuera descubierto en países como Egipto, China, India y Perú, convirtiéndose hoy por hoy en la “columna vertebral” del comercio textil a nivel mundial (COOK 2001e). Adicionalmente, el cultivo de algodón ha sido importante para la industria de diversos países gracias a su adaptabilidad a diferentes condiciones climáticas, tanto que al año se cultivan más de 10 millones de toneladas a nivel mundial (COOK 2001b; Statista 2016).

También existen otras fuentes de celulosa utilizadas en la industria textil como el jute, el lino, el fique, el sisal y el cáñamo, las cuales se componen en más de un 50 % de su estructura de celulosa (Köpcke 2010), pero aunque tiene características similares al algodón no son aptas para la elaboración de bases textiles para vestuario. Por lo cual el hombre decidió hacer regeneración de la celulosa presente en estas fibras o de otras fuentes vegetales, para reproducir las características deseadas de las fibras de algodón, siendo el rayón viscosa la fibra celulósica regenerada más conocida hoy en día.

La primera fibra artificial hecha por el hombre aplicada al campo textil y de vestuario fue la celulosa regenerada. Dependiendo de su proceso de producción y de su estructura química final, existen diferentes tipos de celulosas regeneradas como: el lyocell, la cupro, el acetato y el rayón viscosa (Jinghuan Chen et al. 2015). Esta última fue descubierta en 1821, sin embargo, se hizo comercial hasta el año 1905 y en 1930 se conoció con el nombre industrial rayón. A la fecha de hoy se han encontrado diversos avances en cuanto al proceso productivo, en donde se ha reducido el impacto ambiental y se ha mejorado la calidad de la fibra. Su aspecto es similar al de la fibra de seda, aunque químicamente son muy diferentes, las fibras son lustrosas y suaves, las telas se reconocen por ser sedosas, tener una buena caída y una buena absorción a la humedad (Jinghuan Chen et al. 2015; COOK 2001a; Huber 2012).

Existen diferentes formas de producir celulosa regenerada, con las cuales se obtienen distintos tipos de fibra, sus ventajas y desventajas en cuanto a su producción y características se resumen en la Tabla 1. Para su producción hay que tener en cuenta que la celulosa es un polímero muy resistente y no es fácil de disolver debido a los enlaces de hidrógeno intermoleculares que presenta y por ende no se pueden usar disolventes comunes. Para hacer posible su dilución los solventes más conocidos son: disulfuro de carbono con hidróxido de sodio (NaOH), dimetilacetamida/cloruro de litio (DMAc/LiCl), óxido N-metilmorfolin (NMMO) y los líquidos iónicos (Casas et al. 2013; J. Chen 2014) que han dado lugar a fibras basadas en celulosa como la rayón viscosa, lyocell, cupro y el acetato de celulosa, que han dado lugar a fibras basadas en celulosa como la rayón viscosa, lyocell, cupro y el acetato de celulosa, en la Tabla 2 se presenta un esquema de cada uno de estos procesos. Sin embargo, el rayón viscosa es la fibra más consumida debido a su gran hidrofiliadad y porque ha impuesto los parámetros de calidad en el mercado (Albrecht 2007; Lenzing 2006).

1.7. RAYÓN VISCOSA

Fue descubierta en 1891 por Cross et al., pero solo se hizo comercial hasta el año 1905 y en 1924 le fue acuñado el nombre de Rayón por Kenneth Lord gracias a un concurso nacional (Sreenivasa Murthy 2016). A la fecha de hoy se han encontrado diversos avances en cuanto al proceso productivo, en donde se ha reducido el impacto ambiental y se ha mejorado la calidad de la fibra (Jinghuan Chen et al. 2015; COOK 2001a; Huber 2012).

Como se mencionó anteriormente, el rayón viscosa es el proceso de regeneración de celulosa más consumido, ya que se desarrolló hace más de 100 años y es el proceso que domina el mercado de los polímeros regenerados. En este último siglo la capacidad global de viscosa ha ido aumentando, sumando el hecho de que su producción está aumentando alrededor de 6,7 % por año, lo cual es un panorama alentador para la fibra, mientras que el del poliéster tiene un crecimiento 6,6% por año (Wang, Lu, and Zhang 2016).

Tabla 1. Ventajas y desventajas de las celulosas regeneradas

Tipo de celulosa regenerada	Ventajas	Desventajas	Referencias
Rayón viscosa	1. Su procesamiento es de bajo costo. 2. Tiene buena absorción. 3. Se tiñe con facilidad. 4. Tiene una muy buena caída.	1 Tiene baja resistencia mecánica en húmedo.	(COOK 2001a) (Jinghuan Chen et al. 2015) (Hearle 2001) (Jiang 2011)
Cupro	1. Tiene buena absorción. 2. Fácil de teñir. 3. Es la celulosa regenerada más suave, muy similar a la seda. 4. Su sección transversal es casi redonda.	1. Es un proceso difícil de escalar y altamente costoso en comparación con los procesos de otras celulosas regeneradas. 2. Baja resistencia mecánica en húmedo. 3. Requiere de materia prima muy pura para su producción.	(COOK 2001a) (Jinghuan Chen et al. 2015)
Acetato y tricótate de celulosa	1. Tienen un alto grado de orientación. 2. Es el derivado de celulosa industrialmente más utilizado. 3. Es altamente hidrofóbica.	1. Tiene un proceso complejo para su producción.	(Saeed et al. 2016) (Huber 2012) (COOK 2001a)
Lyocell	1. El disolvente se puede recuperar en más de un 90 %. 2. Es la fibra celulósica de mayor resistencia en seco. 3. Tiene mayor absorción gracias a su tendencia a la fibrilación	1. El sistema requiere altas temperaturas.	(Hearle 2001) (Jiang 2011) (Ozipek 2014) (Zhang et al. 2014) (J. Chen 2015)

Tabla 2. Esquemas de producción de las celulosas regeneradas

Esquema del proceso del rayón viscosa (Strunk 2012)	Esquema del proceso del Cupro (Sreenivasa Murthy 2016)
Esquema del proceso del acetato de celulosa (Sreenivasa Murthy 2016)	Esquema del proceso del Lyocell (Rosenau et al. 2001)

Durante su proceso de regeneración la celulosa nativa o tipo I se transforma en el alomorfismo tipo celulosa II (termodinámicamente más estable), en forma de rayón viscosa. El rayón viscosa se forma luego de que la pulpa se merceriza, es diluida en disulfuro de carbono (CS_2), y finalmente se regenera en un baño ácido. Hay que tener en cuenta que la celulosa II es menos accesible (reactiva) que la celulosa I, ya que sus estructuras se mantienen unida por un mayor número de puentes de hidrógeno que la celulosa tipo I, dando lugar a un empaquetamiento del material más estricto (Kvarnlöf 2007).

1.8. PRODUCCIÓN RAYÓN VISCOSA

Su producción comienza con la alcalinización de la pulpa de celulosa (mercerización), con NaOH a una concentración alrededor del 18 % (p/p), en esta etapa la celulosa pasa de ser celulosa tipo I a celulosa alcalina, la cual tiene mayor reactividad. Luego la mezcla se deja envejeciendo para que entre en contacto con el oxígeno y se disminuya la longitud de las cadenas poliméricas por la oxidación (H. Eriksson 2014). El proceso para diluirla se realiza con CS_2 lo que da lugar a la formación de xantato de celulosa, en este paso la mezcla se torna de un color amarillo (COOK 2001a), acto seguido está se deja madurando durante un día para promover la redistribución de las cadenas permitiendo reducir la insolubilidad de las moléculas de la celulosa en agua y finalmente la mezcla se filtra y se lleva al proceso de hilatura en húmedo. Los filamentos se solidifican en un baño que contiene ácido sulfúrico, sulfato de sodio y sulfato de cinc, el xantato de celulosa se acidifica con ácido sulfúrico, los iones del sulfato de cinc ayudan a la reformación de las cadenas y el sulfato de sodio permite una coagulación rápida. En el baño de coagulación el xantato de celulosa cambia a una fibra sólida de celulosa (COOK 2001a). En la Figura 6, se presenta un breve esquema del procedimiento anterior mente descrito aplicado a las condiciones de trabajo que se utilizaran en la metodología.

2. METODOLOGÍA

Este capítulo describe la metodología que se siguió para la obtención del rayón viscosa y el aislamiento del material. De la misma manera se especifican los ensayos y los equipos utilizados para la caracterización física y química del material obtenido.

Todos los reactivos fueron suministrados por los grupos de investigación GRAIN y GINUMA de la Universidad Pontificia Bolivariana. El fique se obtuvo en AFAS, Asociación de figueros de San Vicente, del municipio de San Vicente ferrér en Antioquia.

2.1. AISLAMIENTO DE LA CELULOSA DEL FIQUE (PULPA)

Se comenzó cortando las fibras de fique con guillotina a una longitud menor de 1 cm y se pasaron por un molino de cuchillas, Retsch SM 100, con el fin de reducir su tamaño.

En primera instancia para poder aislar la celulosa fue necesario un proceso de alcanización, ya que las moléculas de celulosa no permanecen estables bajo efectos de álcalis fuertes y hacen que la estructura se hinche dando como resultado una estructura con mayor acceso a los reactivos de tratamientos posteriores (Strunk 2012). El proceso se realizó con hidróxido de sodio (NaOH) al 5% con una relación de baño 1/20 (p/v) durante 1 h a 60 °C con agitación constante. Posteriormente la fibra se lavó con abundante agua.

Para determinar las condiciones más idóneas para obtener una pulpa con alto contenido de α -celulosa (reducido contenido de lignina y hemicelulosas), se realizó un diseño factorial 3^3 de forma aleatoria, en donde los factores fueron la temperatura con valores de 60, 70 y 80 °C, el tiempo con valores de 30, 45 y 60 min. y la concentración de peróxido de hidrogeno a 1, 3 y 5 %. Para evitar la sistematización del error se hizo la aleatorización de este diseño tal como lo muestra la Tabla 3, con 2 repeticiones.

La variable respuesta se midió en función de la relación de intensidades de los picos de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), correspondientes a la vibración de la lignina en 1500 y se tomó como banda invariante 1160 cm^{-1} , para efectos de normalización (Rodrigues, Faix, and Pereira 1998), ver Ecuación 1.

$$\frac{\text{Intensidad } 1500\text{cm}^{-1}}{\text{Intensidad a } 1160 \text{ cm}^{-1}}. \text{ (Ecuación 1)}$$

Los análisis de FTIR serán realizados en un espectrómetro Thermo Nicolette 6700 series con reflexión total atenuada (ATR) y cristal de diamante, en un rango de 4000 a 400 cm^{-1} con 64 barridos por muestra (Zuluaga et al. 2009).

Tabla 3. Estructura del Diseño factorial 3^3 para conocer las condiciones de operación para el aislamiento de la celulosa.

Corrida	Temperatura	Tiempo	Concentración peróxido
	°C	min	%
1	70	30	5
2	60	30	3
3	70	30	3
4	80	30	5
5	80	60	3
6	80	60	5
7	60	45	5
8	70	30	1
9	70	60	5
10	80	30	3
11	80	45	5
12	60	30	5
13	60	60	5
14	80	45	3
15	70	60	3
16	70	45	1
17	60	30	1
18	60	45	3
19	80	60	1
20	70	45	3
21	70	45	5
22	70	60	1
23	80	30	1
24	60	60	1
25	60	45	1
26	80	45	1
27	60	60	3

El proceso final que aseguró menor cantidad de componentes no celulósicos (mayor contenido de α -celulosa) fue utilizado para procesar 500 g de fique para obtener la pulpa blanqueada de fique (PF) a utilizar en la producción de viscosa, en la Figura 2 se resume el proceso realizado.

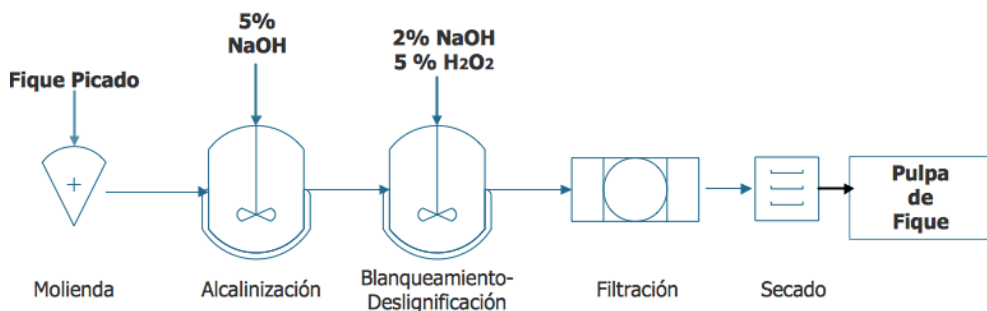


Figura 2. Proceso de extracción de la celulosa del fiqué, pulpeo.

2.2. CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE FIQUE (PF) Y PULPA DE MADERA (PM)

Con el propósito de comparar las características de la pulpa blanqueada de fiqué (PF) con una pulpa blanqueada de madera (PM) disponible comercialmente se realizaron los siguientes análisis:

2.2.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR).

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier se realizó con el fin de comparar de manera cualitativa la estructura química de la pulpa de ambos orígenes. Los análisis se realizaron en un espectrómetro Thermo Nicolette 6700 series con reflexión total atenuada (ATR) y cristal de diamante, en un rango de 4000 a 400 cm^{-1} con 64 barridos por muestra (Zuluaga et al. 2009).

2.2.2. Determinación de azúcares por cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) y lignina klason.

Este se realizó con el fin de saber el contenido de celulosa, lignina, hemicelulosas y otros componentes no celulósicos presentes en ambas pulpas. Estos fueron realizados en la Universidad de Concepción, Chile. Para el análisis fue necesario pesar 0,30 g de muestra de pulpa en un tubo de ensayo y se les adicionó 3 ml de una solución de H_2SO_4 al 72,0 $\pm$ 0,2%. Las muestras se pretrataron a 30 °C durante 30 min en un baño termoregulado, homogenizando las muestras cada 5 minutos por agitación. Una vez finalizada esta etapa, se transfirió cuantitativamente el contenido de cada tubo a matraces Erlenmeyer con agua y se los llevó a autoclave a 121 °C por una hora. El licor frío obtenido se filtró a través de un crisol filtrante gooch N°4, previamente tarado. El residuo obtenido (lignina insoluble en ácido) se lavó con 250 ml de agua destilada y se secó en estufa a 105°C hasta obtener peso constante. El contenido de lignina soluble en ácido se determinó por espectrofotometría a 205 nm.

Del licor del filtrado que se tomó una alícuota de 5 ml, la cual se filtró nuevamente a través de un filtro de membrana de PVDF de 0,22 μm de tamaño de poro. La concentración de los carbohidratos se cuantificó utilizando un HPLC Waters, que dispone de una columna HPX 87H (Bio-Rad), con detector IR (índice de

refracción), a un flujo de 0,6 ml/min, a 35 °C, y con una solución de ácido sulfúrico 5 mM como fase móvil. El volumen de inyección fue de 20 µl. La determinación de los carbohidratos se realizó cuantificando la concentración de los azúcares: glucosa, celobiosa, xilosa/manosa y arabinosa., celobiosa, xilosa/manosa y arabinosa.

2.2.3. Viscosidad Intrínseca.

La viscosidad intrínseca es una medida del peso molecular del polímero o del grado de polimerización, en función de la demanda de volumen de una sola cadena de polímero en una solución de cuprietilendiamina, estos valores están estrechamente relacionados a la viscosidad que tendrá el rayón viscosa y finalmente a su calidad. Estos ensayos fueron realizados en la Universidad de Concepción, Chile.

2.3. DISOLUCIÓN DE LA PULPA DE FIQUE Y LA PULPA DE MADERA

Para efectos de comparación del rayón viscosa obtenido de ambos orígenes, ambas pulpas fueron tratadas bajo las mismas condiciones de procesado descritas a continuación:

Se pesaron 20 g de muestra de pulpa de celulosa, y se introdujeron en una solución de NaOH al 19% durante 1 h con agitación constante de 500 rpm, pasado este tiempo se retiró el exceso de NaOH con ayuda de una prensa hidráulica hasta dejar las muestras de 2,6 a 3 veces su peso inicial, una vez hecho esto se dejaron las muestras de álcali celulosa durante 24 h con agitación constante de aproximadamente 256 rpm (Figura 3) (Burroughs and Levine 1962; H. Eriksson 2014; Jangala and Rong 2007).



Figura 3. Álcali celulosa en agitación

Pasadas las 24 horas el material fue transferido a un Erlenmeyer con desprendimiento lateral, el cual fue sellado para evitar la entrada de aire y las fugas del CS_2 gaseoso, luego se formó una atmósfera inerte para promover la reacción de disolución mediante la eliminación de oxígeno con un flujo constante de nitrógeno (N_2), durante 5 min. Posterior a esto, se generó vacío en el Erlenmeyer durante tres minutos con ayuda de una bomba de vacío y rápidamente se agregaron 7,2 ml de disulfuro de carbono (CS_2) al 45 % (Figura 4 (a)). La muestra se dejó en agitación constante durante dos horas, tiempo en el cual se observó que la muestra tomó un color amarillo el que indicaba la formación del xantato de celulosa (Figura 4 (b)). Pasadas las dos horas se agregaron 50 ml de NaOH al 8 % y se dejó la solución en agitación constante (256 rpm) a temperatura ambiente durante 24 h (Burroughs and Levine 1962; Eriksson 2014; Jangala and Rong 2007).

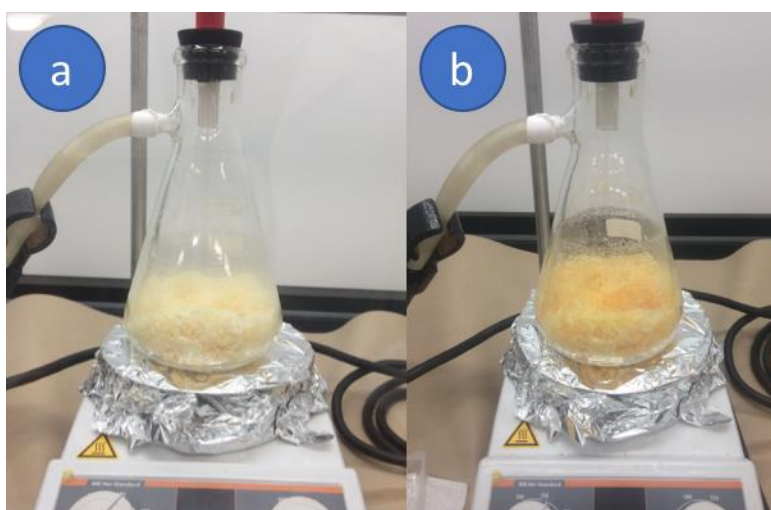


Figura 4. Álcali celulosa de fique al momento de agregar CS_2 (a) Xantato de celulosa de fique después de la agitación de la álcali celulosa con CS_2 (b).

2.4. PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS

Después de dejar la solución de xantato con NaOH el resultado es una jalea de color naranja (Figura 5), a la cual se le ajustó la viscosidad hasta 6.380 MPa.s. con una solución de NaOH al 8 % (Jangala and Rong 2007), acto seguido la solución se filtró con un cedazo, con el fin de retirar todas aquellas fibras de materia prima que no se solubilizaron en el proceso, y luego se desgasificó durante 30 min con una bomba de vacío, con el fin de eliminar las burbujas presentes en la solución.



Figura 5. Jalea de viscosa con fique como materia prima

Pasada la hora de desgasificación se vertió la jalea en una placa de vidrio formando una película homogénea, que posteriormente fue pasada por una serie de soluciones para realizar la regeneración de la celulosa y la solidificación del material, a continuación, se describen las soluciones:

1. Solución con 10,5 % de ácido sulfúrico (H_2SO_4), 1,65% de sulfato de cinc y 25,04 % de sulfato de sodio, a 65 °C, durante 15 min.
2. Lavar con agua durante 10 min a temperatura ambiente.
3. Solución de H_2SO_4 al 16 % a 65 °C, durante 10 min
4. Lavar con agua durante 10 min a temperatura ambiente.
5. Solución de NaOH 0,01 % a 65 °C, durante 10 min
6. Lavar con agua durante 15 min a temperatura ambiente.

Las películas se dejaron entre dos placas metálicas a 60 °C durante 48 h o hasta esperar a que se secaran completamente. En la Figura 6 se puede ver el diagrama del proceso de producción del rayón viscosa.

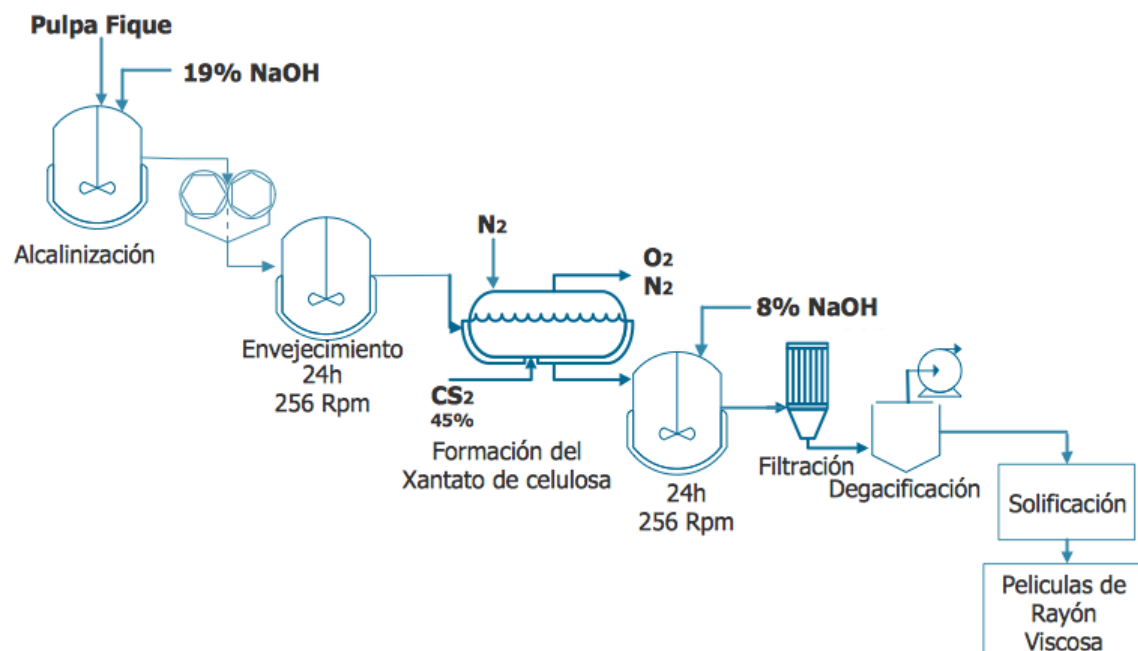


Figura 6. Diagrama del proceso para la producción de rayón viscosa

2.5. CARACTERIZACIÓN DE LA VISCOSA SIN SOLIDIFICAR

Ambas soluciones de viscosas sin solidificar se caracterizaron según su cantidad de celulosa, índice de maduración y contenido alcalino de la siguiente forma:

2.5.1. Determinación de celulosa.

Se pesaron 1,5 g de la jalea de viscosa, se presionaron dentro de dos vidrios de reloj y se separaron por deslizamiento formando una ligera capa a modo de película. Los vidrios de reloj se sumergieron en un baño de H_2SO_4 hasta que las películas se desprendieron de los vidrios de reloj, estas se lavaron con abundante agua, se les retiró el exceso de humedad con una toalla de papel y se secaron a 105°C en un horno de convección forzada durante 2,5 h. El contenido de celulosa se calculó de acuerdo a la Ecuación 2 (J. Eriksson 2015; Strunk 2012) :

$$\% \text{Celulosa} = \frac{(\text{Peso de muestra seca (g)}) \cdot 100}{\text{Peso de la muestra jalea de viscosa (g)}} \quad (\text{Ecuación 2})$$

2.5.2. Índice de maduración.

Este también es conocido como ripening index o número de Hotternroth. Se calcula con el volumen en mL requerido de cloruro de amonio al 10% para coagular 20 g de solución de jalea de viscosa diluida en 30 mL de agua. Este se indica que tan rápido coagula la viscosa, en función de su calidad, es decir entre más rápido esta se coagule, menor calidad tiene para la producción de fibras, el valor deseado se encuentra entre 11-14 (Kotek 2006; Sengupta 2012).

2.5.3. Contenido alcalino.

Para determinar el contenido alcalino se pesaron 2,5 g de la jalea de viscosa y se disolvieron en 100 mL de agua desionizada agitando durante 30 min. La solución se llevó a punto de ebullición, se añadieron 10 mL de 0,5 N de ácido sulfúrico y se dejó enfriar. Cuando la muestra llegó a temperatura ambiente, se tituló con NaOH 1 N con la ayuda de fenolftaleína, hasta apreciar un cambio de color. El contenido de alcalino se calculó de acuerdo a la Ecuación 3 (J. Eriksson 2015; Strunk 2012).

$$\% \text{ Alcalinidad} = \frac{(V_1 * 2 * n_1) * 100 * 40}{(m_v * 1000)} \text{ (Ecuación 3)}$$

Donde:

V_1 es el volumen de H_2SO_4 en mL

V_2 es el volumen de NaOH gastado hasta alcanzar el punto de equivalencia

m_v es el peso del material

n_1 es la concentración molar del H_2SO_4

n_2 es la concentración molar del NaOH

2.6. CARACTERIZACIÓN DEL RAYÓN VISCOSA OBTENIDO

Las películas de viscosa hechas con pulpa de fique (PF) y pulpa de madera comercial (PM) se caracterizaron mecánicamente, térmicamente y químicamente, mediante los siguientes ensayos:

2.6.1. Propiedades mecánicas.

Se realizó un ensayo de tracción uniáxial a 30 probetas rectangulares para determinar el comportamiento mecánico del material, siguiendo la norma estándar ASTM D882, en una máquina universal Instron (Li et al. 2008).

2.6.2. Análisis termogravimétrico (TGA).

Se realizó con el fin de analizar el comportamiento de degradación térmico de las muestras obtenidas en función del cambio másico. Las películas se analizaron en un equipo de termogravimetría marca Mettler toledo, TGA/SDTA851E/ILF/1610 con rango de temperatura entre 25 y 800 °C y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min, en una atmósfera de nitrógeno con un caudal de 80 mL/min (Pang et al. 2015).

2.6.3. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).

El ensayo se llevó a cabo en un DSC marca TA serie Q2000, donde se evaluaron el comportamiento térmico de las muestras y sus temperaturas de transición. Las muestras se llevaron a peso constante, en rango entre 0 y 300 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

2.6.4. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR).

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier se realizó con el fin de verificar la estructura química predominante de las películas de rayón viscosa desde ambas fuentes. Los análisis se realizaron como se expuso previamente en 2.2.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier por reflectancia total atenuada (ATR-FTIR).

2.6.5. Microscopia electrónica de barrido SEM.

Fibras de VF y VM fueron extruidas a través de una aguja de jeringa con 500 μm de calibre con ayuda de una bomba KD Scientific. Las fibras se solidificaron bajo las mismas condiciones descritas en 2.4

La microscopía electrónica de barrido se realizó con el fin de observar la morfología de las fibras obtenidas (Moniruzzaman and Ono 2012). Todas las muestras se cubrieron con oro/paladio en un aspersor Denton vacuum mediante plasma, antes de ser observadas, en un microscopio Jeol JCM 6000Plus operado a 5-10 kV.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1. ANALISIS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

El diseño de experimentos se realizó con el fin de optimizar el proceso de blanqueo del fique para la obtención de la pulpa de celulosa y establecer las condiciones de operación (tiempo, temperatura, concentración) en las que se obtendría un material con el mínimo posible de componentes no celulósicos (lignina y hemicelulosa), en la Figura 7 se puede observar las imágenes de los procesos de deslignificación y blanqueo de la pulpa de fique. Como variable respuesta se eligió la cantidad de componentes no celulósicos, correspondiente a un mayor contenido de α -celulosa.



Figura 7. Alcalinización(a) y blanqueo (b) de las fibras de fique.

Para verificar los cambios en la estructura química del FV en la obtención de la pulpa de fique blanqueada (PF), en la Figura 8 se presentan los espectros FTIR de ambos materiales. La primera banda que es posible apreciar en ambos casos se presenta a 3340 cm^{-1} , la cual está relacionada con la vibración de los grupos hidroxilo que intervienen en los enlaces inter e intra moleculares presentes en la celulosa (Kılınç et al. 2018; Sanjay et al. 2018).

La vibración correspondiente al estiramiento de los enlaces C-H y CH_2 presentes en las estructuras se puede observar alrededor de 2900 cm^{-1} para ambos casos, sin embargo, el pico de FV es un poco más ancho, debido a que en 2850 cm^{-1} se presenta el estiramiento del enlace C-H típico de los lípidos (ceras) (Gañán and Mondragon 2002; Titok et al. 2010). Adicionalmente, para FV se ve una pequeña absorción a 1730 cm^{-1} , la cual no está presente en PV y puede ser atribuido al estiramiento del enlace carbonilo

C=O de la hemicelulosa (Porras, Maranon, and Ashcroft 2015; Zuluaga et al. 2009). Así mismo, en el espectro de PF no se presentó la banda a 1240 cm^{-1} observada en el espectro de FV, el cual es característico del enlace de C-O que se extiende en la lignina. La diferencia entre ambos espectros es apreciable y por los cambios referentes a los picos en 2900 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} y 1240 cm^{-1} , se puede decir que con el proceso de blanqueo se asegura una remoción parcial de las ligninas y casi que total de hemicelulosas del FV.

Las bandas en 2850 , 1730 cm^{-1} asociada a la presencia de hemicelulosas (Porras, Maranon, and Ashcroft 2015; Zuluaga et al. 2009), 1500 cm^{-1} asociada a la lignina y 1160 cm^{-1} (utilizada como banda invariante para efectos de normalización) se resaltan en la Figura 8, las dos últimas fueron empleadas para el cálculo de la variable respuesta (Rodrigues, Faix, and Pereira 1998; Zuluaga et al. 2009). Estas bandas fueron seguidas en las pulpas obtenidas de los diferentes ensayos, para establecer la disminución del contenido de los componentes no celulósicos en los materiales (espectros presentados en el anexo 1). Para el caso de la hemicelulosa en casi todos los materiales se observó una reducción completa de las bandas, no siendo así para la lignina, por lo que esta última fue tomada en cuenta para el cálculo de la variable respuesta. Para cada espectro, la intensidad del pico ubicado en 1500 cm^{-1} con mayor señal y que representan el esqueleto aromático para la lignina fue dividida por la intensidad de la banda 1160 cm^{-1} (Rodrigues, Faix, and Pereira 1998), estos datos se presentan tabulados en el anexo 1.

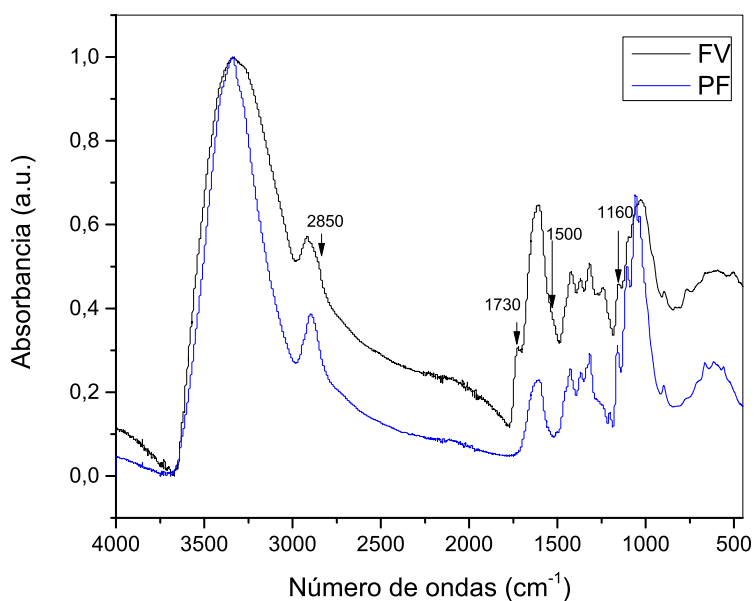


Figura 8. Espectro FTIR de PF y FV

Los datos fueron tratados en el software de Statgraphics obteniéndose los siguientes resultados: en la Tabla 4 se puede observar la tabla Anova, la cual divide la variabilidad de los datos de contenido de lignina en grupos separados para cada uno de los efectos,

luego prueba la significación estadística de cada efecto comparando el cuadrado medio con una estimación del error experimental (Statpoint technologies 2017), en este caso indica que los valores P de los factores y de las interacciones entre variables de proceso son todos mayores a 0,05, lo que permite afirmar que entre los materiales (las diferentes pulpas) no hay una diferencia significativa en la cantidad de lignina presente.

Tabla 4. Tabla ANOVA para el contenido de lignina

Fuente	Suma de Cuadrados	GI	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Temperatura	0,0000402545	1	0,0000402545	0,01	0,9407
Tiempo	0,000236942	1	0,000236942	0,03	0,8567
Concentración	0,0148156	1	0,0148156	2,05	0,1563
AA	0,0000345256	1	0,0000345256	0,00	0,9450
AB	0,00288119	1	0,00288119	0,40	0,5294
AC	0,0126605	1	0,0126605	1,76	0,1896
BB	0,00170479	1	0,00170479	0,24	0,6284
BC	0,00292923	1	0,00292923	0,41	0,5260
CC	0,00252439	1	0,00252439	0,35	0,5560
blocks	0,0105224	2	0,00526121	0,73	0,4858
Total, error	0,497648	69	0,00721229		
Total (corr.)	0,545998	80			

Esta misma tendencia fue observada en la gráfica de Pareto presentada en la Figura 9, ninguno de los efectos o de los factores tiene una incidencia estadísticamente significativa sobre la reducción de la lignina. Hay que tener en cuenta que el principio de Pareto se basa en que la variabilidad observada se debe a unos pocos efectos y deben ser efectos principales, para que un efecto sea denominado efecto principal debe superar 2 unidades del efecto estandarizado (eje X en la Figura 9) (Gutiérrez Pulido and De la Vara Salazar 2008).

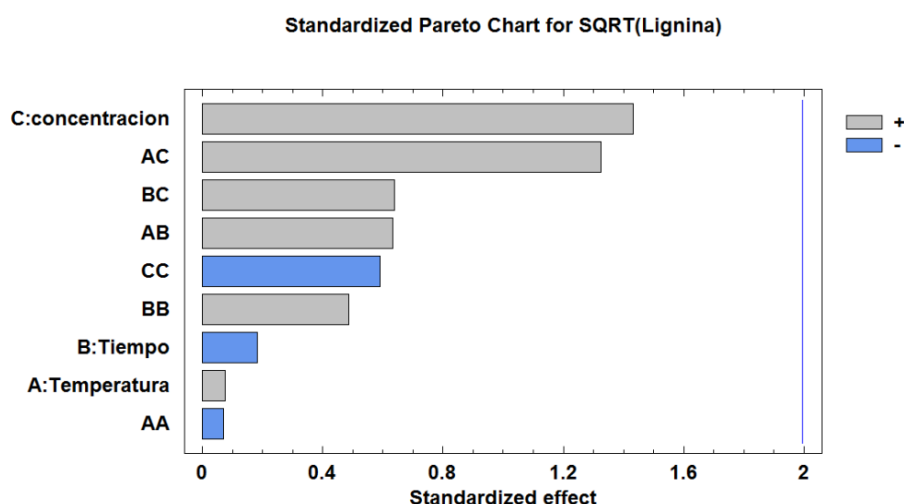


Figura 9. Diagrama de Pareto del diseño de experimentos

Por lo tanto, cualquier proceso del diseño de experimentos podría ser elegido para el blanqueo de la fibra que se utilizaría como materia prima en el procesado de la viscosa. Se elige de la Tabla 8 el tratamiento con menor contenido de lignina, representado con el menor valor de la relación de bandas antes expuesta en función de la Ecuación 1, que corresponde al proceso 11: 80 °C, 45 min, 5% peróxido.

En la Figura , se pueden apreciar las imágenes de la fibra de fique molida antes del proceso de blanqueo, luego del proceso alcalino de hinchamiento y finalmente la pulpa fibra blanqueada de fique (PF). Es apreciable el cambio de color por la remoción de componentes no celulósicos como la lignina la cual brinda un tono oscuro a la fibra.

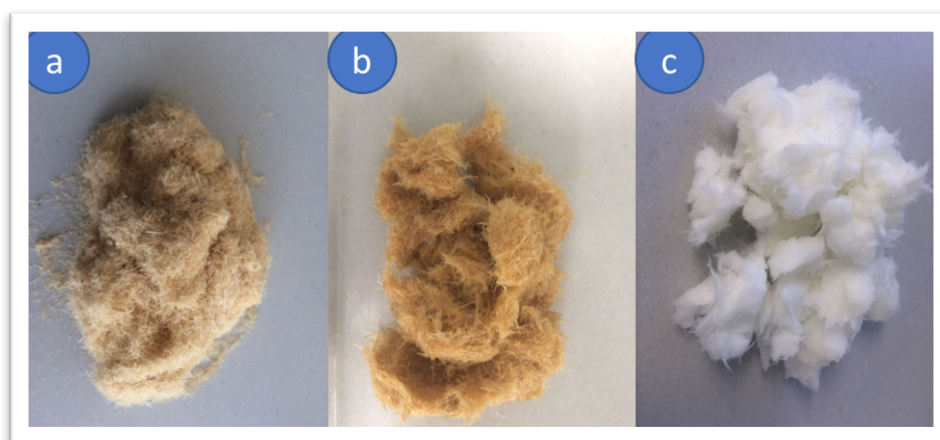


Figura 10. Fibra de fique molida y pasada por molino (a), después de la alcalinización (b), después de blanqueamiento (c)

3.2. CARACTERIZACIÓN DE LA PULPA DE CELULOSA DE FIQUE (PF) y PULPA DE CELULOSA DE MADERA (PM)

3.2.1. FTIR.

La espectroscopia FTIR es una técnica apropiada para el establecimiento de las variaciones químicas inducidas por los diferentes tratamientos efectuados para la obtención de la pulpa de fique (PF) y a la Pulpa de Madera (PM). En ambos espectros (Figura) se puede apreciar picos predominantes a 3340, 2890, 1640, 1430, 1370, 1310, 1160, 1060, 896 cm^{-1} , los cuales son picos relacionados con la estructura típica de la celulosa (Pang et al. 2015). Una banda a 3340 cm^{-1} característica del estiramiento de los OH presentes en la estructura (Zuluaga et al. 2009), una a 2890 cm^{-1} correspondiente al estiramiento de los C-H, en ambos casos la vibración a 1730 cm^{-1} que es originada por los grupos acetilo y esterres presentes en la hemicelulosa está ausente, lo cual indica que este componente no celulósico (hemicelulosa) se removió durante el procesado (Porrás, Marañón, and Ashcroft 2015; Zuluaga et al. 2009). Además, los espectros mostraron las bandas características de celulosa I, con bandas fuertes a 1429 y 1111 cm^{-1} asignadas a flexión simétrica del CH_2 y al estiramiento del enlace C-O,

respectivamente y una banda débil y ancha centrada a aproximadamente 897 cm^{-1} , típica de los polímeros de glucosa unidos por enlaces β -glucosídicos. Otras bandas a 1375 cm^{-1} (flexión en C-H), 1335 cm^{-1} (flexión de O-H en el plano), 1315 cm^{-1} (movimiento del CH_2), 1277 cm^{-1} (flexión del C-H) y 1225 cm^{-1} (O-H en el plano) indican la presencia de regiones cristalinas dentro de las estructuras.

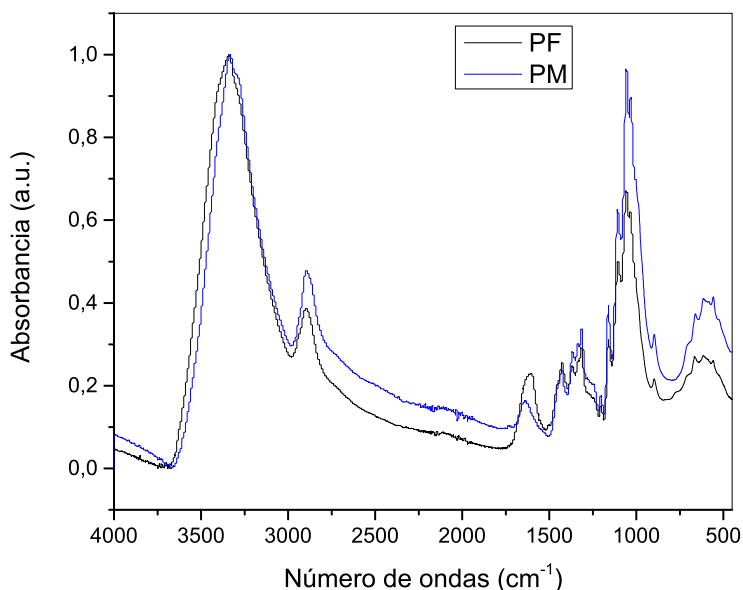


Figura 11. FTIR de PF y PM

3.2.2. Determinación de azúcares por cromatografía líquida de alta eficacia (hplc) y lignina klason.

Los análisis de azúcares y lignina se hicieron con el fin de conocer la composición exacta de los diferentes componentes tanto de la materia prima principal FV, como de las pulpas a trabajar para la elaboración de las películas de rayón viscosa. En la Tabla 6 se pueden observar los contenidos de azúcares y lignina del FV, PF y de PM, en donde PF tiene aproximadamente 19% más contenido de celulosa, 7% menos de Lignina y 2% menos de hemicelulosas que FV, lo que corrobora la reducción de las bandas a 2850 cm^{-1} para hemicelulosa $1500\text{ y }1160\text{ cm}^{-1}$ de lignina en los espectros infrarrojos.

Tabla 5. Análisis de azúcares del fique (FV), pulpa de fique (PF) y pulpa de madera (PM)

Contenido	Fique Virgen (FV)	Pulpa de Fique (PF)	Pulpa madera (Hildebrandt et al. 2017)
Celulosa (%)	50,5	69,1	96,8
Lignina (%)	13,9	6,6	0,1
Hemicelulosa (%)	14,6	12,8	3,1
Otros (%)	21	11,5	----
Total	100	100	---

La pulpa de madera presenta un contenido más alto de celulosa (>90%), y menor cantidad de ligninas y hemicelulosas que PF esto debido a los procesos químicos involucrados en este proceso ya están estandarizados y están comercialmente disponibles, por lo cual se utilizan para la formación de filamentos continuos de rayón viscosa (Hildebrandt et al. 2017; Sixta 2008). Mientras que según Sixta (2008) las pulpas con bajo contenido de celulosa (<90%), como es el caso de PF son ideales para la fabricación de fibras discontinuas de viscosa (Sixta 2008).

3.2.3. Viscosidad intrínseca.

La viscosidad intrínseca se midió con el fin de conocer la longitud de las cadenas del polímero presente en PF y PM. En la Tabla 6 están los resultados obtenidos del análisis para ambas muestras. Es posible apreciar que la PF tiene 2,19 dg/L, menos que la PM, 417 unidades de DP menos y 215 nm menos en el largo de la cadena.

Hay que tener en cuenta que como estas pulpas son de diferentes fuentes, la proveniente de fuentes madereras (PM) tiende a tener un mayor largo en su cadena debido a que se extrae del tallo de la planta, en donde en su estado natural tiene un mayor requerimiento mecánico en su papel de soporte, a diferencia de la celulosa en las hojas, como es el caso del fique. También cabe resaltar que un grado promedio de polimerización (DP) de 250-300 es suficiente para la producción de la mayoría de los productos de viscosa (Kvarnlöf 2007), por lo cual la pulpa de fique, cumple y excede los requerimientos mínimos en cuanto al grado de polimerización.

Tabla 6. Datos de viscosidad intrínseca

Muestra	Viscosidad intrínseca (dg/L)	DP	Largo cadena (nm)
Pulpa de fique	6,773378484	1286,941912	662,7750847
Pulpa de madera	8,966541153	1703,642819	877,3760518

Por lo anterior y teniendo en cuenta que la PV tiene características muy similares a la PM, vemos viable la posibilidad de trabajar con la PV para la formación de películas de rayón viscosa.

3.3. CARACTERIZACIÓN DE LA VISCOSA SIN SOLIDIFICAR

3.3.1. Determinación de celulosa.

Como se puede apreciar en la Figura 12. Contenido de celulosa en VF Y VM, el contenido de celulosa presente en VF es por pocas decimas mayor que el contenido de celulosa presente en VM, sin embargo, en este caso la

diferencia entre los contenidos de celulosa entre ambas muestras no es estadísticamente significativo, los resultados obtenidos están dentro del rango reportado en la literatura (J. Eriksson 2015; Huzii 1942; Kudryavtseva, Mogilevskii, and Papkov 1973)

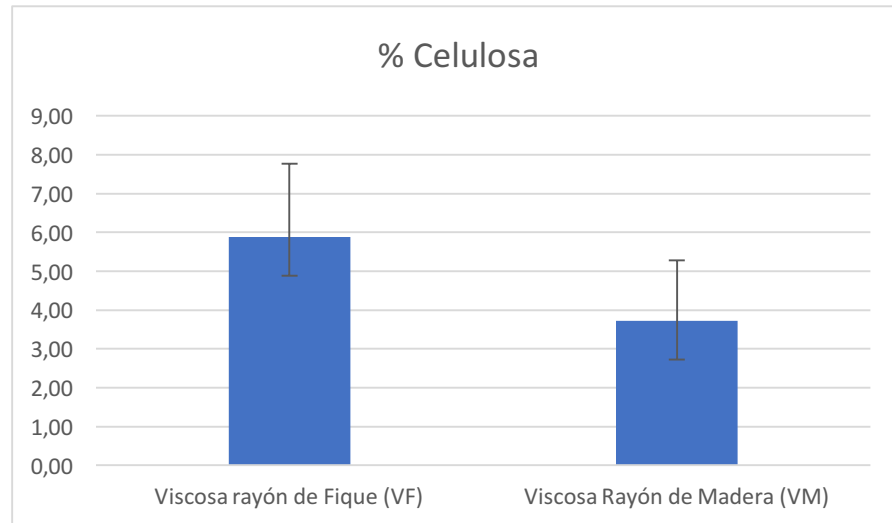


Figura 12. Contenido de celulosa en VF Y VM

3.3.2. Índice de maduración.

Como previamente se mencionó, el valor deseado para el índice de maduración se encuentra entre 11-14 para una mejor calidad de la viscosa, en especial para la producción de fibras (Kotek 2006; Sengupta 2012). En este caso el índice de maduración de VF y VM (Figura) no tienen una diferencia estadísticamente significativa, los valores se encuentran dentro del rango deseado, en especial el de VF, ya que este valor para VM tiende a valores más altos que podrían conllevar a la formación de estructuras más amorfas afectando la calidad del material (Kotek 2006; Sengupta 2012; Wilkes 2001).

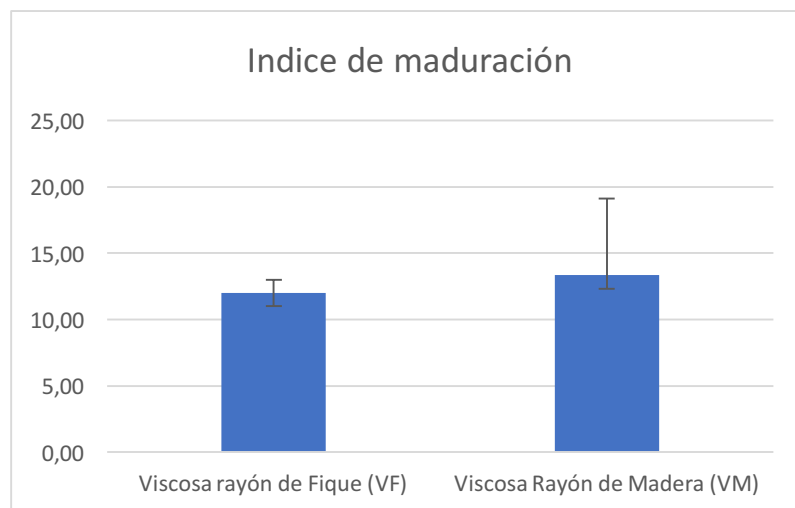


Figura 13. Índice de maduración VF Y VM

3.3.3. Contenido alcalino.

En la Figura 10 se pueden apreciar los diagramas de barras referentes al contenido alcalino presente en VF y VM, para ambos casos no hay una diferencia estadísticamente significativa entre los contenidos. Para ambos casos el contenido se encuentra un poco más alto que el contenido reportado por la mayoría de autores, el cual oscila entre 6-7% (Doud 1936; J. Eriksson 2015; Kudryavtseva, Mogilevskii, and Papkov 1973), mientras que los promedios obtenidos oscilan en 7,4- 8,5%, el autor Huzii (1942) reporta contenidos desde 4,01- 14,84, asegurando que el contenido de alcali tiene efectos sobre la dispersión y composición del xantato impidiendo la dispersión de este en la regeneración.

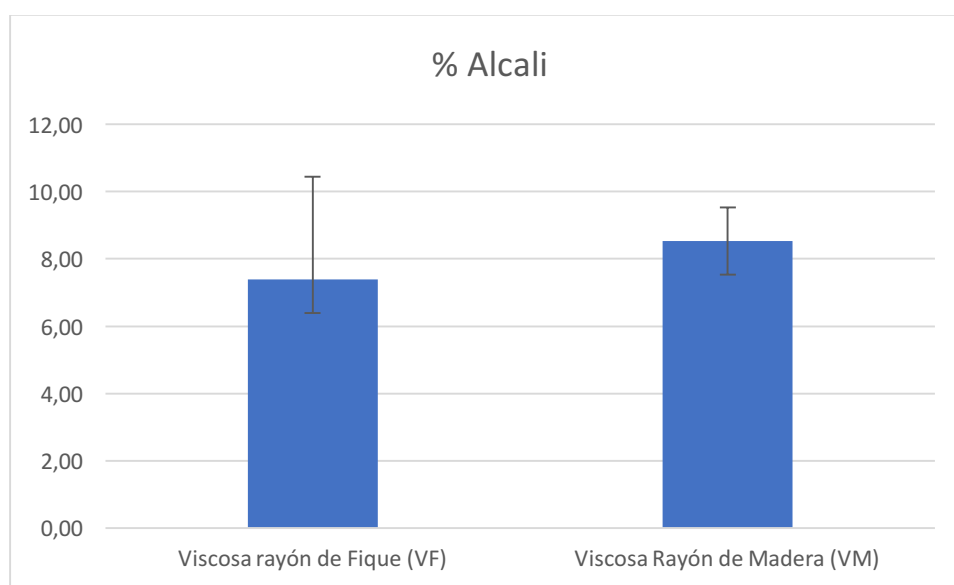


Figura 10. Contenido Alcalino en VF Y VM

3.4. CARACTERIZACIÓN DEL RAYÓN VISCOSA A PARTIR DE PULPA DE FIQUE Y DE PULPA DE MADERA

Con el fin de corroborar que el rayón viscosa a partir de fique (VF) producido en este trabajo tiene características competitivas en comparación con el rayón viscosa producido de una pulpa comercial de madera, se realizaron análisis de FTIR, TGA, DSC y pruebas mecánicas para comparar sus características, químicas, térmicas y mecánicas. En la Figura 11, se pueden apreciar las películas de VF y VM que fueron analizadas:

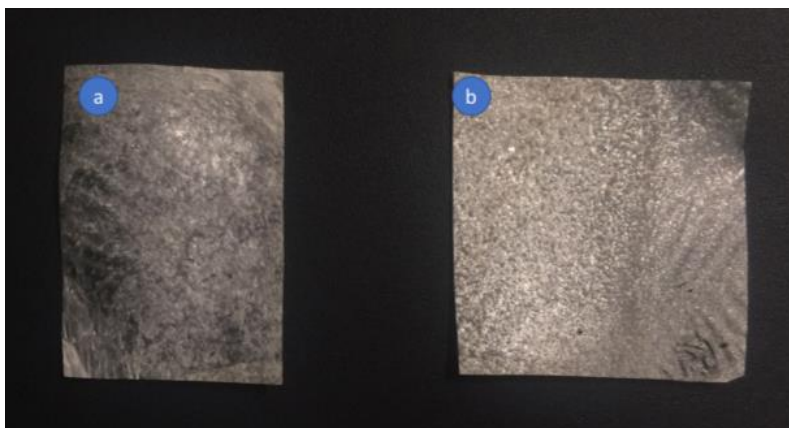


Figura 11. Películas de Rayón Viscosa, a partir de madera (a) y a partir de fique (b)

3.4.1. FTIR.

El FTIR de las muestras de viscosa se realizó para asegurar que las vibraciones de los materiales sean las correspondientes a un rayón viscosa con picos predominantes de la celulosa tipo II. Los espectros de FTIR tanto del rayón viscosa a partir de pulpa de fique (VF) y del rayón viscosa a partir de pulpa de madera comercial (VM) se pueden apreciar en la Figura 16. Bandas características de la celulosa tipo II a 3340 , 2900 , 1640 , 1430 , 1370 , 1310 , 1278 , 1232 , 1200 , 1055 , 1035 , 896 cm^{-1} se observaron en ambos espectros. La vibración ubicada en 3340 cm^{-1} para VM y a 3350 cm^{-1} para VF atribuida al estiramiento de los OH presentes en la estructura de la celulosa II (Rodrigues, Faix, and Pereira 1998).

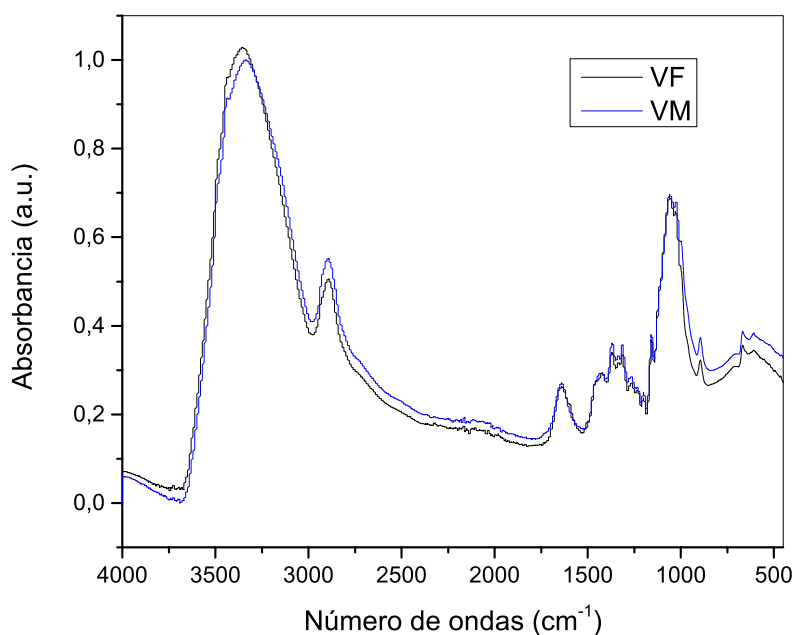


Figura 16. FTIR de VF y VM

La banda a 1420 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de los enlaces CH_2 y $\text{O}-\text{C}-\text{H}$ de celulosa tipo II (Comnea-Stancu et al. 2017) y la ausencia del pico a 1111 cm^{-1} es una característica presente en este tipo de muestras (Carrillo et al. 2004; Pang et al. 2015). Para la celulosa tipo I el pico que corresponde a los enlaces β -glucosídicos está en se presente a 897 cm^{-1} , para los espectros de las viscosas analizadas este encuentra en 891 cm^{-1} como es característico (Kamppuri et al. 2015). De estos resultados se pudo apreciar que no hay una diferencia notable entre las absorciones de los dos rayones, y que en ambos casos predomina la estructura cristalina de la celulosa II según lo esperado.

3.4.2.TGA.

En la Figura 12 y en la Figura 18 están presentes los termogramas de VF y de VM, respectivamente, donde se puede apreciar la pérdida de peso de las muestras en función de su temperatura. Para ambos casos se tiene una primera pérdida de masa entre $36,5\text{ °C}$ hasta los $79,68\text{ °C}$, con una pérdida de peso aproximada del $4,44\%$, la cual es correspondiente a la perdida de agua en los materiales. La degradación de los materiales comienza alrededor de los 263 °C , con un máximo en $321,405\text{ °C}$ y una pérdida de masa del $37,04\%$ y termina a los 393 °C . Sin embargo, es posible apreciar que el pico presente en VF es mucho más ancho que el de VM, esto se debe a la presencia de componentes no celulósicos con diferentes condiciones de degradación, lo cual fue corroborado por el análisis de azúcares y lignina (Liu et al. 2006).

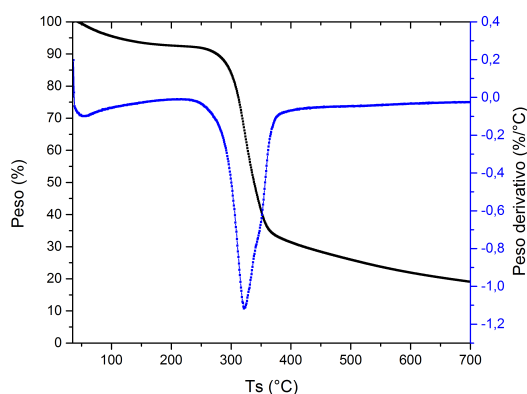


Figura 12. TGA del Rayón Viscosa de Figue

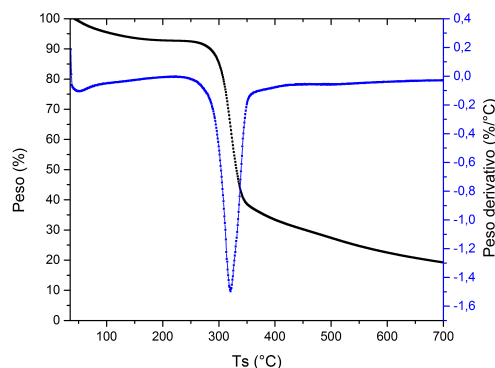


Figura 18. TGA del Rayón Viscosa de madera

Finalmente, la masa residual en ambas muestras es aproximadamente del 19% , lo que indica una buena estabilidad térmica, ya que a mayor cantidad de carbón residual mejor es la estabilidad térmica, según la literatura el rayón viscosa ha presentado 14% de residuos a la misma temperatura, indicando la resistencia de nuestro material (Gurudatt and Tripathi 1998; Teng et al. 2018).

3.4.3.DSC.

La calorimetría diferencial de barrido fue realizada para determinar la estabilidad térmica de las muestras de rayón viscosa VF y VM (Figura 13). Las muestras fueron calentadas hasta alcanzar una temperatura de 300 °C.

Para ambas muestras a los 141 °C es posible apreciar un pico endotérmico el cual es característico de la celulosa nativa (Ciolacu, Ciolacu, and Popa 2011), asociado con una reorganización de la estructura durante la evaporación del agua en las muestras analizadas, este se da por encima de los 100°C ya que las moléculas de agua en la muestra están fuertemente unidas con los grupos hidroxilos del el material (Hatakeyama, Nakamura, and Hatakeyama 2000).

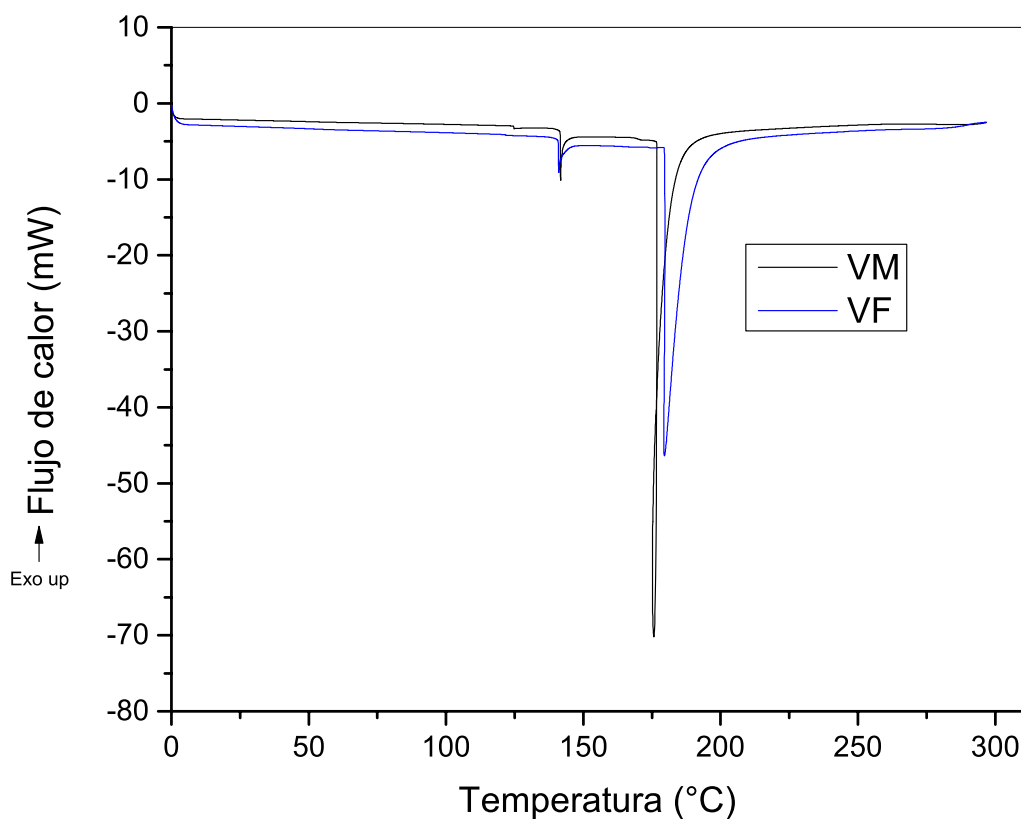


Figura 13. DSC de VM y VF

Para Ambos casos se presenta un gran pico endotérmico correspondiente a la fusión del material en el rango de 170-190 °C (Shawe et al. 2000). Para VF se evidencia este flujo de calor en el rango de 179,47 – 198,69 °C, con un valor máximo en 179,81 °C. Para VM, el pico endotérmico se encuentra en el rango de 176,06- 190,62 °C con el máximo valor en 175,81 °C.

El punto de fusión para la VF es ligeramente mayor que el de VM, esto podría deberse a que esta material contiene más lignina (según lo arrojado por el análisis de azúcares) la cual está compuesta por tres tipos de unidades de benceno fuertemente entrecruzadas que le brinda mayor estabilidad térmica al material (Poletto, Ornaghi Júnior, and Zattera 2014), Cabe resaltar que en ambos casos los puntos de fusión son cercanos a lo reportado para otros rayones viscosa en la literatura (Shamsuddin, Lee, and Bismarck 2016).

3.4.4. Propiedades mecánicas.

En la Figura 14 se presentan las propiedades mecánicas del VF y VM con sus respectivas desviaciones, en donde es posible observar que no hay diferencia estadísticamente significativa entre las propiedades de ambos rayones, por lo cual en cuanto a propiedades mecánicas ambos materiales son muy similares. El módulo de Young de las películas se encuentra en el rango de 946- 983 MPa, la resistencia máxima varió entre 14-16 MPa, la carga máxima en promedio fue de 10 N y la elongación varió entre el 3 - 4,7%. Estas propiedades se encuentran por debajo de las reportadas en la literatura, posiblemente debido a que las propiedades mecánicas del material son muy sensibles a las diferencias en los procesos de producción.

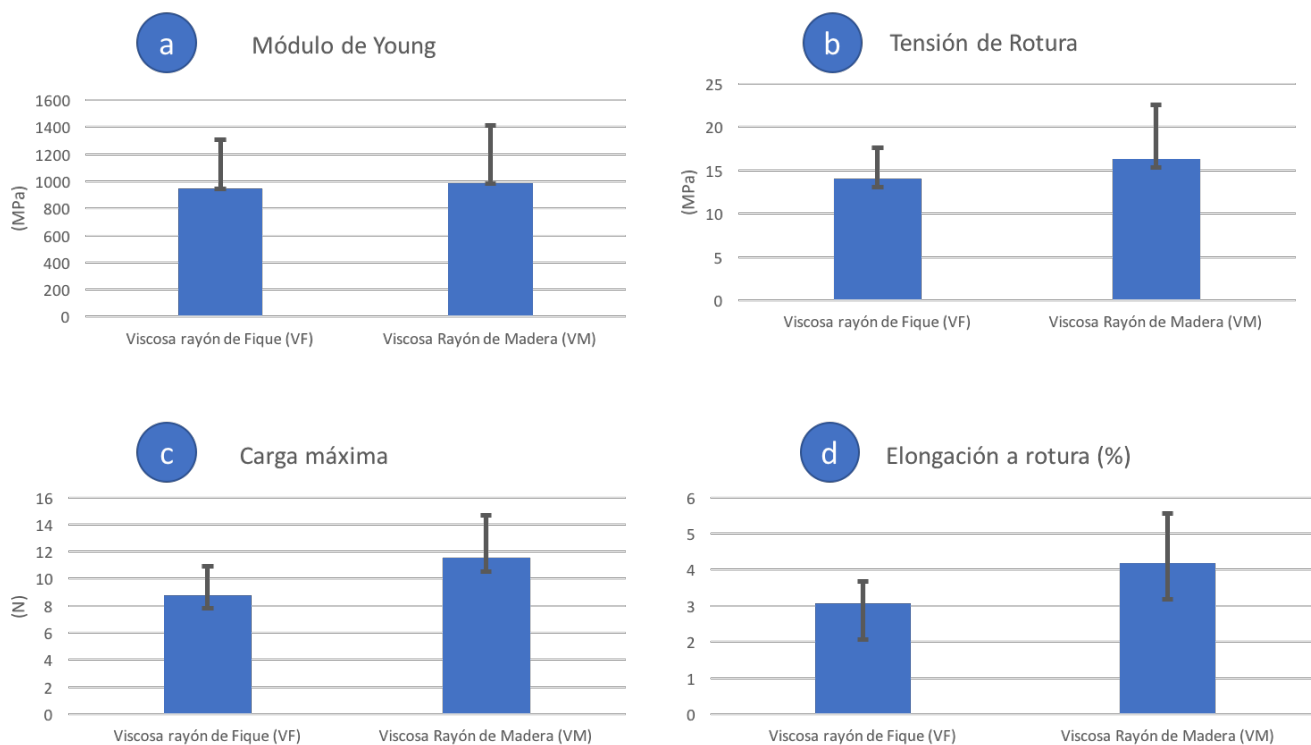


Figura 14. Propiedades mecánicas del VF y VM

Las curvas de esfuerzo deformación de VF y VM se muestran en la Figura 15, donde es posible apreciar que las dos muestras presentan el mismo comportamiento mecánico dúctil, ya que ambos materiales sometidos a esfuerzos de tracción resisten incluso después de que ha comenzado a deformarse (Shamsuddin, Lee, and Bismarck 2016).

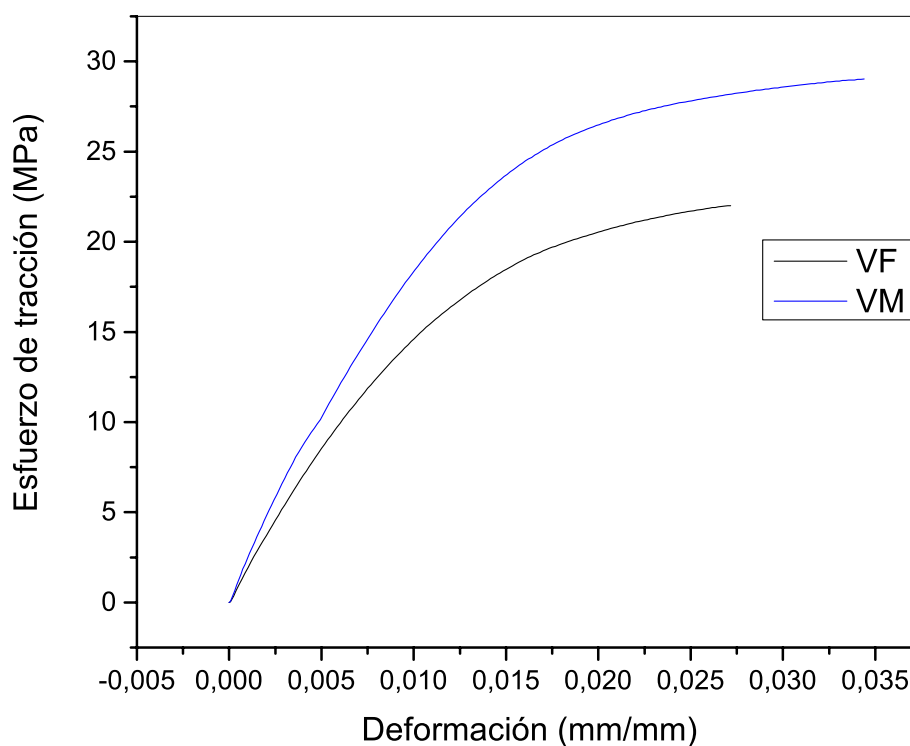


Figura 15. Gráfica Esfuerzo vs. Deformación de VF y VM

3.4.5. SEM.

Las imágenes de SEM se realizaron con el fin de verificar la morfología de las películas y las fibras extruidas de VF y VM. En la Figura 16 se pueden apreciar en todas las imágenes una superficie, rugosa con una topografía granular característica de la morfología del rayón viscosa (Teng et al. 2018). A 100 aumentos ambas viscosas (Figura 16 a y b) presentan una superficie arrugada debida al coagulación del material (Qu et al. 2015). A 1.500 aumentos es posible apreciar para el caso de VF (Figura 16 c) la superficie es más suave y menos rugosa que la de VM (Figura 16 d), posiblemente indicando un mayor grado de orientación molecular en el caso de VF (Pang et al. 2015).

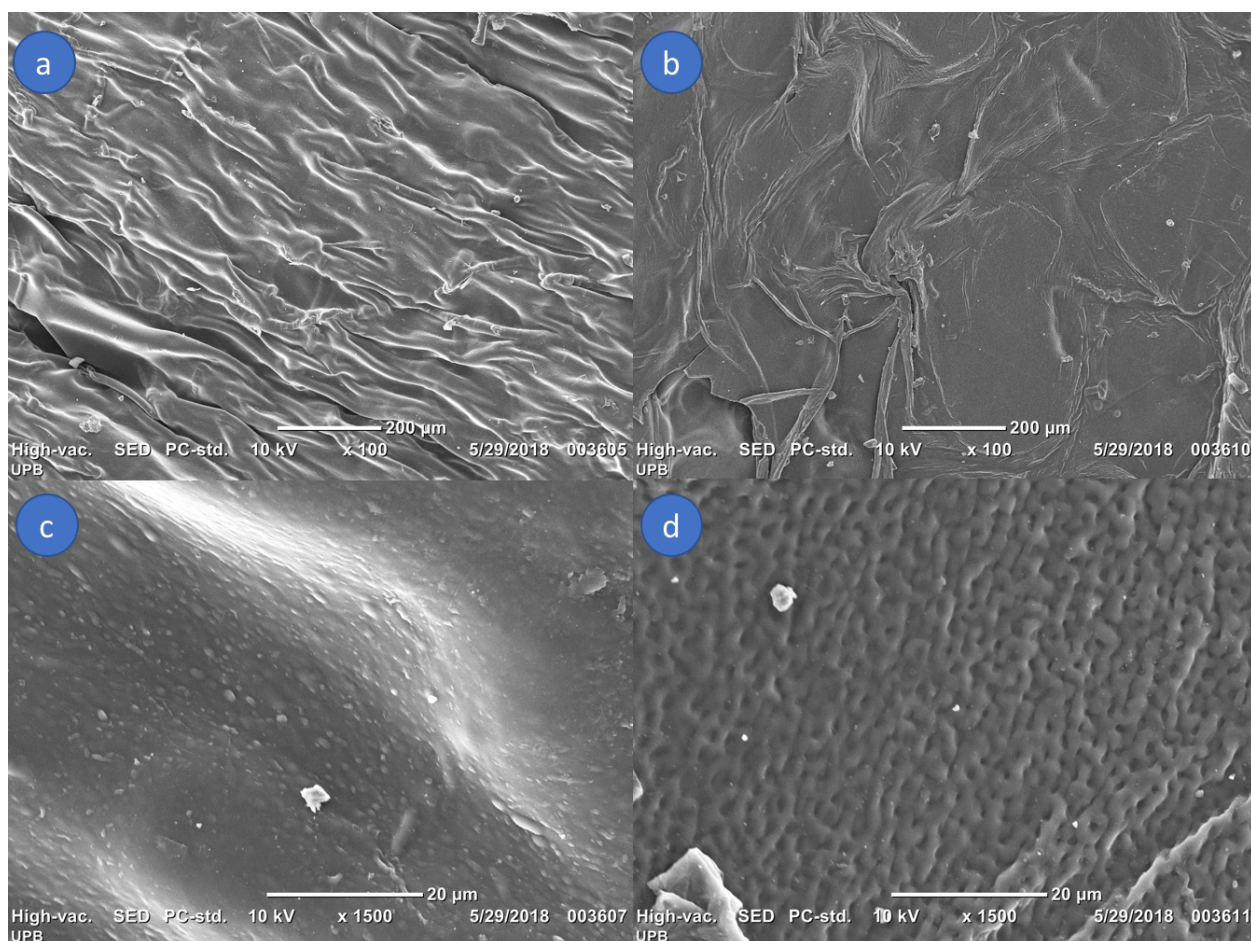


Figura 16. Imágenes de SEM de las películas de Rayón viscosa: a) VF x100. b) VM x100. c) VF x1500. d) VM x1500.

Continuando con la morfología de las películas en la Figura 17, es posible observar la sección transversal de una fractura frágil de las películas de rayón viscosa VF y VM. Donde se puede evidenciar que las películas de VM son más gruesas que las películas de VF. En ambos casos es posible apreciar que la sección transversal posee cavidades formadas normalmente por el proceso de solidificación de las películas de viscosa (Ganster and Fink 2009), este fenómeno está altamente asociado con la absorción de agua de las muestras (Rebenfeld 2002; Roggenstein 2011) ya evidencia en los análisis TGA.

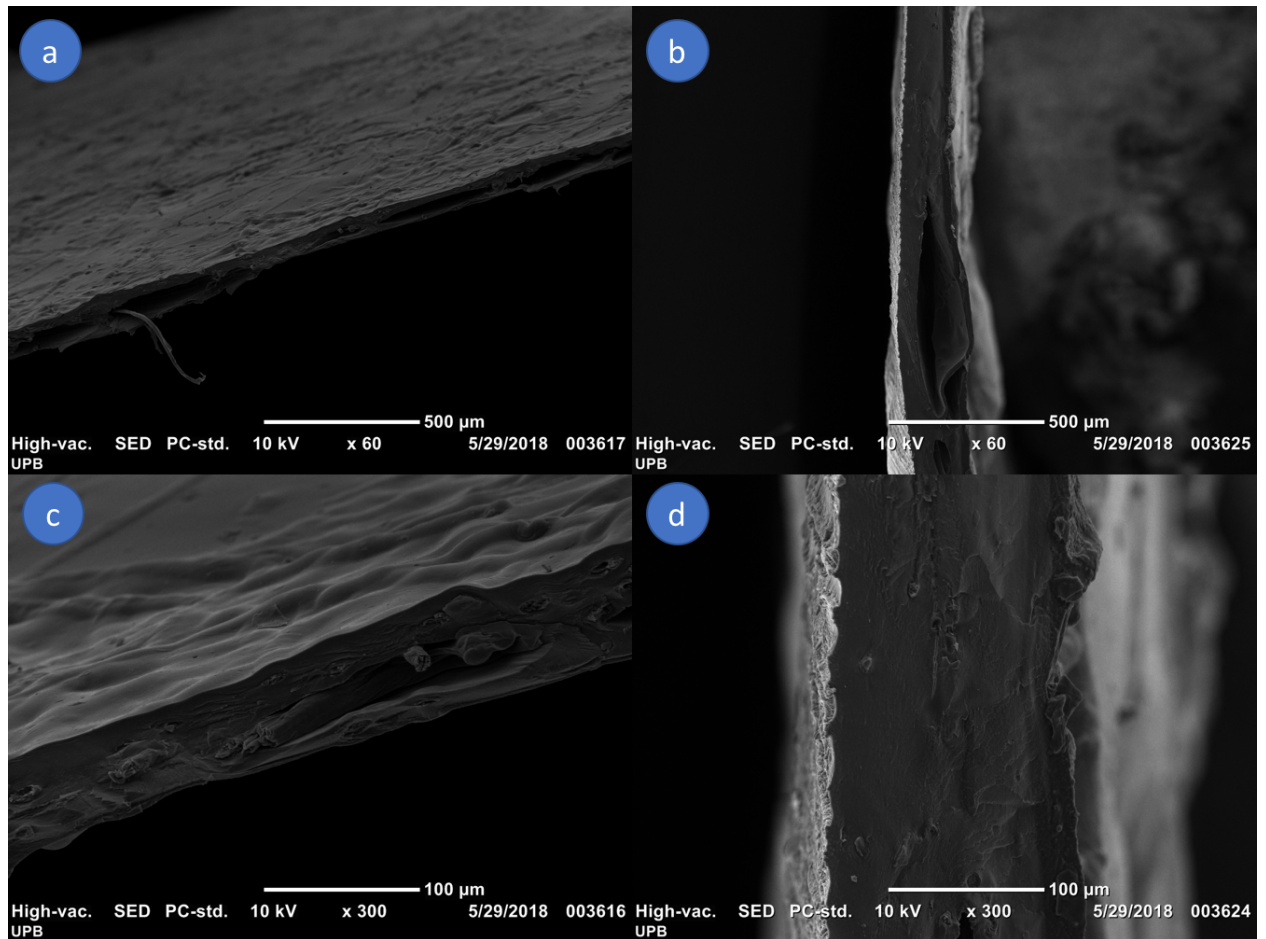


Figura 17. Imágenes de SEM de la sección transversal de las películas de Rayón viscosa: a) VF x60. b) VM x60. c) VF x300. d) VM x300.

Así mismo la sección transversal de las fibras en VF y VM (Figura 18) también presenta cavidades y es posible evidenciar que presenta una forma lobular o circular serrada (dentada) con una superficie rugosa/estriada altamente característica del proceso de coagulación de las fibras de viscosa rayón, ya que esta se da primero en la superficie y retrasa la coagulación en el interior la fibra (Qu et al. 2015; Rojas 2016; Sreenivasa Murthy 2016).

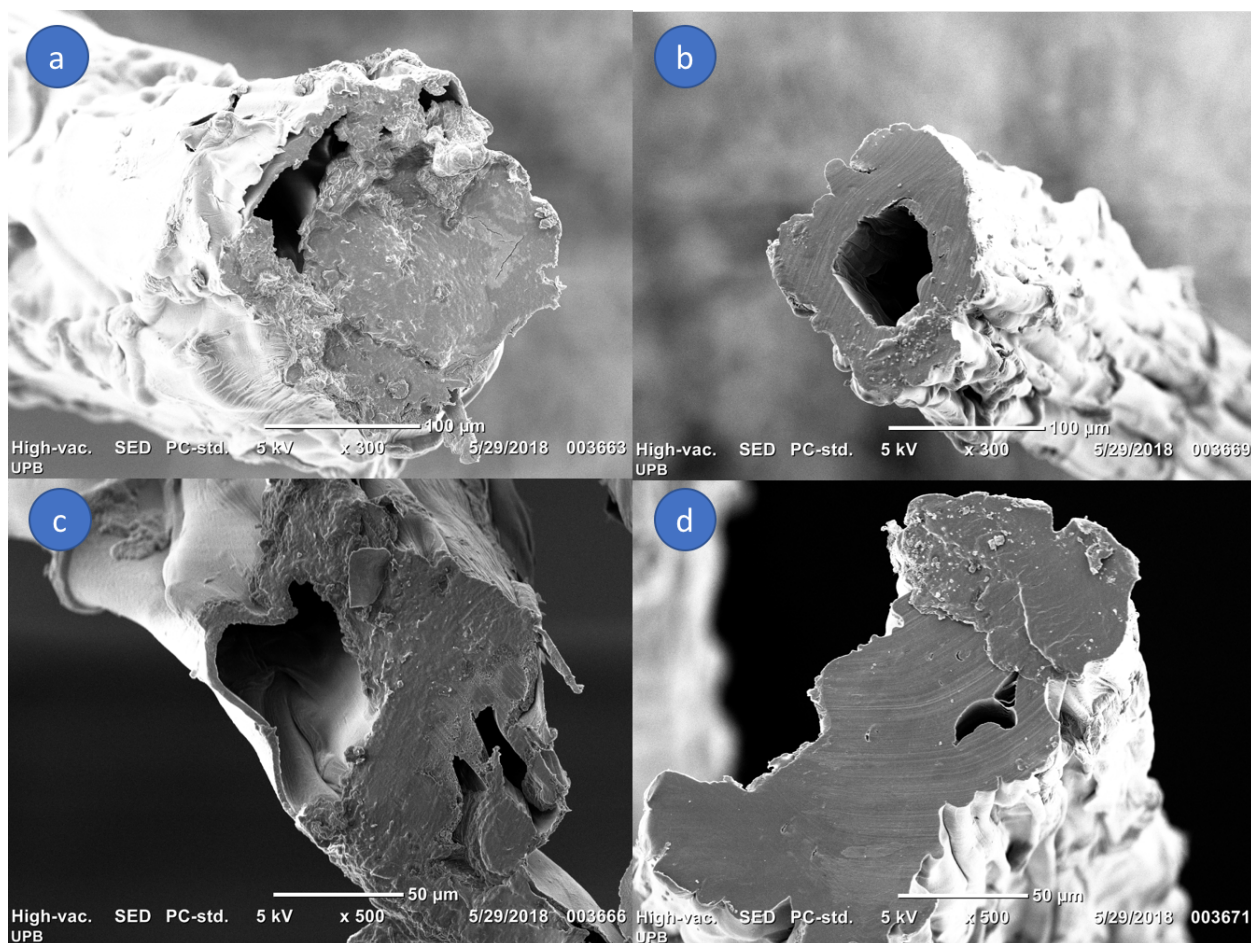


Figura 18. SEM de la sección transversal de las fibras de Rayón viscosa: a) VF x300. b) VM x300. c) VF x500. d) VM x500.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

En el presente trabajo se realizó satisfactoriamente un proceso de aislamiento de la celulosa a partir de fique con tratamientos menos contaminantes, para la obtención de una pulpa apta para la producción de filamentos de rayón viscosa. Así mismo se estableció el método para la regeneración de esta pulpa.

Las diferentes técnicas de caracterización realizadas a la PF (FTIR, Análisis de azúcares, lignina klason y Viscosidad intrínseca) arrojaron como resultado, una reducción considerable en la cantidad de lignina, hemicelulosa y el aumento de la celulosa en el material, que, en conjunto con el DP de material, corroboraron la viabilidad de la pulpa de fique para la producción de rayón viscosa.

A partir de la caracterización de la viscosa sin solidificar se concluye que, aunque el contenido de celulosa en PF es menor que el de PM, no afecta la calidad de la materia prima a solidificar.

Al comparar los resultados de la caracterización de VF y VM, se obtuvo que el cambio de materia prima para la producción de rayón viscosa no afectó las propiedades de esta. Ambas viscosas presentaron la estructura química predominante en la celulosa tipo II en conjunto con buenas propiedades mecánicas, térmicas y con morfologías muy similares. Teniendo en cuenta lo anterior se puede afirmar que el fique es una materia prima con gran potencial para la producción de rayón viscosa y dadas sus características se podría emplear para la producción de filamentos cortados con miras a su aplicación en la industria textil.

4.2 RECOMENDACIONES

1. Buscar alternativas de pulpeo con agentes poco contaminantes, que aumenten la pureza de la α -celulosa en el material.
2. Evaluar nuevas variables de respuesta para el diseño de experimentos.
3. Se recomienda para procesos futuros comparar las propiedades presentes en otras pulpas a partir de fibras colombianas.
4. Se recomienda evaluar las propiedades de la VF, extruida como filamento.
5. Evaluar la viabilidad industrial de la producción de Rayón viscosa a partir de Fique en un proceso industrial.

5. PRODUCTOS

En la Tabla 7. Se encuentra la información referente a los productos derivados durante el desarrollo de trabajo de grado.

Tabla 7. Productos derivados del trabajo de grado

Producto	Estado
Evento científico capítulo en memoria con ISSN o ISBN	Development of new textile materials from Colombian natural fibers. Presentado en: International Meeting for Researchers in Materials and Plasma Technology (4th IMRMPT), mayo 26 2017
	Development of novel Fique textile fabrics for clothing applications. Presentando en: American Chemical Society, April 2 2017
	Development Of Novelty Textile Products Using Cottonized Fique Fibers, Presentando en: ICNF 2017 - 3rd International Conference on Natural Fibers. Junio 21 de 2017
Artículo publicable en una revista especializada Q2.	Obtención de rayón viscosa a partir de fique con potencial aplicación en el sector textil colombiano, en proceso para someter
Una revisión bibliográfica publicable en una revista nacional en español	Rayón viscosa un polímero bio-basado con importante potencial de innovación en el sector textil.

6. BIBLOGRAFIA

- Albrecht, W. 2007. "Regenerated Cellulose in Chapter 'Cellulose.'" In *Ullmann's Encyclopaedia of Industrial Chemistry*, Wiley-VCH, 26.
- Andrade, Marcela Freitas, and Jorge Luiz Colodette. 2014. "Dissolving Pulp Production from Sugar Cane Bagasse." *Industrial Crops and Products* 52: 58–64. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.09.041>.
- Atalla, Rajai H, and Akira Isogai. 2010. "6.16 - Celluloses." : 493–539. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780080453828006912>.
- Batalha, Larisse A Ribas et al. 2012. "Dissolving Pulp Production from Bamboo." *BioResources* 7(1): 640–51.
- Brännvall, Elisabet. 2009. "Over View of Pulp an Paper Processes." In *Pulp and Paper Chemistry and Technology Volume 2 Pulping Chemistry and Technology*, eds. Monica Ek, Göran Gellerstedt, and Gunnar Henriksson. Walter de Gruyter GmbH & Co., 1–12.
- Burnham, Harold B. 1965. "Çatal Hüyük: The Textiles and Twined Fabrics." *Anatolian Studies* 15: 169–74.
- Burroughs, JR. R. H., and M. Levine. 1962. "Viscose Spinning Solution and Process." <https://www.google.com/patents/US3046085>.
- Carrillo, F., X. Colom, J. J. Suñol, and J. Saurina. 2004. "Structural FTIR Analysis and Thermal Characterisation of Lyocell and Viscose-Type Fibres." *European Polymer Journal* 40(9): 2229–34.
- Casas, A. et al. 2013. "Characterization of Cellulose Regenerated from Solutions of Pine and Eucalyptus Woods in 1-Allyl-3-Methylimidazolium Chloride." *Carbohydrate Polymers* 92(2): 1946–52. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.11.057>.
- Chen, J. 2014. 2014 Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology *Synthetic Textile Fibers: Regenerated Cellulose Fibers*. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-84569-931-4.00004-0>.
- Chen, Jinghuan et al. 2015. "Combined Effects of Raw Materials and Solvent Systems on the Preparation and Properties of Regenerated Cellulose Fibers." *Carbohydrate Polymers* 128: 147–53. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.04.027>.
- Ciolacu, Diana, Florin Ciolacu, and Valentin I Popa. 2011. "Amorphous Cellulose –

- Structure and Characterization.” *Cellulose Chemistry and Technology* 45(1–2): 13–21. [http://www.cellulosechemtechnol.ro/pdf/CCT1-2\(2011\)/p.13-21.pdf](http://www.cellulosechemtechnol.ro/pdf/CCT1-2(2011)/p.13-21.pdf).
- Comnea-Stancu, Ionela Raluca et al. 2017. “On the Identification of Rayon/Viscose as a Major Fraction of Microplastics in the Marine Environment: Discrimination between Natural and Manmade Cellulosic Fibers Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy.” *Applied Spectroscopy* 71(5): 939–50.
- Conab. 2012. “Companhia Nacional de Abastecimento.”
- COOK, J. GORDON. 2001a. *Handbook of Textile Fibres 1 – CELLULOSE FIBRES; RAYONS*.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781855734852500068>.
- . 2001b. “Handbook of Textile Fibres Vol. 1 Natural Fibers.” *Woodhead Publications Limited*: 3–8.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781855734852500056>.
- . 2001c. *Handbook of Textile Fibres Introduction: Fibres for Clothes*.
- . 2001d. “Introduction To a: Natural Polymer Fibres.” *Handbook of Textile Fibres*: 3–8. <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781855734852500056>.
- . 2001e. “Natural Fibres of Vegetable Origin.” *Handbook of Textile Fibres* (2): 3–78.
- . 2005. II. Man-made Fiber *Handbook of Textile Fibers*.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781855735736500084>.
- Diagonal. 2017. “ANÁLISIS DE IMPORTACIÓN DE HILAZAS CAPÍTULOS 52 , 54 Y 55 EN COLOMBIA Diciembre de 2017 Basado En Los Informes de La DIAN.” : 2.
[http://webanterior.diagonal.com.co/html/DIAN/Informe Importación Hilazas.pdf](http://webanterior.diagonal.com.co/html/DIAN/Informe%20Importaci3n%20Hilazas.pdf).
- Doud, E. 1936. “THE VISCOSITY OF VISCOSE SOLUTIONS MADE FROM GEORGIA PINE PULP.” Georgia School of technology.
- Enciso, E. et al. 2010. *Agenda Prospectiva de Investigación y Desarrollo Tecnológico Para La Cadena Productiva de Algodón, Textil, T confecciones En Colombia Con Énfasis en Ropa Infantil*.
- Eriksson, Hanna. 2014. “Cellulose Reactivity - Difference between Sulfite and PHK Dissolving Pulps.” (September): 57.
- Eriksson, Johanna. 2015. “Pilot Spinning of Viscose Staple Fibres.” Umeå University.
- Finagro. 2013. “Cultivos Permanentes.” *Anuario*: 81.
https://www.finagro.com.co/sites/default/files/node/basic-page/files/fique_-

_anuario_2013.pdf (December 5, 2015).

Gañán, Piedad, and Iñaki Mondragon. 2002. "Surface Modification of Figue Fibers. Effects on Their Physico-Mechanical Properties." *Polymer Composites* 23(3): 383–94.

Ganster, J., and H.-P. Fink. 2009. Handbook of Textile Fibre Structure *The Structure of Man-Made Cellulosic Fibres*. Woodhead Publishing Limited.
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845697303500068>.

Gellerstedt, Göran. 2015. "Softwood Kraft Lignin: Raw Material for the Future." *Industrial Crops and Products* 77: 845–54. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.09.040>.

Gurudatt, K., and V. S. Tripathi. 1998. "Studies on Changes in Morphology during Carbonization and Activation of Pretreated Viscose Rayon Fabrics." *Carbon* 36(9): 1371–77.

Gutiérrez Pulido, Humberto, and Román De la Vara Salazar. 2008. 53 Journal of Chemical Information and Modeling *Análisis y Diseño de Experimentos*.

Hatakeyama, Tatsuko, Kunio Nakamura, and Atsumi Hatakeyama. 2000. "Vaporization of Bound Water Associated with Cellulose Fibres." *Thermochimica Acta* 352(353): 233–39.

Haule, L. V., C. M. Carr, and M. Rigout. 2016. "Preparation and Physical Properties of Regenerated Cellulose Fibres from Cotton Waste Garments." *Journal of Cleaner Production* 112: 4445–51. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.08.086>.

Hearle, John W S. 2001. Regenerated Cellulose Fibres *Physical Structure and Fibre Properties*. Woodhead Publishing Ltd.
<http://dx.doi.org/10.1533/9781855737587.199>.

Heinze, Thomas. 2016. "Cellulose: Structure and Properties." In *Cellulose Chemistry and Properties : Fibers , Nanocelluloses and Advanced Materials*, , 1–53.

Hildebrandt, Nils C., Petteri Pilttonen, Jukka Pekka Valkama, and Mirja Illikainen. 2017. "Self-Reinforcing Composites from Commercial Chemical Pulps via Partial Dissolution with NaOH/Urea." In *Industrial Crops and Products*, Elsevier, 79–84.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.08.014>.

Hollen, N., and J. Saddler. 2002. *Introducción a Los Textiles*. Duodécima. Mexico: MacMillan.

Hon, David N.-S. 1995. *Chemical Modification of Lignocellulosic Materials*. CRC Press.

Houck, M. M. 2009. Identification of Textile Fibers *Identification of Textile Fibers*.

- Huawei, Z, and Y Xiuzhen. 2015. "Preparation Method of Hemp Stalk Viscose Fiber and Application Thereof." <https://patents.google.com/patent/CN103114339B/en>.
- Huber, Tim. 2012. "Processing of All Cellulose Composites via an Ionic Liquid Route." *PhD Thesis, Mechanical Engineering, University of Canterbury, Christchurch, NZ*, (July).
- Huzii, M. 1942. "STUDIES ON VISCOSE, IV." *Sen-iso Kogyo* 18(12): 52–57.
- Infoexim. 2017. "INFORMACIÓN RESUMIDA DE LAS IMPORTACIONES DE COLOMBIA PARA EL AÑO 2017." <http://www.infoexim.com/importaciones-colombia/2017/> (January 1, 2017).
- Jangala, P., and H Rong. 2007. *Making Rayon Fiber 1999*.
- Jianchun, Z. 2010. "Natural Fibres in China." In *The Proceedings of the Symposium on Natural Fibres*, [http://namateco.com/attachments/085_Natural fibers in China.pdf](http://namateco.com/attachments/085_Natural%20fibers%20in%20China.pdf).
- Jiang, W. 2011. "Use of Ionic Liquid for Producing Regenerated Cellulose Fibers." University of Texas.
- Kamppuri, Taina et al. 2015. "Characterisation of Novel Regenerated Cellulosic, Viscose, and Cotton Fibres and the Dyeing Properties of Fabrics." *Coloration Technology* 131(5): 396–402.
- Keijsers, Edwin R P, Gülden Yilmaz, and Jan E G Van Dam. 2013. "The Cellulose Resource Matrix." *Carbohydrate Polymers* 93(1): 9–21. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.08.110>.
- Khristova, P. et al. 2006. "Environmentally Friendly Pulping and Bleaching of Bagasse." *Industrial Crops and Products* 23(2): 131–39.
- Kılınç, Ahmet Çağrı et al. 2018. "Extraction and Investigation of Lightweight and Porous Natural Fiber from Conium Maculatum as a Potential Reinforcement for Composite Materials in Transportation." *Composites Part B: Engineering* 140(November 2017): 1–8.
- Köpcke, Viviana. 2010. *Conversion of Wood and Non-Wood Paper- Grade Pulps to Dissolving-Grade Pulps*. <http://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:373492/FULLTEXT01.pdf>.
- Kotek, Richard. 2006. "Regenerated Cellulose Fiber." In *Handbook of Fiber Chemistry*, ed. Menachem Lewin. CRC Press, 667–772.
- koźłowski, R.M., and M. Mackiewicz-Talarczyk. 2012. *Handbook of Natural Fibres Introduction to Natural Textile Fibres*. Woodhead Publishing Limited.

- <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845696979500011>.
- Kozłowski, R.M., M. Mackiewicz-Talarczyk, and J. Barriga-Bedoya. 2010. "Natural Fibers Production, Processing, and Application: Inventory and Future Prospects." In *Contemporary Science of Polymeric Materials*, ACS Symposium Series, 41–51.
- Kudryavtseva, A.G., E.M. Mogilevskii, and S.P. Papkov. 1973. "The Cellulose Content of the Viscose as a Factor in the Tenacity of Viscose Rayon." *Fibre Chemistry* 4(1): 45–47.
- Kvarnlöf, Niklas. 2007. PhD Faculty of Technology and Science "Activation of Dissolving Pulps Prior to Viscose Preparation."
- Legiscomex. 2012. "Textiles Y Confecciones En Colombia." : 1–37.
- Lenzing, AG. 2006. "Sustainability in the Lenzing Group."
http://www.lenzing.com/sites/nh/english/e_index.html. (May 16, 2012).
- Li, Wenbin et al. 2008. "Esterification Crosslinking Structures of Rayon Fibers with 1,2,3,4-Butanetetracarboxylic Acid and Their Water-Responsive Properties." *Carbohydrate Polymers* 71(4): 574–82.
- Lima, Alberto Ferreira. 2003. "Developing The Eucalyptus Wood Quality For Dissolving Pulp Using Tree Breeding."
http://www.eucalyptus.com.br/artigos/outros/2003_Developing_Eucalyptus_dissolving_pulp.pdf.
- Linares, E., G. Galeano, N. García, and Y. Figueroa. 2008. *Fibras Vegetales Empleadas En Artesanías En Colombia*. Universidad Nacional de Colombia, Artesanías de Colombia.
- Liu, C. F. et al. 2006. "Physicochemical Characterization of Cellulose from Perennial Ryegrass Leaves (*Lolium Perenne*)." *Carbohydrate Research* 341(16): 2677–87.
- Mimms, A. 1993. *Kraft Pulping, "A Compilation of Notes"*. ed. TAPPI Press.
- Moniruzzaman, Muhammad, and Tsutomu Ono. 2012. "Ionic Liquid Assisted Enzymatic Delignification of Wood Biomass: A New 'green' and Efficient Approach for Isolating of Cellulose Fibers." *Biochemical Engineering Journal* 60: 156–60.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.bej.2011.11.001>.
- Morales, María Eugenia, and Nancy Stella Peláez. 2002. "El Estudio de La Cadena Productiva Del Fique." (20): 121–34.
- Ozipek, B. 2014. *Advances in Filament Yarn Spinning of Textiles and Polymers Wet Spinning of Synthetic Polymer Fibers*. Woodhead Publishing Limited.

<http://dx.doi.org/10.1533/9780857099174.2.174>.

Pang, Jinhui et al. 2015. "Comparison of Physical Properties of Regenerated Cellulose Films Fabricated with Different Cellulose Feedstocks in Ionic Liquid." *Carbohydrate Polymers* 121: 71–78. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.11.067>.

Peinado, Jesús Emilio et al. 2006. 21 International Journal-of Hydrogen Energy *Guía Ambiental Del Subsector Fiquero*.
http://201.234.78.28:8080/jspui/handle/123456789/1146%5Cnhttp://192.168.98.116:8080/xmlui/bitstream/123456789/1146/1/2007222154336_GuiaAmbientalFiquera2006.pdf.

Polaskova, Martina et al. 2013. "Preparation of Microfibers from Wood/Ionic Liquid Solutions." *Carbohydrate Polymers* 92(1): 214–17.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.08.089>.

Poletto, Matheus, Heitor L. Ornaghi Júnior, and Ademir J. Zattera. 2014. "Native Cellulose: Structure, Characterization and Thermal Properties." *Materials* 7(9): 6105–19.

Polyutov A., A et al. 2000. "Cotton Cellulose: Ecological and Resource-Saving Raw Material for Production of Viscose Fibres. A Review." *Fibre Chemistry* 32(1): 6.

Porras, A., A. Maranon, and I. A. Ashcroft. 2015. "Characterization of a Novel Natural Cellulose Fabric from Manicaria Saccifera Palm as Possible Reinforcement of Composite Materials." *Composites Part B: Engineering* 74: 66–73.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.12.033>.

Procolombia. 2015. "Inversión En El Sector Sistema Moda." *Sistema Moda*.
<http://inviertaencolombia.com.co/sectores/manufacturas/textil-y-confeccion.html>.

Qu, Lijun et al. 2015. "Barium Sulfate/Regenerated Cellulose Composite Fiber with X-Ray Radiation Resistance." *Journal of Industrial Textiles* 45(3): 352–67.

Rebenfeld, Ludwig. 2002. 13 Textile Science and Technology *Chapter VI Fibers and Fibrous Materials*. Elsevier Masson SAS. [http://dx.doi.org/10.1016/S0920-4083\(02\)80009-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0920-4083(02)80009-3).

Rodrigues, José, Oskar Faix, and Helena Pereira. 1998. "Determination of Lignin Content of Eucalyptus Globulus Wood Using FTIR Spectroscopy." *Holzforschung* 52(1): 46–50. <http://www.degruyter.com/view/j/hfsg.1998.52.issue-1/hfsg.1998.52.1.46/hfsg.1998.52.1.46.xml>.

Roggenstein, Walter. 2011. "Viscose Fibres with New Functional Qualities." *Lenzinger Berichte* 89: 72–77.

- Rojas, Orlando J. 2016. *Advances in Polymer Science 271 Cellulose Chemistry and Properties : Fibers , Nanocelluloses and Advanced Materials*.
<http://www.springer.com/series/12>.
- Saeed, Muhammad Tariq, Khasan S. Karimov, Sher Bahadar Khan, and Abdullah M. Asiri. 2016. "Fabrication and Investigation of Cellulose Acetate-Copper Oxide Nano-Composite Based Humidity Sensors." *Sensors and Actuators A: Physical* 246: 58–65. <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924424716302278>.
- Sanjay, M. R. et al. 2018. "Characterization and Properties of Natural Fiber Polymer Composites: A Comprehensive Review." *Journal of Cleaner Production* 172: 566–81. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.101>.
- Scurlock, J. M O, D. C. Dayton, and B. Hames. 2000. "Bamboo: An Overlooked Biomass Resource?" *Biomass and Bioenergy* 19(4): 229–44.
- Sengupta, A.K. 2012. "Rayon Fibers." In *Manufactured Fibre Technology*, eds. V.B. Gupta and V.K. Kothari. , 480–513. http://www.springerlink.com/index/10.1007/978-94-011-5854-1_16.
- Shamsuddin, Siti Ros, Koon Yang Lee, and Alexander Bismarck. 2016. "Ductile Unidirectional Continuous Rayon Fibre-Reinforced Hierarchical Composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 90: 633–41.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.08.021>.
- Shawe, J, R Riesen, J Widmann, and M Schubnell. 2000. "UserCom Mettler Toledo." *Mettler Toledo*: 3–4.
- Sixta, Herbert. 2008. 1–2 *Handbook of Pulp Handbook of Pulp*.
- . 2015. "Ioncell-F: A High-Strength Regenerated Cellulose Fibre." *Nordic Pulp and Paper Research Journal* 30(1): 43–57.
- Sreenivasa Murthy, H.V. 2016. *Introduction to Textile Fibers*. New Delhi: Woodhead Publishing India PVT Ltda.
- Statista. 2016. "Cotton Production by Country Worldwide in 2015/2016."
<https://www.statista.com/statistics/263055/cotton-production-worldwide-by-top-countries/> (October 4, 2017).
- Statpoint technologies. 2017. "Statgraphics Centurion XVI."
- Strunk, Peter. 2012. *Characterization of Cellulose Pulps and the Influence of Their Properties on the Process and Production of Viscose and Cellulose Ethers*.
- Sugesty, Susi, Teddy Kardiansyah, and Henggar Hardiani. 2015. "Bamboo as Raw

- Materials for Dissolving Pulp with Environmental Friendly Technology for Rayon Fiber." *Procedia Chemistry* 17: 194–99.
- Sun, Shaomin et al. 2010. "Comparison of the Mechanical Properties of Cellulose and Starch Films." *Biomacromolecules* 11(1): 126–32.
- Teng, Yun, Guomin Yu, Yifan Fu, and Cuiyu Yin. 2018. "The Preparation and Study of Regenerated Cellulose Fibers by Cellulose Carbamate Pathway." *International Journal of Biological Macromolecules* 107(PartA): 383–92.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.006>.
- Titok, Vladimir et al. 2010. "Infrared Spectroscopy of Fiber Flax." *Journal of Natural Fibers* 7(1): 61–69.
- Wang, Sen, Ang Lu, and Lina Zhang. 2016. "Recent Advances in Regenerated Cellulose Materials." *Progress in Polymer Science* 53: 169–206.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2015.07.003>.
- Wilkes, A. 2001. "2 - The Viscose Process." In *Regenerated Cellulose Fibres*, ed. C. Woodings. Woodhead Publishing, 37–62.
- Young, R. 2004. "Encyclopedia of Polymer Science and Technology." In *American Drycleaner*, , 400–416.
- Zhang, Yue et al. 2014. "Chemical Modification of Cellulose by in Situ Reactive Extrusion in Ionic Liquid." *Carbohydrate Polymers* 99: 126–31.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.07.084>.
- Zuluaga, Robin et al. 2009. "Cellulose Microfibrils from Banana Rachis: Effect of Alkaline Treatments on Structural and Morphological Features." *Carbohydrate Polymers* 76(1): 51–59.

ANEXOS

ANEXO 1: Datos del contenido de lignina para el diseño de experimentos.

En el presente Anexo se presentan los datos del contenido de lignina en función de la Ecuación 1 para las tres repeticiones del diseño de experimentos, Tabla 8, en conjunto con los FTIR de las 27 corridas obtenidas según el diseño de experimentos.

Tabla 8. Promedios de las respuestas del diseño de experimentos en función de la Ecuación 1

Corrida	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	% peróxido	Relación de intensidades 1	Relación de intensidades 2	Relación de intensidades 3	Promedio
1	70	30	5	0,098	0,096	0,029	0,074
2	60	30	3	0,090	0,039	0,046	0,058
3	70	30	3	0,028	0,111	0,133	0,091
4	80	30	5	0,044	0,045	0,049	0,046
5	80	60	3	0,003	0,033	0,023	0,019
6	80	60	5	0,073	0,046	0,110	0,076
7	60	45	5	0,081	0,069	0,050	0,067
8	70	30	1	0,037	0,063	0,057	0,052
9	70	60	5	0,104	0,068	0,023	0,065
10	80	30	3	0,084	0,081	0,037	0,067
11	80	45	5	0,000	0,034	0,017	0,017
12	60	30	5	0,161	0,021	0,102	0,095
13	60	60	5	0,099	0,025	0,063	0,062
14	80	45	3	0,070	0,048	0,005	0,041
15	70	60	3	0,036	0,047	0,031	0,038
16	70	45	1	0,037	0,031	0,029	0,032
17	60	30	1	0,104	0,034	0,045	0,061
18	60	45	3	0,072	0,064	0,051	0,062
19	80	60	1	0,031	0,045	0,000	0,026
20	70	45	3	0,093	0,031	0,093	0,072
21	70	45	5	0,012	0,121	0,047	0,060
22	70	60	1	0,025	0,096	0,020	0,047
23	80	30	1	0,050	0,019	0,036	0,035
24	60	60	1	0,097	0,000	0,050	0,049
25	60	45	1	0,034	0,021	0,090	0,048
26	80	45	1	0,051	0,079	0,095	0,075
27	60	60	3	0,055	0,081	0,052	0,063

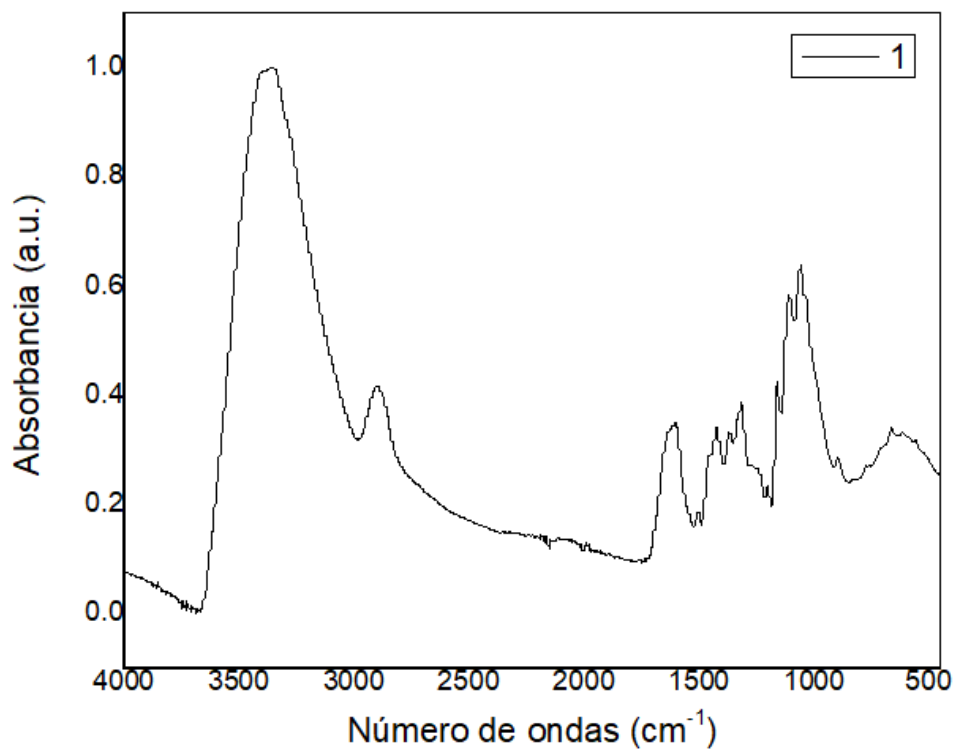


Figura 19. FTIR de la corrida 1 del diseño de experimentos

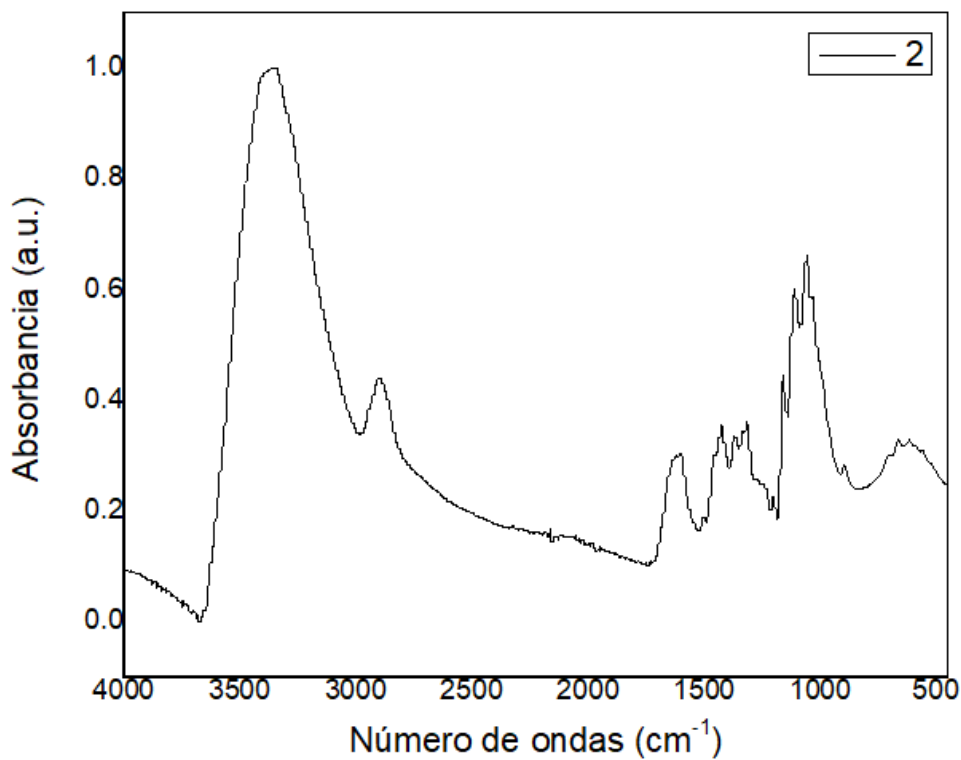


Figura 20. FTIR de la corrida 2 del diseño de experimentos

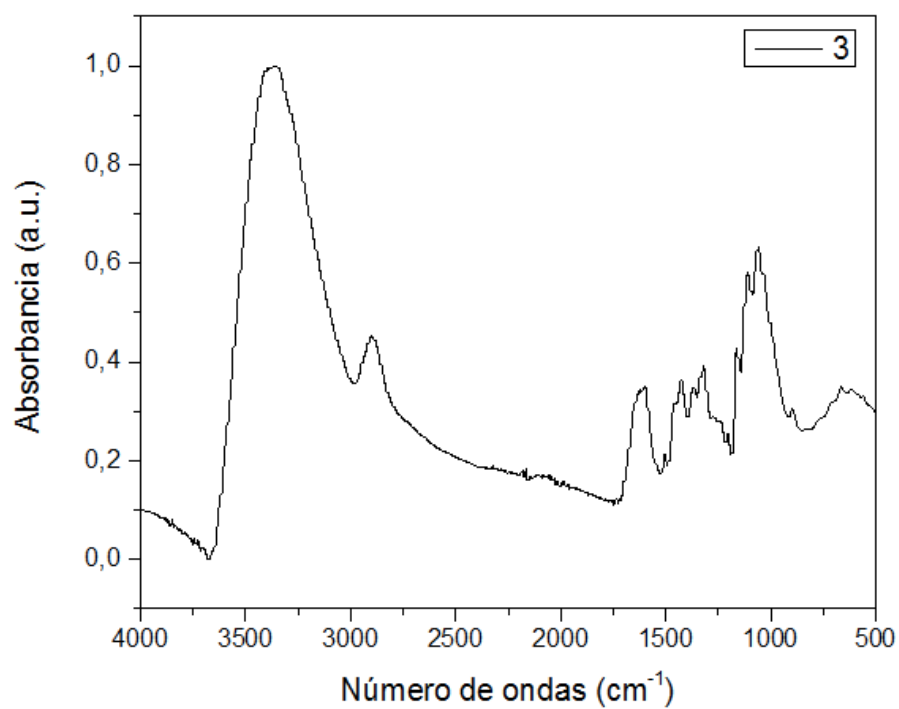


Figura 21. FTIR de la corrida 3 del diseño de experimentos

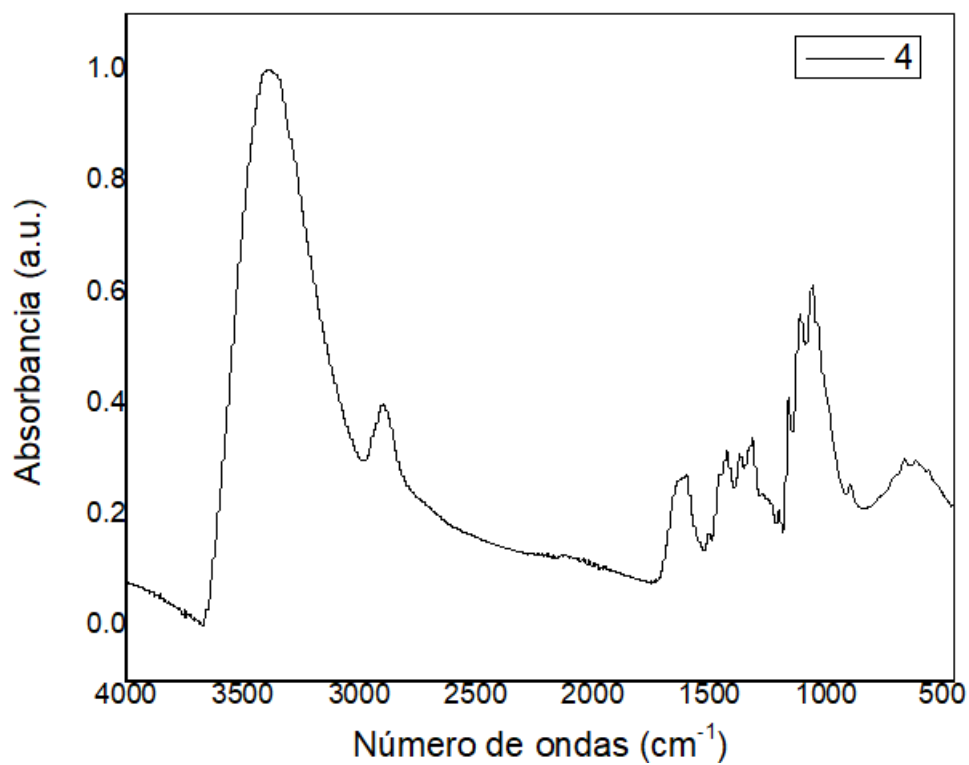


Figura 22. FTIR de la corrida 4 del diseño de experimentos

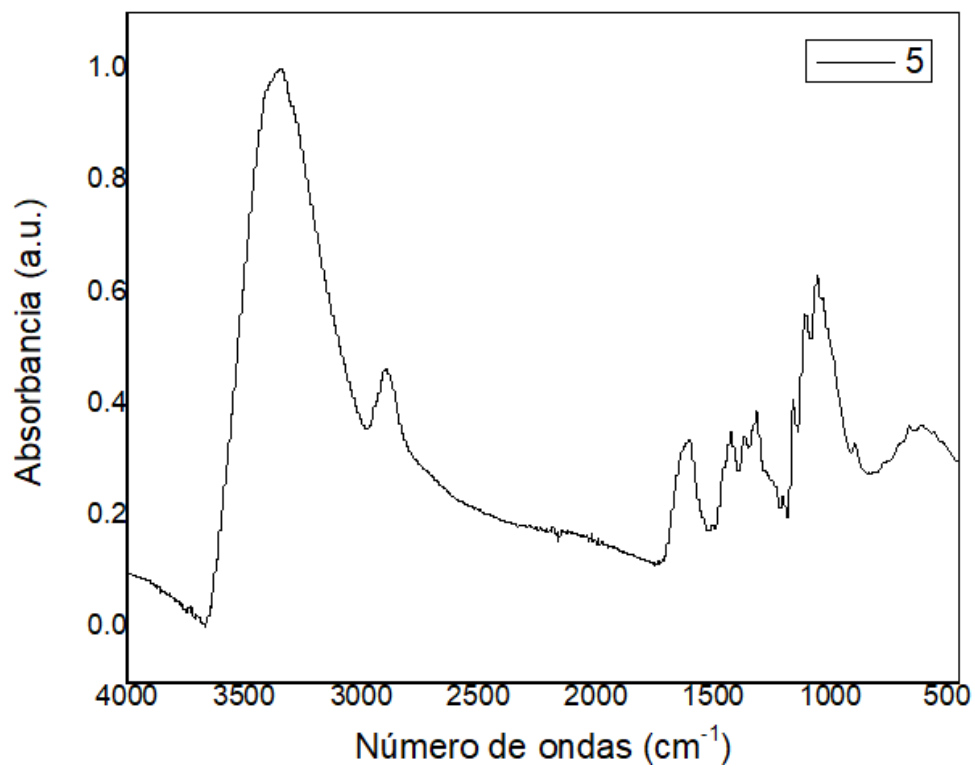


Figura 23. FTIR de la corrida 5 del diseño de experimentos

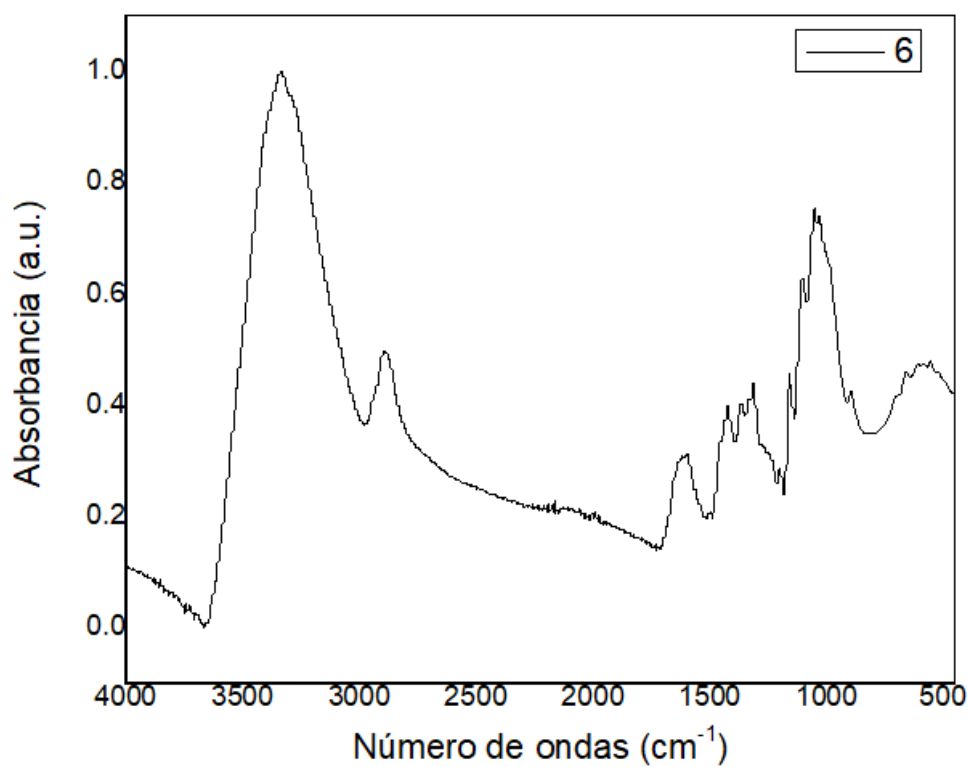


Figura 24. FTIR de la corrida 6 del diseño de experimentos

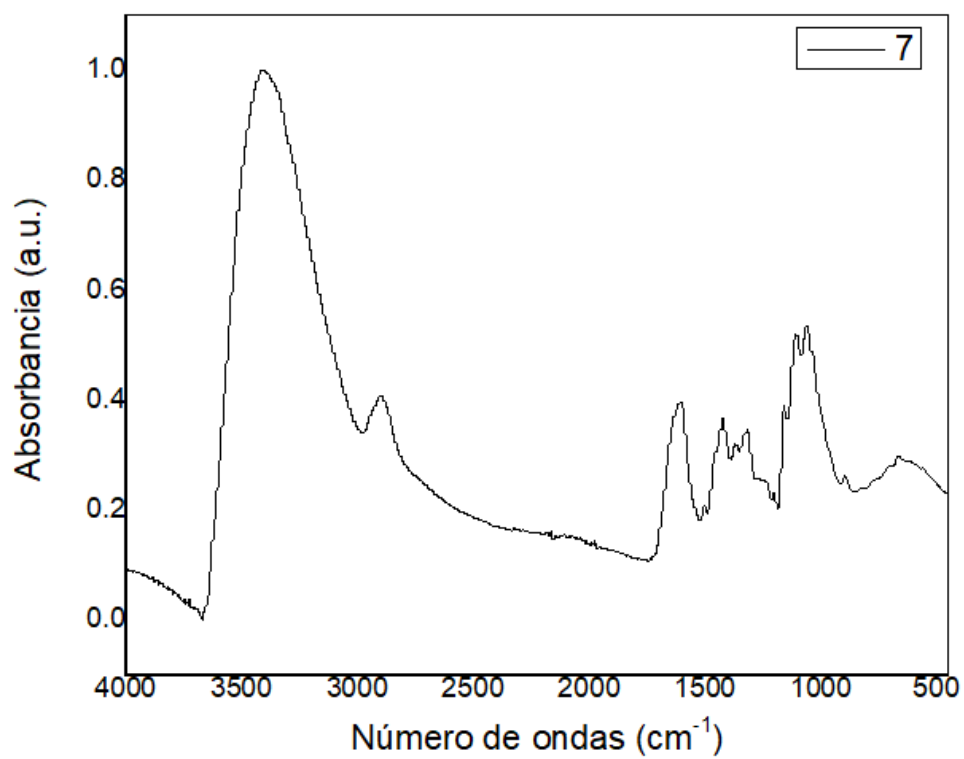


Figura 25. FTIR de la corrida 7 del diseño de experimentos

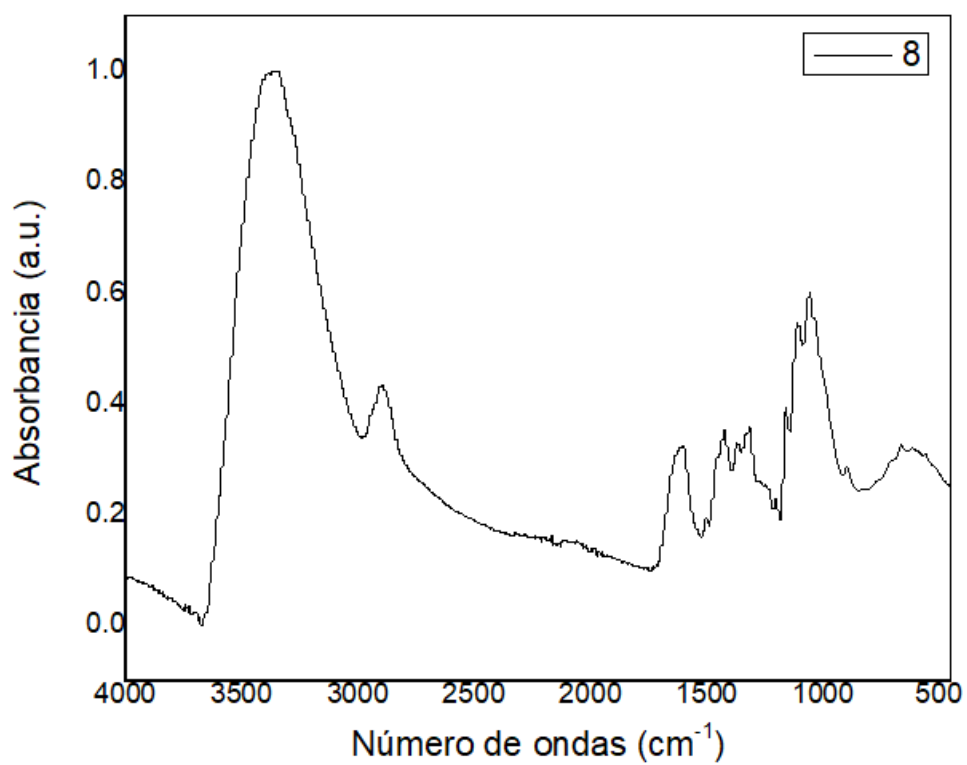


Figura 26. FTIR de la corrida 8 del diseño de experimentos

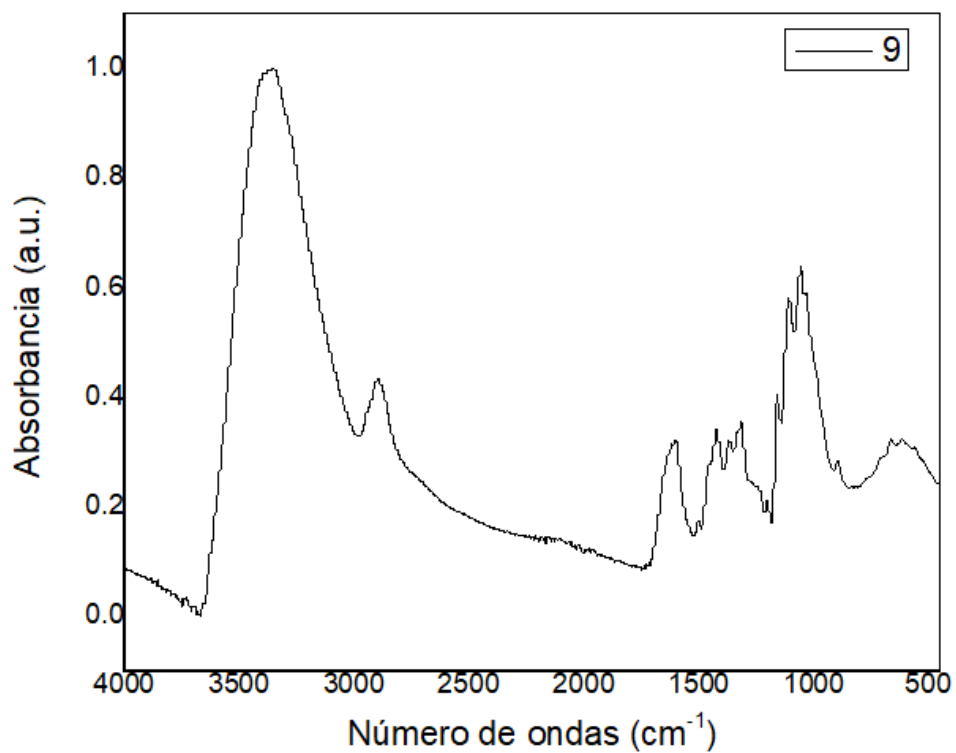


Figura 27. FTIR de la corrida 9 del diseño de experimentos

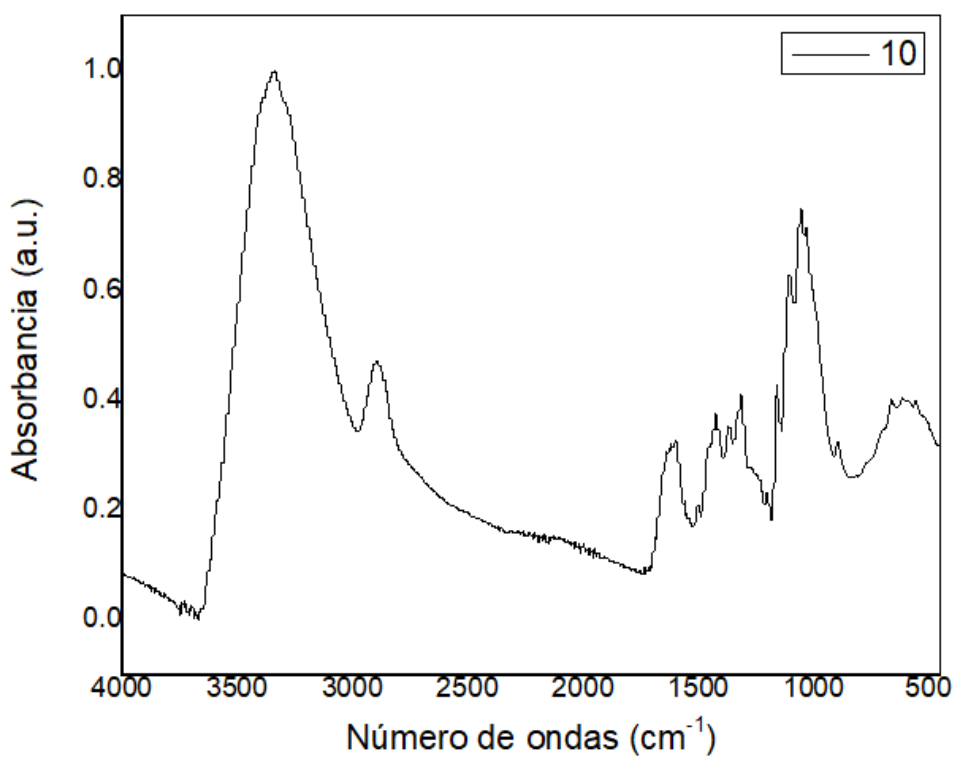


Figura 28. FTIR de la corrida 10 del diseño de experimentos

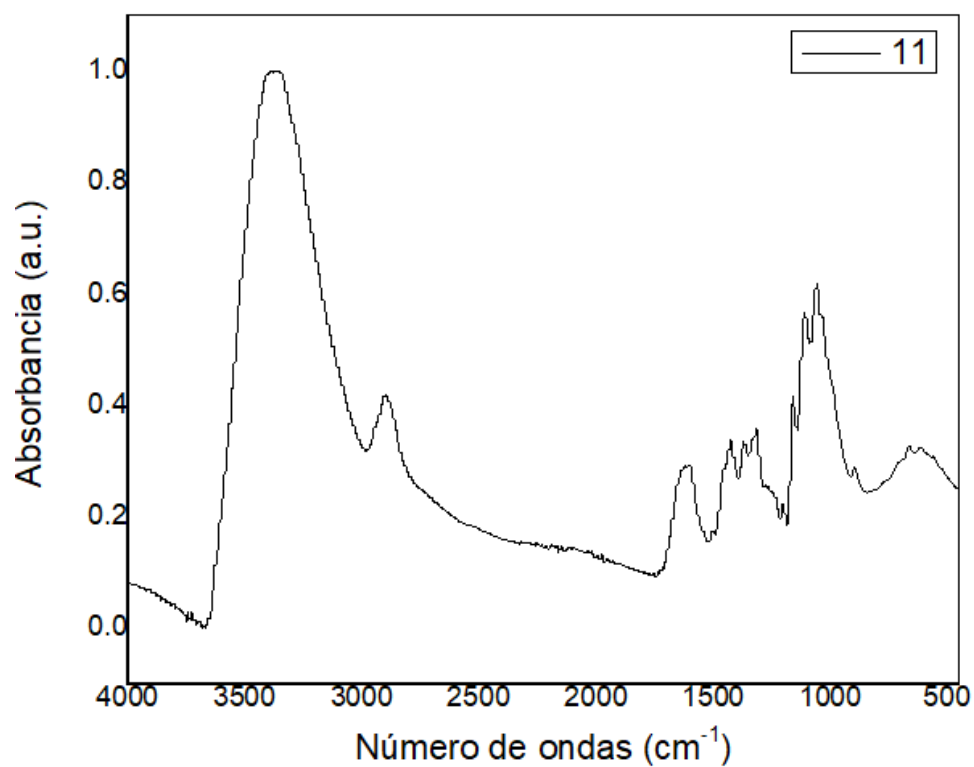


Figura 29. FTIR de la corrida 11 del diseño de experimentos

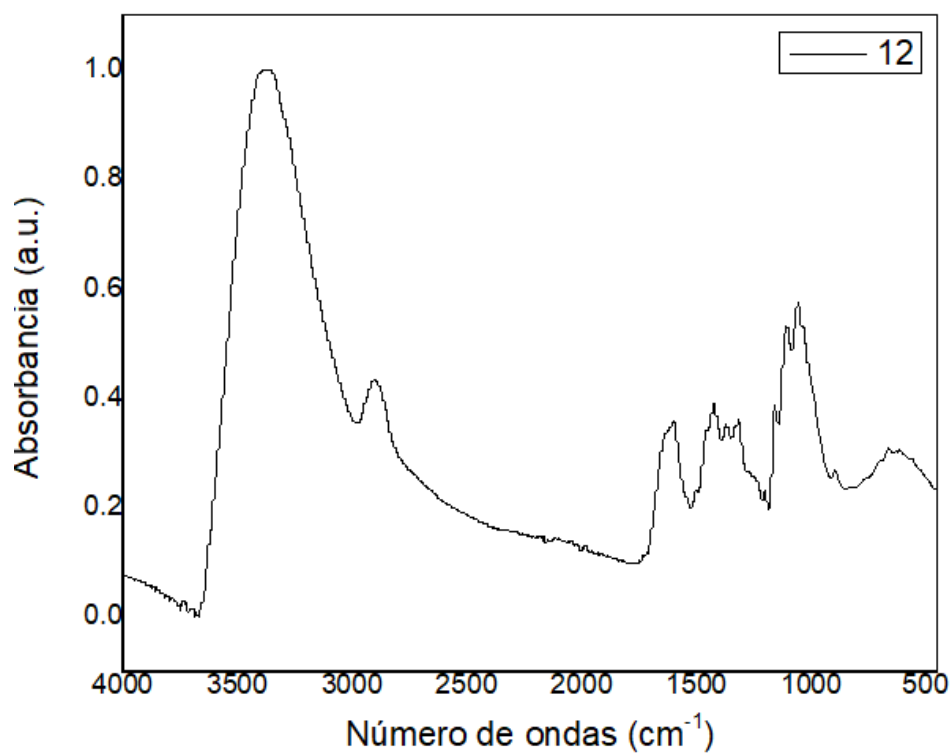


Figura 30. FTIR de la corrida 12 del diseño de experimentos

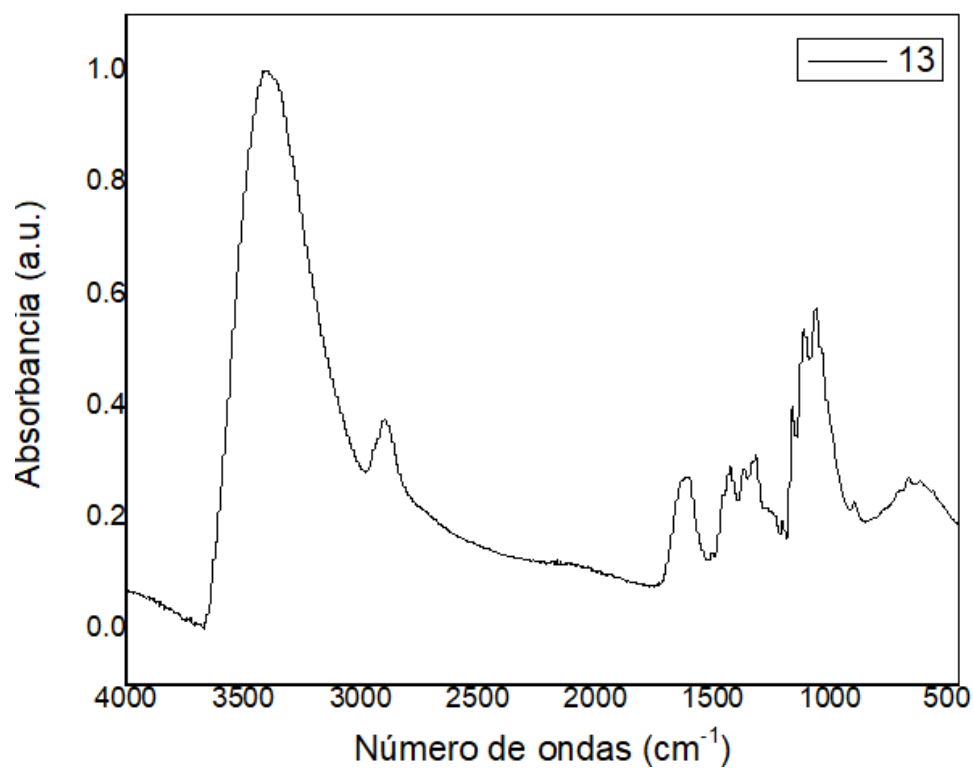


Figura 31. FTIR de la corrida 13 del diseño de experimentos

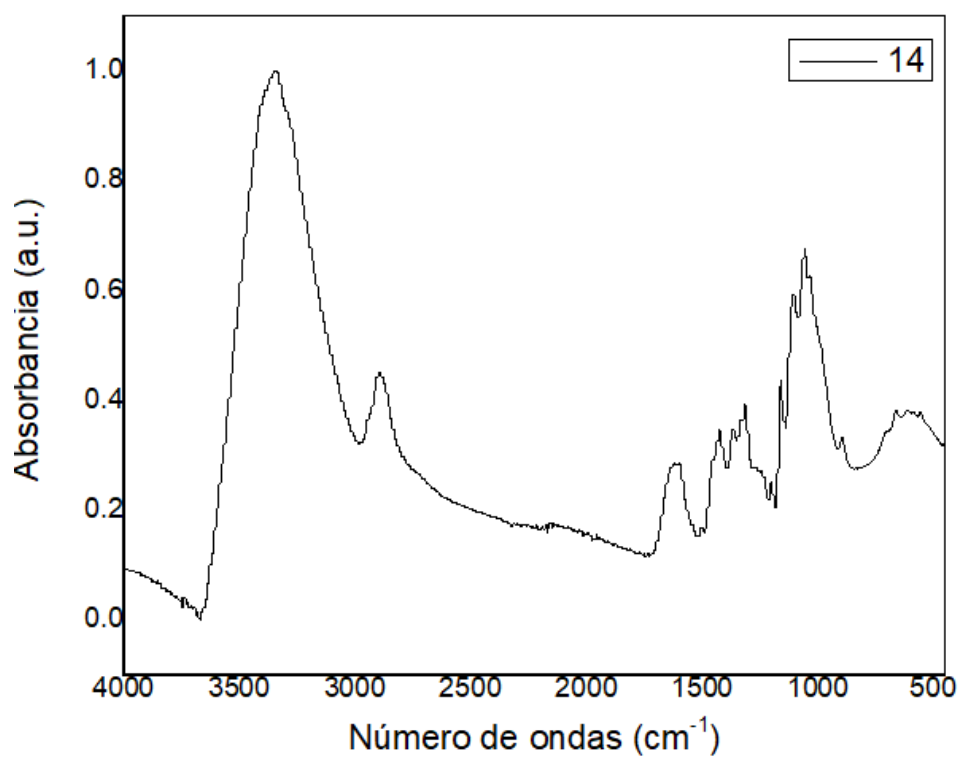


Figura 32. FTIR de la corrida 14 del diseño de experimentos

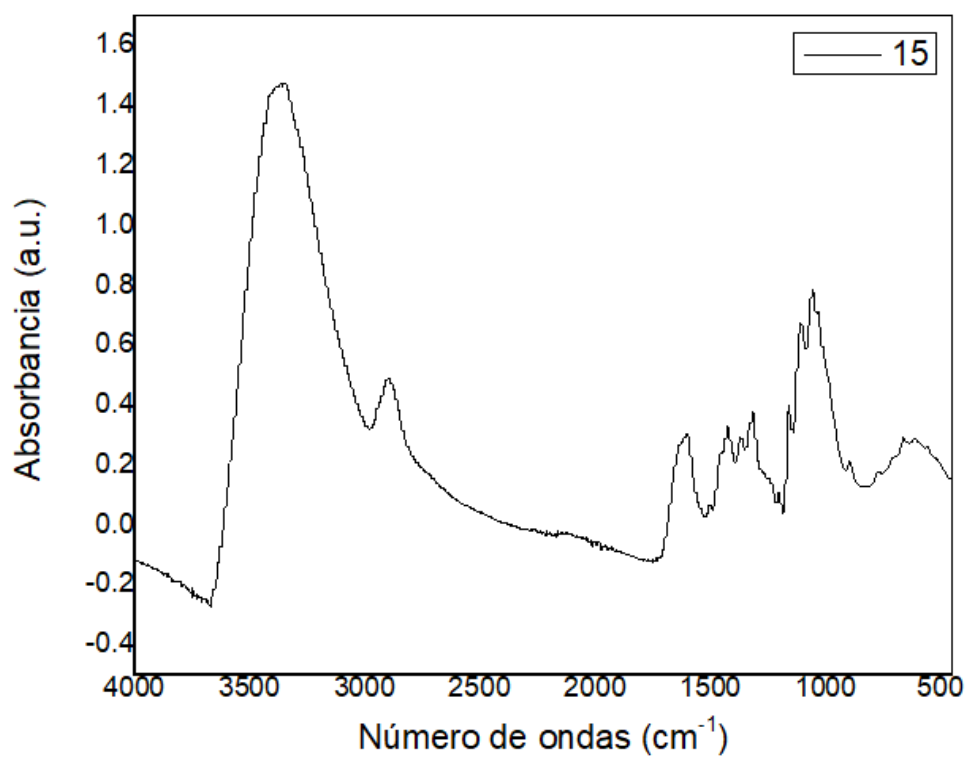


Figura 33. FTIR de la corrida 15 del diseño de experimentos

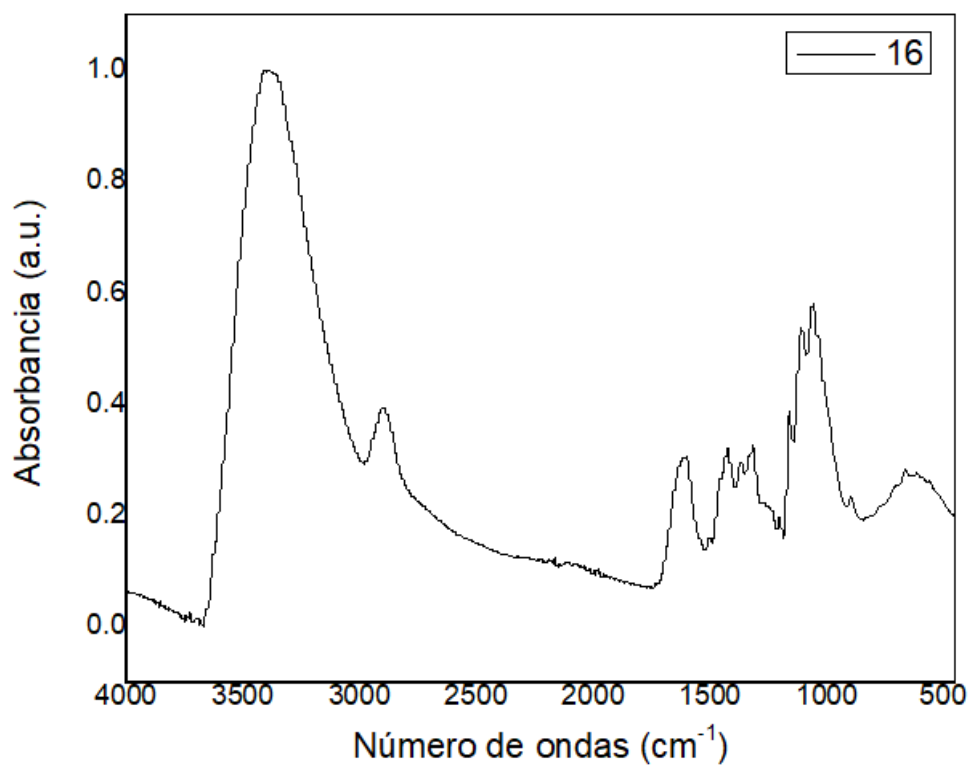


Figura 34. FTIR de la corrida 16 del diseño de experimentos

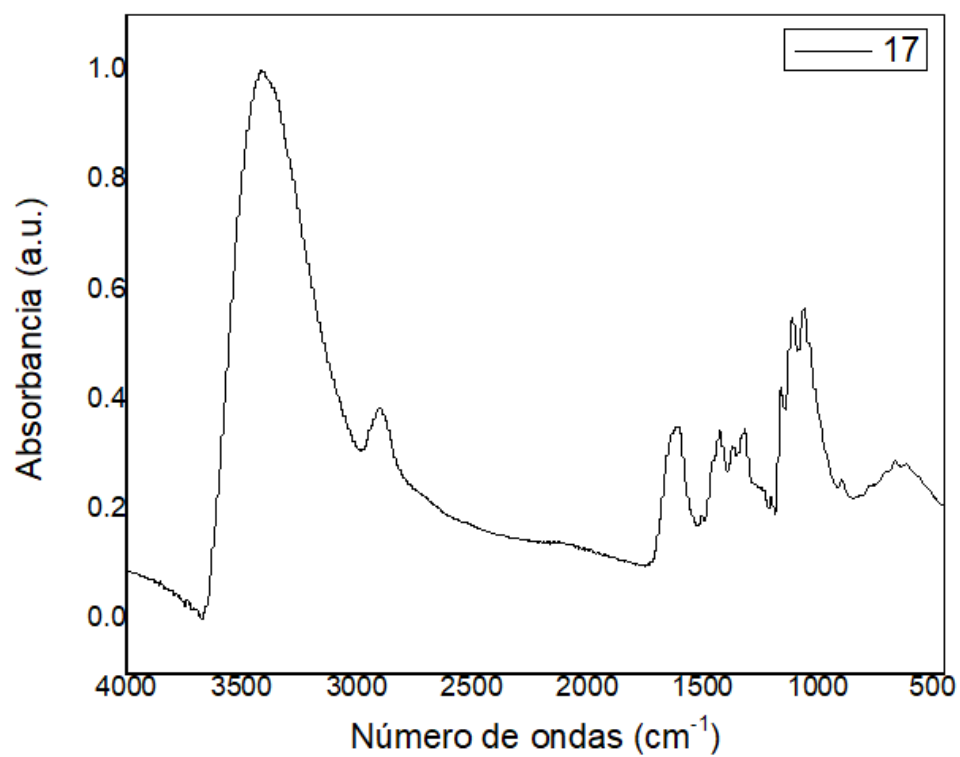


Figura 35. FTIR de la corrida 17 del diseño de experimentos

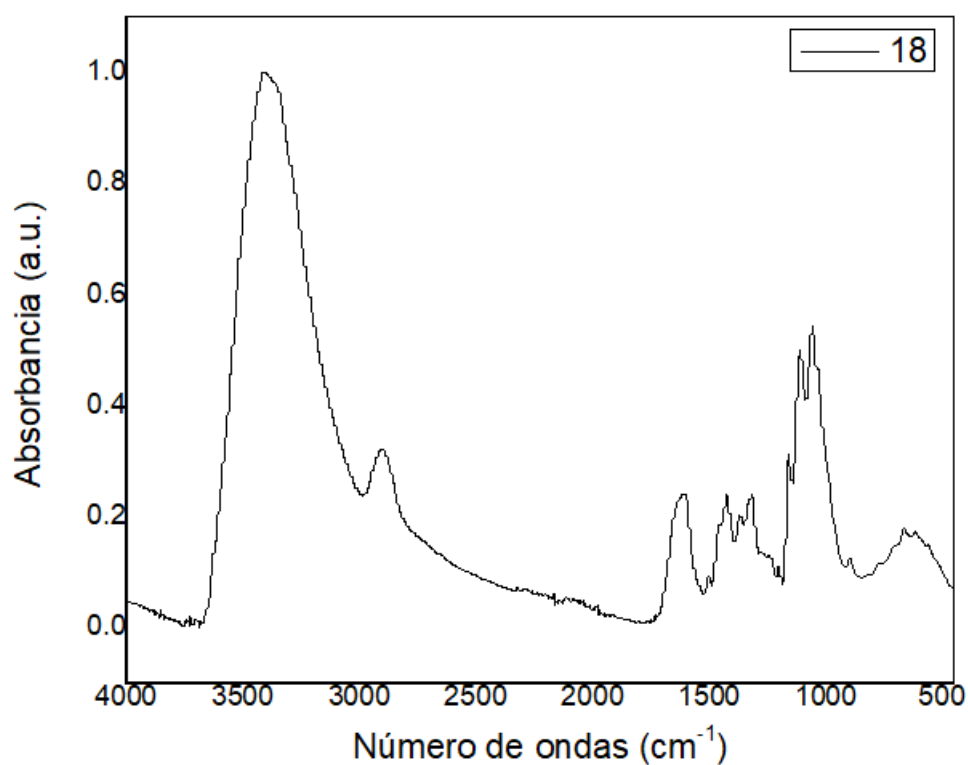


Figura 36. FTIR de la corrida 18 del diseño de experimentos

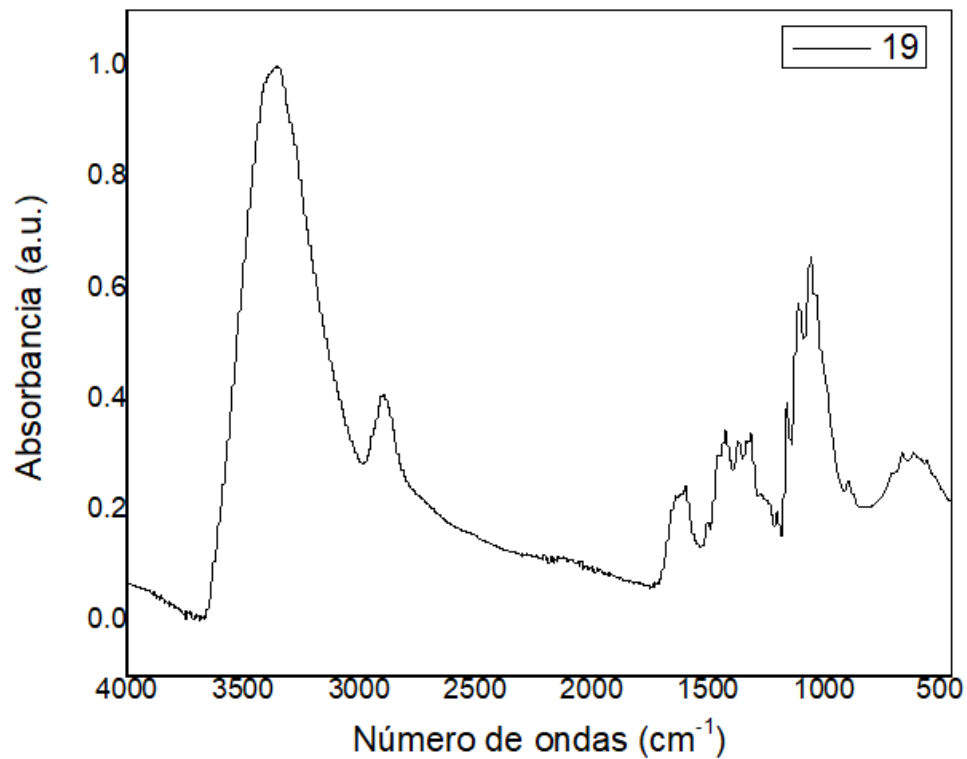


Figura 37. FTIR de la corrida 19 del diseño de experimentos

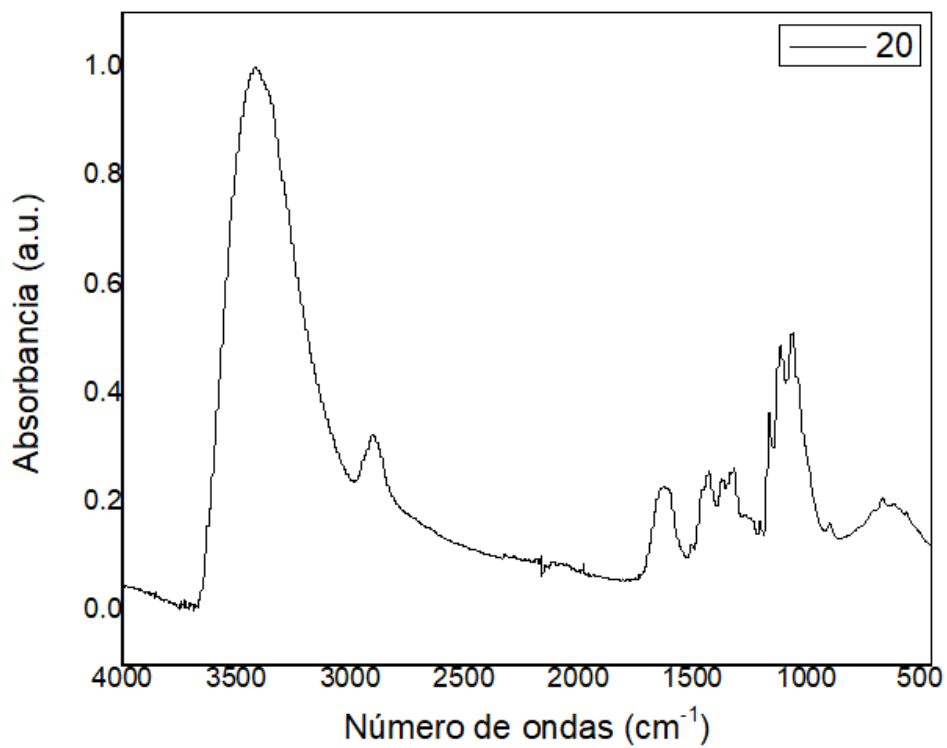


Figura 38. FTIR de la corrida 20 del diseño de experimentos

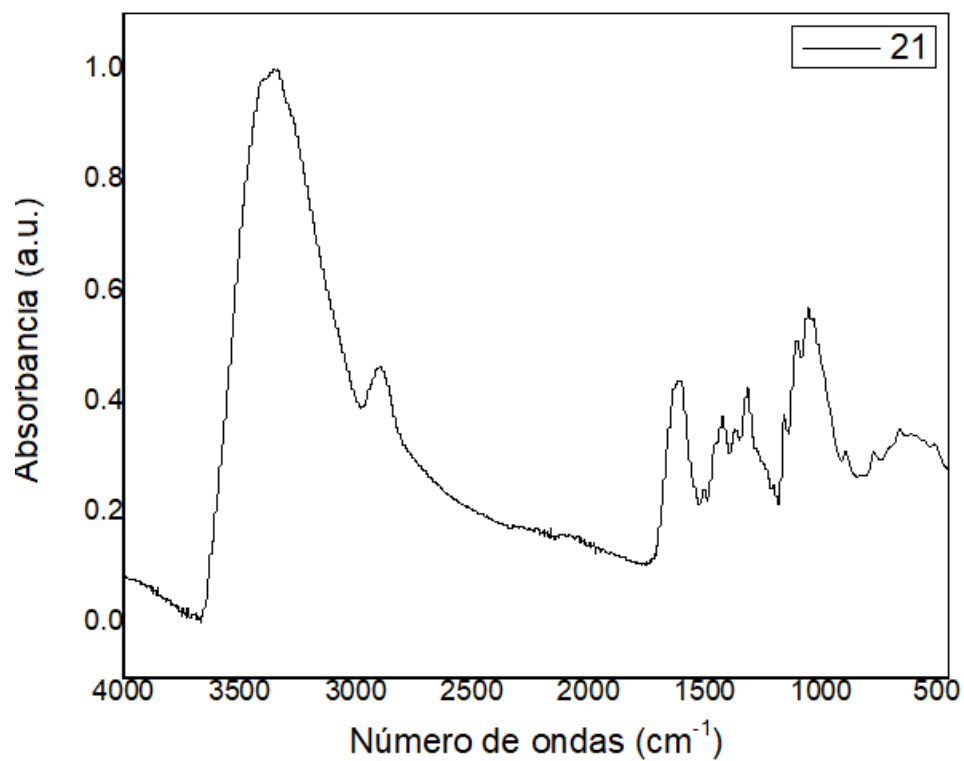


Figura 39. FTIR de la corrida 21 del diseño de experimentos

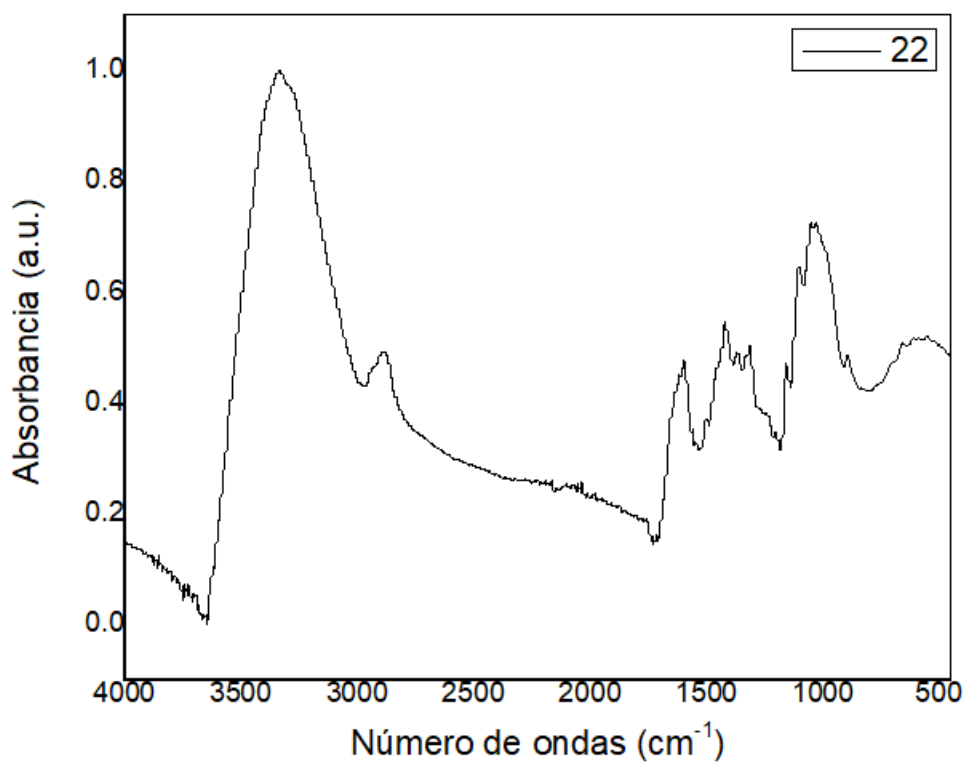


Figura 40. FTIR de la corrida 22 del diseño de experimentos

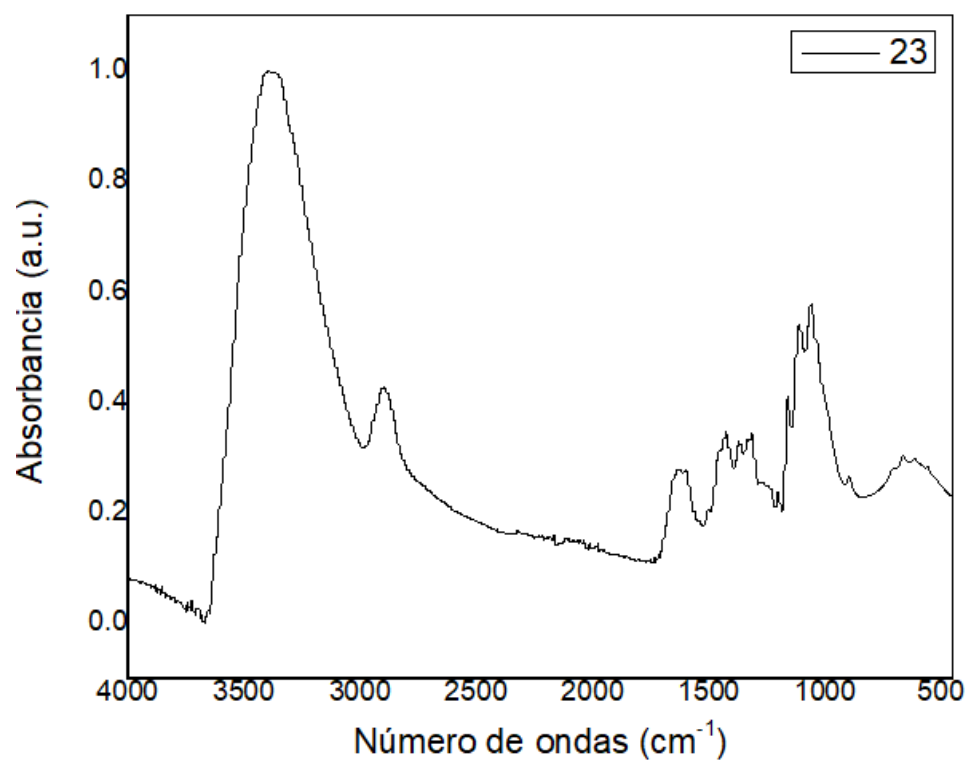


Figura 41. FTIR de la corrida 23 del diseño de experimentos

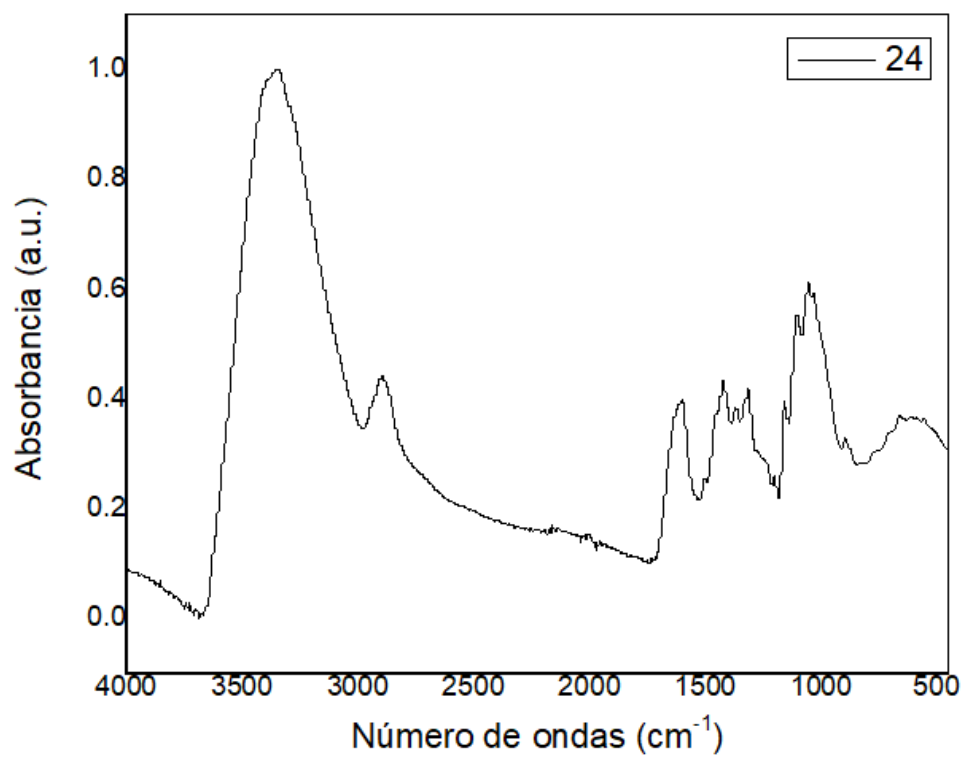


Figura 42. FTIR de la corrida 24 del diseño de experimentos

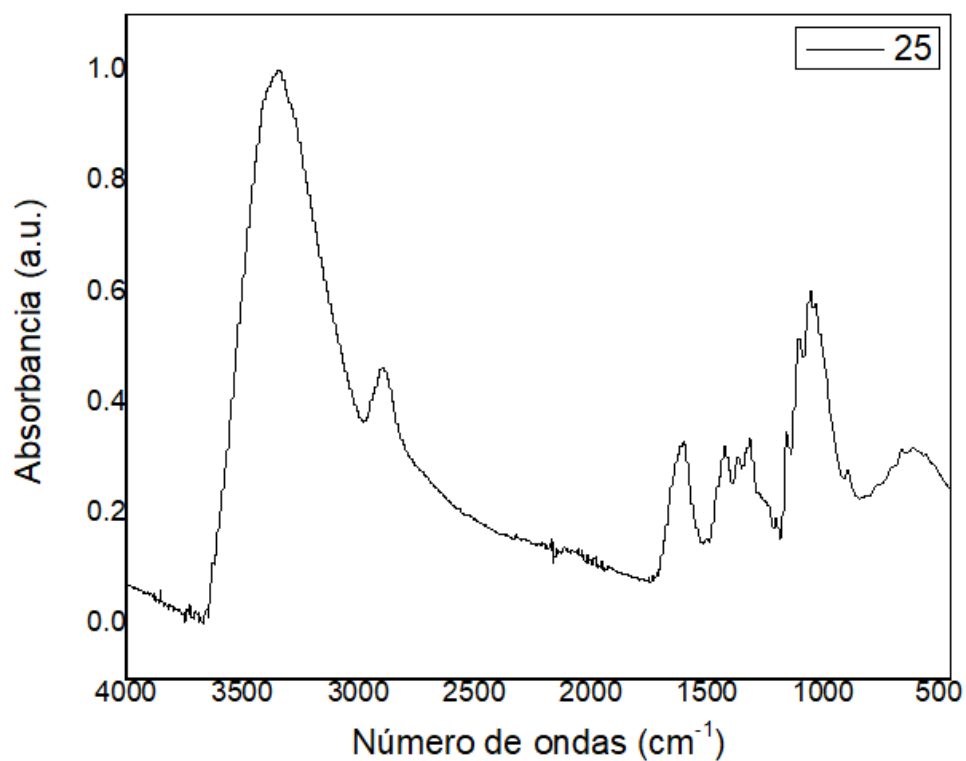


Figura 43. FTIR de la corrida 25 del diseño de experimentos

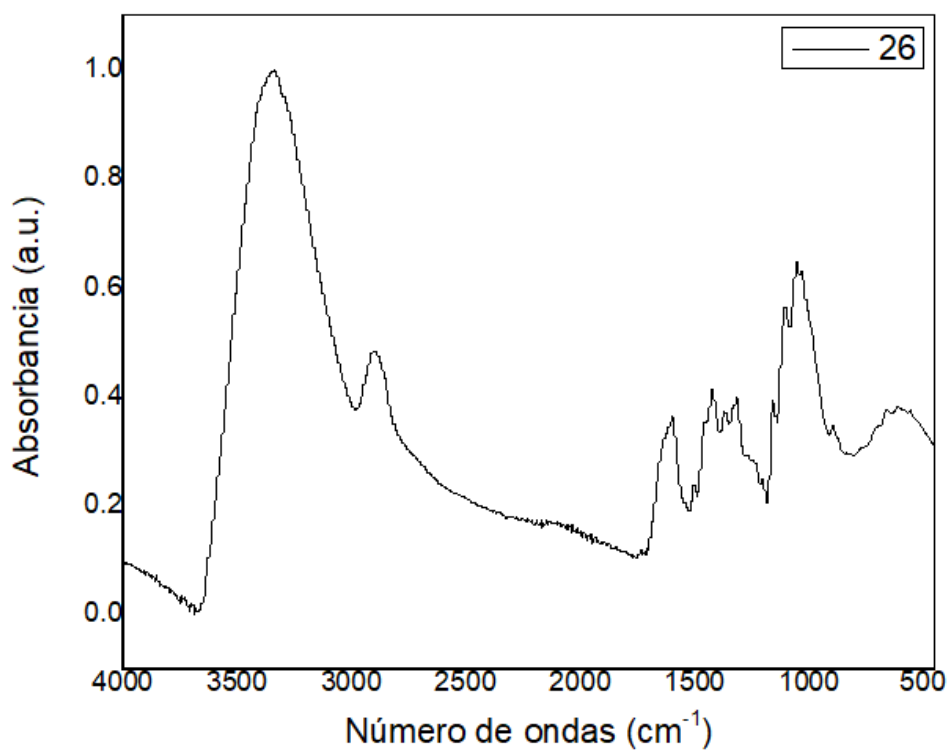


Figura 44. FTIR de la corrida 26 del diseño de experimentos

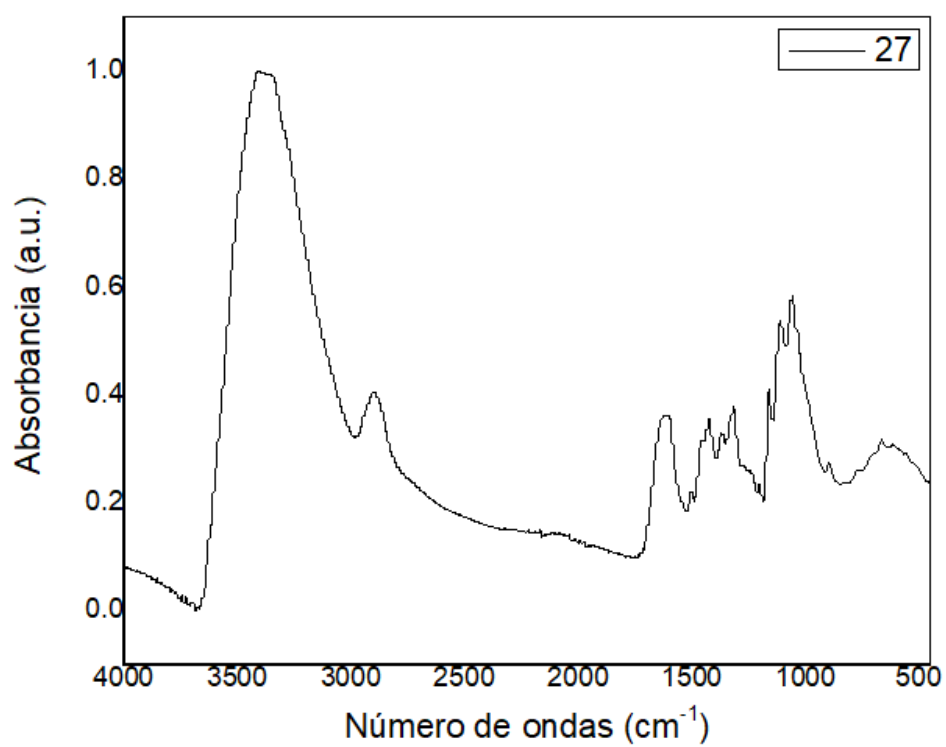


Figura 45. FTIR de la corrida 27 del diseño de experimentos

ANEXO 2: Costo materias primas.

En la presente anexo se adjuntan el consumo de reactivos con sus respectivos precios para calcular el costo de las materias primas para transformación (de fibra a pulpa) de 500g de fibra de fique y para producir 300 mL de solución de viscosa y solidificarla.

Tabla 9. Costos Materias primas para el pulpeo de 500 g de Fique.

Costos	Cantidad	u	Precio	Precio por unidad	Consumo total	Precio Consumo
Fibra	1000	g	\$2.000	\$2	500	\$1.000
NaOH	1000	g	\$48.000	\$48	700	\$33.600
Marvacol	1000	g	\$7.700	\$8	2	\$15
Silcolapse	1000	g	\$19.000	\$19	5	\$95
Peroxido	1900	mL	\$10.900	\$6	1000	\$5.737
					Total	\$40.447

Tabla 10. Costos para producir y solidificar 300 mL de viscosa

Costos	Cantidad	u	Precio	Precio por unidad	Consumo total	Precio Consumo
NaOH	1000	g	\$48.000	\$48	84	\$4.008
CS ₂	2500	mL	\$772.560	\$309	7	\$2.225
H ₂ SO ₄	2500	mL	\$67.000	\$27	334	\$8.950
Sulfato zinc	1000	g	\$75.000	\$75	58	\$4.331
Sulfato de sodio	1000	g	\$93.000	\$93	1.085	\$100.905
					Total	\$120.419