

Aislamiento y caracterización de celulosas obtenidas de fibras de *Agave salmiana* aplicando dos métodos de extracción ácido-álcali*

Isolation and characterization of cellulose obtained from *Agave salmiana* fibers using two acid-alkali extraction methods

Cuauhtémoc De Dios Naranjo¹, Liliana Alamilla-Beltrán¹, Gustavo F. Gutiérrez-Lopez¹, Eduardo Terres-Rojas², Javier Solorza-Feria³, Sofía Romero-Vargas⁴, Hernani T. Yee-Madeira⁴, Flores-Morales Areli⁵ y Rosalva Mora-Escobedo^{1§}

¹Escuela Nacional de Ciencias Biológicas-IPN. Carpio y Plan de Ayala S/N. México, D. F. C. P. 11340, México. ²Instituto Mexicano del Petróleo. Eje Central Lázaro Cárdenas 152, San Bartolo Atepehuacan, México, D. F. C. P. 07730. ³CEPROBI-IPN, Carretera Yautepec-Jojutla, km 8.5, Col. San Isidro, A. P. 24, C. P. 62731, Yautepec, Morelos, México. ⁴Escuela Superior de Física y Matemáticas-IPN. Av. Instituto Politécnico Nacional S/N, San Pedro Zacatenco, C. P. 07738, México, D. F. ⁵Instituto Tecnológico del Altiplano de Tlaxcala, San Diego Xocoyucan, Tlaxcala, Tlaxcala. [§]Autora para correspondencia: rosalmora@hotmail.com.

Resumen

Para aprovechar las pencas de agaves (*A. salmiana*) una vez que se retiran de la piña de la planta, se obtuvieron fibras. Las hojas fueron tratadas con hidrólisis ácida (HCl) e hidrólisis alcalina (NaOH), usando presión de 1.1 kg/cm² (FACT ácido-álcali con presión), a 121 °C por 4 h y otro tratamiento a presión atmosférica con reflujo (FACT ácido-álcali sin presión). Se determinó el porcentaje de celulosa y lignina, así como los cambios fisicoquímicos por medio de calorimetría diferencial de barrido (DSC), termogravimetría (TG), Difracción de rayos X (DRX), Espectroscopia infrarroja (IR) y Microscopia electrónica de barrido ambiental (MEB). El mayor contenido de celulosa (79.95%) se obtuvo para el tratamiento FACT ácido-álcali sin presión, presentando también una mayor cristalinidad (50.07). La microestructura mostró que el tratamiento FACT ácido-álcali con presión mostró más espacios vacíos, esto debido a la degradación de las fibras, lo cual se asocia a una pérdida de celulosa. Ambos tratamientos afectaron la estructura y composición de las fibras de agave.

Palabras clave: celulosa, fibras de agave, lignina, tratamiento ácido-base sin presión, tratamiento ácido-base con presión.

Abstract

Fibers were obtained in order to make use of the agave leaves (*A. salmiana*) once the heart of the plant was removed. The leaves were treated with acid hydrolysis (HCl) and alkaline hydrolysis (NaOH), using a pressure of 1.1 kg/cm² (acid-alkali TAF with pressure). The percentage of cellulose and lignin was determined, as well as the physicochemical changes through Differential Scanning Calorimetry (DSC), Thermogravimetric Analysis (TGA), X-ray Diffraction (XRD), Infrared Spectroscopy (IR) and Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM). The highest cellulose content (79.95%) was obtained from the acid-alkali TAF treatment without pressure, presenting a higher crystallinity as well (50.07). The microstructure showed that the acid-alkali TAF treatment with pressure presented more empty spaces, this due to the degradation of the fibers which is associated with cellulose loss. Both treatments affected the structure and composition of the agave fibers.

Keywords: acid-base treatment with pressure, acid-base treatment without pressure, agave fibers, cellulose, lignin.

* Recibido: agosto de 2015
Aceptado: enero de 2016

Introducción

El agave es una planta xerófila utilizada para la elaboración de bebidas alcohólicas no convencionales como el pulque o el mezcal. Para producir 1 L de mezcal, se requieren 15 kg de *Agave salmiana*, generándose como productos de desecho 6 kg de bagazo (López-Álvarez *et al.*, 2012). Adicional a esto, se considera que el material de desecho que se deja en el campo durante la cosecha de la piña o cabeza de maguey, es de aproximadamente 10.5 kg por planta, y está compuesto principalmente por pencas, rizoma y espinas laterales. Chávez-Guerrero (2010) reportó que en 2007 se obtuvieron cerca de 1 692 toneladas de bagazo (en base seca) únicamente de la producción de mezcal en el estado de Tamaulipas, sin considerarse el material orgánico que se queda en el campo.

Este material lignocelulósico puede ser aprovechado a través de tratamientos superficiales de las fibras como la maceración, aunado al uso de tratamientos ácidos-alkalinos lo cual permite la separación de fibras de hemicelulosas y ligninas, que además mejora las fibras en cuanto a su estabilidad térmica y fuerza tensil; factores necesarios para la elaboración de composites. Estos tratamientos también permiten eliminar impurezas como las ceras, pectinas y sales minerales incrementando su área superficial (Saucedo *et al.*, 2010; Ben Sghaier *et al.*, 2012; Rosli *et al.*, 2013).

La reducción de tamaño de partícula en las fibras, genera mayor superficie de contacto con sustancias químicas como ácidos y álcalis, que junto con presión logran modificar más las fibras. El objetivo del presente trabajo fue el de obtener fibras modificadas con alto contenido de celulosa a partir de fibras nativas de *A. salmiana*, y caracterizarlas mediante técnicas termogravimétricas, espectroscópicas, y microscópicas, para utilizarlo en la industria de alimentos como fibra o como material para la obtención de empaques biodesintegrables.

Materiales y métodos

Materiales

Se utilizaron pencas de *A. salmiana* de una edad aproximada de 8 a 10 años, obtenidas de plantaciones del estado de Tlaxcala, México. Estas fueron lavadas, pesadas, extirpadas de cutícula, prensadas, secadas a 70 °C por 12 h, liofilizadas

Introduction

Agave is a xerophytic plant used for the elaboration of unconventional alcoholic beverages such as pulque or mezcal. In order to produce 1 L of mezcal, 15 kg of *Agave salmiana* are needed, generating 6 kg of bagasse as a waste product (López-Álvarez *et al.*, 2012). As a result, the waste material from the heart or the head of the maguey left in the field during the harvest is approximately 10.5 kg per plant, and is mainly comprised of leaves, rhizome and lateral thorns. Chávez-Guerrero (2010) reported that in 2007 around 1 692 tons of bagasse (dry base) were obtained from the production of mezcal in the state of Tamaulipas, not considering the organic material that remained in the field.

This lignocellulosic material can be used through superficial fiber treatments. For example, when the process of maceration is applied together with the use of acid-alkaline treatments, the separation of hemicellulose and lignin fibers occurs, which also improves the fibers in regards to their thermal stability and tensile strength, necessary factors for the elaboration of composites. These treatments also help the elimination of impurities such as waxes, pectin and mineral salts increasing surface area (Saucedo *et al.*, 2010; Sghaier *et al.*, 2012; Rosli *et al.*, 2013).

The particle size reduction in the fibers generates a larger contact surface area with chemical substances such as acids and alkalis, which together with the pressure succeed in further modifying the fibers. The aim of this work was to obtain treated fibers with a high cellulose content from the native fibers of *A. salmiana*, and to characterize them through thermogravimetric, spectroscopic and microscopic techniques in order to use them in the food industry as fiber or as material for the manufacturing of biodegradable packaging.

Materials and methods

Materials

A. salmiana leaves of approximately 8 to 19 years old were used; they were obtained from plantations in the state of Tlaxcala, Mexico. These leaves were washed, weighed, stripped from all cuticles, pressed, dried at 70 °C for 12 h, lyophilized for 12 h with the intent of processing them,

durante 12 h con la finalidad de poder procesarlas y finalmente molidas hasta obtener un polvo con tamaño de partículas de 120 micras. Estas muestras se denominaron fibras de agave sin tratamiento (FAST).

Preparación de las fibras de agave

Las pencas en polvo se sometieron a dos diferentes tratamientos. En el tratamiento 1, se utilizó una modificación al proceso de hidrólisis ácido-alkalino propuesto por Saucedo *et al.* (2010) buscando separar los componentes no fibrosos. Para esto, se llevó a cabo una primera hidrólisis ácida en la penca en polvo, utilizando una solución de HCl al 2% a 60 °C durante 2 h, en una proporción de 1:100 (p/v) dentro de un matraz de bola equipado con un condensador de reflujo y una parrilla eléctrica a temperatura constante. Luego, se neutralizó a un pH de 7.0 con una solución alcalina (NaOH al 20%), se centrifugó (8 049 x g por 10 min), se lavó con agua destilada hirviendo y se centrifugó nuevamente en las mismas condiciones.

El residuo sólido separado, se colocó en un matraz de bola y se le agregó oxalato de amonio al 2% en una proporción 1:30 (p/v), ajustándose el pH a 3.5. Se mantuvo en agitación a 50 °C por 4 h, para posteriormente mantenerse por 1 h a 85 °C. Esto se llevó a cabo con la finalidad de incrementar la formación de oxalato de calcio, el cual se eliminó posteriormente con una solución ácida. Una vez terminado el proceso, se centrifugó (8 049 x g por 10 min) y se le agregaron 200 ml de alcohol etílico al 95% dejándose reposar a 5 °C por 12 h para precipitar la pectina.

Una vez separado el residuo insoluble, se centrifugó (8 049 x g por 10 min) y al sólido obtenido se le aplicó una segunda hidrólisis ácida (H₂SO₄ al 4%) en una proporción de 1:30 (p/v) con agitación y temperatura controlada de 130 °C por 1.5 h con la finalidad de eliminar la mayor cantidad de azúcares reductores. Se centrifugó (8 049 x g por 10 min) y el sólido obtenido se colocó dentro de un matraz bola. Para romper los enlaces con lignina se le realizó una hidrólisis alcalina con NaOH al 5% por 1.5 h a 70 °C (proporción 1:30 p/v). Se realizaron dos lavados de las muestras con agua destilada en una proporción 1:30 (p/v), el primero de ellos a 70 °C y el segundo a 90 °C, ambos durante 1.5 h. Estas muestras se denominaron fibras modificadas sin presión (FACT sin presión).

Para el tratamiento 2, se llevó a cabo la técnica reportada por Hernández *et al.* (2009). A las fibras de Agave en polvo se les agregó en una proporción de 4:60 (p/v) una solución de HCl

and finally grinded until obtaining a powder with particles the size of 120 microns. These samples were designated untreated agave fibers (UAF).

Preparation of agave fibers

Powdered leaves were subjected to two different treatments. In treatment 1, a modification to the acid-alkaline hydrolysis process was used as suggested by Saucedo *et al.* (2010) aiming to separate the non-fibrous components. For this, a first acid hydrolysis was carried out on the powdered leaves, using a HCl solution at 2% at 60 °C for 2 h, using a ratio of 1:100 (p/v) in a round-bottom flask equipped with a reflux condenser and an electric burner at a constant temperature. Afterwards, it was neutralized to a pH of 7.0 with an alkaline solution (NaOH 20%), centrifuged (8 049 x g for 10 min), and washed with distilled boiled water. It was then centrifuged again in the same conditions.

The separate solid residue was placed in a round-bottom flask and 2% ammonium oxalate was added at a ratio of 1:30 (p/v), adjusting the pH to 3.5. It was stirred constantly at 50 °C for 4 h, and then left to settle for 1 h at 85 °C. This was done in order to increase the formation of calcium oxalate, which was then eliminated with an acid solution. Once the process was over, the solution was centrifuged (8 049 x g for 10 min) and 200 ml of 95% ethyl alcohol were added, letting it settle for 12 h at 5 °C for the precipitation of the pectin.

Once the insoluble residue was separated, it was then centrifuged (8 049 x g for 10 min) and a second acid hydrolysis (H₂SO₄ 4%) was applied to the solid obtained in a ratio of 1:30 (p/v) with controlled stirring and a temperature of 130 °C for 1.5 h in order to eliminate the greatest number of reducing sugars. It was centrifuged (8 049 x g for 10 min) and the solid obtained was placed inside a round-bottom flask. In order to break the lignin links, an alkaline hydrolysis with 5% NaOH for 1.5 h at 70 °C (ratio 1:30 p/v) was done. Two washings of the sample were done with distilled water with a ratio of 1:30 (p/v), the first of these at 70 °C and the second at 90 °C, both for 1.5 h. These samples were designated treated fibers without pressure (TAF without pressure).

For treatment 2, the technique reported by Hernández *et al.* (2009) was used. A solution of HCl at 1.2% in a ratio of 4:60 (p/v) was added to the powdered agave fibers through an autoclave at 121 °C for 4 h and a pressure of 1.1 kg/cm². The pH was adjusted to 5.0 with NaOH and centrifuged (3.08 x g 10 min at 5 °C). Distilled water was added to the solid

al 1.2% colocándose en autoclave a 121 °C por 4 h y presión de 1.1 kg/cm². Se ajustó el pH a 5.0 con NaOH y se centrifugó (3.08 x g 10 min a 5 °C). Al sólido obtenido se le agregó agua destilada en una proporción de 30:1 (p/v) y se centrifugó (8 049 x g por 10 min a 5 °C). Al sobrenadante se le agregó una solución de NaOH al 2% (p/v) y se llevó al autoclave a 121°C/1.1 kg/cm²/4 h. Se centrifugó (10 397 x g /10 min/5 °C), se decantó y se utilizó el precipitado agregando 250 ml de agua bidestilada para nuevamente someterlo a autoclave a las mismas condiciones. Se centrifugó y el residuo se liofilizó. Estas muestras se denominaron fibras modificadas con presión (FACT con presión).

Composición química

A las fibras de *A. Salmiana*, se le realizó el análisis químico determinando el contenido cenizas 31.013 AOAC (1985), azúcares reductores totales (Ting, 1956), contenido de lignina por el método de Klasson y contenido de celulosa-lignina según el método de EN ISO 13906:2008 (CEN/TC327, 2009). El contenido de celulosa se llevó a cabo por diferencia de valor de celulosa-lignina determinada por el método en ISO 13906:2008 (CEN/TC327, 2009).

Análisis termogravimétrico (TGA) y espectroscopia infrarroja (IR-FT)

Las muestras de fibras de agave sin tratamiento (FAST) y las fibras modificadas (FACT) se analizaron en un equipo de Termogravimetría (Equinox, Bruker, Finlandia) acoplado a un termoanalizador (STA 409 PC Luxx, Netzsch, Alemania) y un módulo de espectrómetro infrarrojo con transformada de Fourier con la finalidad de caracterizar las fibras por sus grupos funcionales. Las condiciones fueron: flujo de nitrógeno de 4 cm³ min⁻¹, temperatura de 50 a 380 °C, velocidad de flujo de 10 °C min⁻¹, longitud de onda de 4 000-500 cm⁻¹ con una resolución de 4 cm⁻¹.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Las muestras de FAST y FACT se analizaron en un calorímetro (DSC 2010, TA Instruments Inc, E.U.A.) en un rango de temperatura de 80 a 620 °C, con incrementos de 10 °C min⁻¹. Cada determinación se realizó por separado bajo atmósferas de nitrógeno con un flujo de 20 cm³ min⁻¹. Se utilizó esta técnica para determinar las fases de transición de los componentes de las fibras.

obtained in a ratio of 30:1 (p/v) and then it was centrifuged (8 049 x g for 10 min at 5 °C). A solution of NaOH at 2% (p/v) was added to the supernatant and it was then placed in an autoclave at 121 °C/1.1 kg/cm²/4 h. It was centrifuged (10 397 x g /10 min/5 °C) and decanted, and then the precipitate was used adding 250 ml of doubly distilled water and placed once again in an autoclave under the same conditions. It was then centrifuged and the residue was lyophilized. These samples were designated treated fibers with pressure (TAF with pressure).

Chemical composition

A. Salmiana fibers were subjected to a chemical analysis for the determination of the ash content 31.013 AOAC (1985), total reducing sugars (Ting, 1956), lignin through the Klasson method and cellulose-lignin according to the standard ISO 13906:2008 (CEN/TC327, 2009). The cellulose content was determined through a value difference of cellulose-lignin determined by the standard ISO 13906:2008 (CEN/TC327, 2009).

Thermogravimetric analysis (TGA) and infrared spectroscopy (IR-FT)

The untreated agave fiber samples (UAF) and the treated fibers (TAF) were analyzed in a thermogravimetric equipment (Equinox, Bruker, Finland) coupled with a thermoanalyzer (STA 409 PC Luxx, Netzsch, Germany) and a module of infrared spectrometer with Fourier transform in order to characterize the fibers with their functional groups. The conditions were: nitrogen flow of 4 cm³ min⁻¹, temperature of 50 to 380 °C, flow speed of 10 °C min⁻¹, and wavelength of 4 000 -500 cm⁻¹ with a resolution of 4 cm⁻¹.

Differential scanning calorimetry (DSC)

The UAF and TAF samples were analyzed in a calorimeter (DSC 2010, TA Instruments Inc, USA) within a temperature range of 80 to 620 °C, with increases of 10 °C min⁻¹. Each determination was done separately under nitrogen atmospheres with a flow of 20 cm³ min⁻¹. This technique was used in order to determine the transition phases of the fiber components.

X-ray diffraction (XRD)

The TAF and UAF samples were analyzed using a diffractometer (Bucker D8 Advance Vantec, Germany) using radioactive Cu K α (1.5418 Å), a Ni filter and a scintillation

Difracción de rayos X (DRX)

Las muestras de FACT y FAST se analizaron utilizando un difractómetro (Bucker D8 advance Vantec, Alemania) usando $\text{Cu K}\alpha$ (1.5418 Å) radioactivo, un filtro de Ni y un contador de centelleo como detector a 35 kV y 30 mA en rotación de 3 a 37° a una escala de 2θ según la técnica descrita por Singha y Rana (2010). Las muestras se pulverizaron y se homogeneizaron antes de ser sujetas a exposición de rayos X. Estas fueron distribuidas en las cavidades del soporte. El índice de cristalinidad (C.I.) se determinó utilizando los conteos de difracción a un ángulo 2θ cercanos a 15 y 22°, el cual se calculó con base en la siguiente fórmula:

$$\text{Índice de cristalinidad} = \frac{I_c - I_a}{I_c}$$

Donde: I_c e I_a son las intensidades cristalinas y amorfas a una escala 2θ cercanas a 15 y 22°.

Caracterización morfológica por microscopía electrónica de barrido ambiental (MEB)

La morfología de las muestras FAST y FACT sin tratamiento y con tratamiento fueron analizadas utilizando un microscopio electrónico de barrido ambiental (XL30, Philips, Inglaterra) con filamento de tungsteno, a una presión de 0.94 torr, temperatura entre 2-20 °C y resolución de 3.5 nm. La composición química de las FAST y de la FACT fueron determinadas a través de un detector espectro de rayos X de energía dispersiva (Edax, EUA) acoplado al microscopio electrónico ambiental, utilizando el software "Microanalysis System Software" versión 3.31XL.

Resultados y discusión

Composición química

La composición química de las FAST y FACT bajo sus dos tratamientos, se observa en el Cuadro 1. Las FAST están compuestas principalmente por celulosa en $48.94 \pm 5.27\%$, así como de lignina en $8.48 \pm 1.78\%$, respectivamente. Mientras que las FACT bajo el tratamiento ácido-álcali con presión obtuvieron $33.23 \pm 6.28\%$ de celulosa y las FACT bajo el tratamiento ácido-álcali sin presión su valor fue de $79.95 \pm 16.9\%$. El primer tratamiento FACT tuvo $61.82 \pm 5.85\%$ de lignina y el segundo tratamiento FACT $8.12 \pm 0.38\%$, en este caso podríamos decir que el NaOH fue

counter as a detector at 35 kV and 30 mA in rotation from 3 to 37° at a scale of 2θ according to the technique described by Singha and Rana (2010). The samples were pulverized and homogenized before being exposed to X-rays. These were distributed in the cavities of the support. The crystallinity index (CI) was determined using the diffraction count at an angle of 2θ close to 15 and 22°, which was calculated based on the following formula:

$$\text{Crystallinity index} = \frac{I_c - I_a}{I_c}$$

Where: I_c and I_a are the crystalline and amorphous intensities at a scale of 2θ at 15 and 22°.

Morphologic characterization through environmental scanning electron microscopy (ESEM)

The morphology of the UAF and TAF samples with and without treatment were analyzed using an environmental scanning electron microscope (XL30, Philips, England), tungsten filament at a pressure of 0.94 torr, a temperature between 2-20 °C and a resolution of 3.5 nm. The chemical composition of the UAF and TAF was determined through an X-ray spectrum detector of dispersive energy (Edax, USA) attached to the environmental electronic microscope, using the "Microanalysis System Software" 3.31XL version.

Results and discussion

Chemical composition

The chemical composition of the UAF and TAF under their two treatments can be observed in Table 1. The UAFs are mainly comprised of cellulose in $48.94 \pm 5.27\%$, as well as lignin in $8.48 \pm 1.78\%$, respectively. While the TAF under acid-alkali treatment with pressure obtained a value of $33.23 \pm 6.28\%$ cellulose, the TAF under the acid-alkali treatment without pressure obtained a value of $79.95 \pm 16.9\%$. The first TAF treatment had $61.82 \pm 5.85\%$ lignin, and the second TAF treatment $8.12 \pm 0.38\%$; in this case, it can be observed that the NaOH was efficient in the decrease of the presence of lignin, weakening its links, as well as the waxes and pectins. The acid-alkali TAF treatment with pressure was more drastic as it presented a cellulose loss of 67.89% concentrating on the lignin ratio.

eficiente al disminuir la presencia de lignina debilitando sus enlaces, así como también las ceras y pectinas. El tratamiento FACT ácido-álcali con presión fue el más drástico ya que hubo una pérdida de celulosa de 67.89% concentrándose la proporción de lignina.

On the other hand, H₂SO₄ acts in the hydrolysis of the hemicellulose, calcium oxalate and the fructooligosaccharides according to what was reported by Summerscales *et al.* (2010). The difference presented with the TAF under acid-alkali treatment with pressure is due to the dual effect of the

Cuadro 1. Composición química de fibras de *A. salmiana* sin tratamiento y tratamientos ácido-álcali con presión y sin presión. Table 1. Chemical composition of *A. salmiana* fibers without treatment and acid-alkali treatments with and without pressure.

	Lignina (%)	Celulosa (%)	Otros ^a	Cenizas
<i>A. salmiana</i> FAST	8.48±1.78	48.94±5.27	40.26	2.32±0.92
<i>A. salmiana</i> FACT ácido-álcali con presión	61.82±5.85	33.23±6.28	1.53	5.27±1.71
<i>A. salmiana</i> FACT ácido-álcali sin presión	8.12±0.38	79.95±16.9	4.75	7.18±0.18

^aObtenido por diferencia. FAST= fibras de *A. Salmiana* sin tratamiento. FACT= fibras de *A. Salmiana* con tratamiento.

El H₂SO₄ por su parte actúa en la hidrólisis de la hemicelulosa, oxalato de calcio y los fructooligosacáridos según lo reportado por Summerscales *et al.* (2010). La diferencia presentada con el FACT bajo tratamiento ácido-álcali con presión, se debe al efecto dual de la acción del ácido-álcali y la presión, lo cual generó una hidrólisis de la celulosa. El contenido de azúcares reductores en las FAST y FACT ácido-álcali con presión y sin presión, fue muy bajo observándose concentraciones de 0.10±0.005% para FAST, 0.000% para las FACT ácido-álcali con presión; 0.02±0.004% para FACT ácido-álcali sin presión.

Espectroscopia infrarroja (IR-FT) y análisis termogravimétrico (TGA)

Espectroscopía infrarroja

Los espectros de IR-FT se llevaron a cabo para caracterizar la estructura química al identificar los grupos funcionales presentes en cada muestra. Estos se muestran en la Figura 1. La banda de 1164 cm⁻¹, se puede atribuir a la ubicación de valencia asimétrica C-O-C observándose que en las FACT ácido-álcali con y sin presión se presentó una menor señal con respecto a las fibras sin tratamiento. El FACT ácido-álcali sin presión y el FACT ácido-álcali con presión tuvo 0.06% y 0.4% menos que el FAST. La banda de 3460-3412 cm⁻¹ la cual se atribuye a la vibración de alargamiento del enlace de hidrógeno del grupo funcional O-H, disminuyó en intensidad en FACT ácido-álcali con y sin presión con respecto a las FAST del *A. salmiana*. La señal de 1640 cm⁻¹ está relacionada con la absorción de agua aumentando su intensidad ligeramente en el FACT ácido-álcali sin presión, mientras que en FACT ácido-álcali con presión esta intensidad disminuyó fuertemente. Esto concuerda con

action of the acid-alkali and the pressure, which generates a hydrolysis of the cellulose. The content of reducing sugars in the acid-alkali UAF and TAF with and without pressure was very low, with concentrations of 0.10±0.005% for UAF, 0.000% for acid-alkali TAF with pressure and 0.02±0.004% for acid-alkali TAF without pressure.

Infrared spectrometry (IR-FT) and thermogravimetric analysis (TGA)

Infrared spectrometry

The IR-FT specters were carried out in order to characterize the chemical structure when identifying the functional groups present in each sample. These are shown in Figure 1. The 1164 cm⁻¹ band can be attributed to the location of asymmetrical valence C-O-C, noting that on the acid-alkali TAF with and without pressure a lower signal was present in regards to the untreated fibers. The acid-alkali TAF without pressure and the acid-alkali TAF with pressure had 0.06% and 0.4% less than the UAF. The 3460-3412 cm⁻¹ band, which is attributed to the elongation vibration of the hydrogen link of the functional O-H group, decreased in intensity in acid-alkali TAF with and without pressure in regards to the *A. salmiana* UAF. The 1640 cm⁻¹ signal is related to the absorption of water, increasing its intensity slightly in the acid-alkali TAF without pressure, while this intensity decreased significantly in acid-alkali TAF with pressure. This is consistent with research by Johar *et al.* (2012). This author reports that the intensity increase is based on the lengthening of the hydrogen links and the bending of the OH that are joined to the structure of the cellulose, thus increasing the water absorption. In a similar manner, Lojewska *et al.* (2005) noted the lengthening of the water's

Johar *et al.* (2012). Estos autores reportan que el aumento de la intensidad se basa en el alargamiento de los enlaces de hidrógeno y la flexión del OH que están unidos a la estructura de celulosa aumentando la absorción de agua. De igual forma, Lojewska *et al.* (2005), observó el estiramiento del OH de agua a $1\ 640\text{ cm}^{-1}$, ya que aún con secado, el agua adsorbida en las moléculas de celulosa es muy difícil de extraer debido a la interacción celulosa-agua.

La disminución de intensidad indica que hay una menor proporción de celulosa lo cual concuerda con los resultados del Cuadro 1. A $2\ 900\text{ cm}^{-1}$, las FACT disminuyeron la vibración de alargamiento en comparación a las FAST, debido a la presencia del $-\text{CH}_2$ en las muestras. Por otro lado las intensidades de las banda de vibración $-\text{H}$ y la vibración de C-O ($1\ 060$ - $1\ 050$ y 890 cm^{-1}) disminuyeron principalmente en el FACT ácido-álcali con presión y en menor grado en FACT ácido-álcali sin presión, lo que podría deberse a la hidrólisis de la celulosa (Johar *et al.*, 2012). Estos resultados concuerdan con los presentados en el Cuadro 1 en donde el tratamiento que tuvo un mayor efecto en la cantidad de celulosa obtenida fue el tratamiento FACT ácido-álcali con presión. La señal de $3\ 420\text{ cm}^{-1}$ se encuentra en el intervalo de $3\ 440$ - $3\ 400\text{ cm}^{-1}$ correspondiente a los grupos de C-H y O-H descritos como el alargamiento de los enlaces de hidrógeno y a la flexión de los grupos hidroxilos (OH) unidos a la estructura de la celulosa. Johar *et al.* (2012), indica que en esta banda la celulosa no es removida durante el tratamiento químico.

La banda de $1\ 735\text{ cm}^{-1}$, corresponde a la vibración de alargamiento de los grupos C=O del residuo de grupos acetil y ésteres urónicos de la pectina, hemicelulosa o de los enlaces ésteres de los grupos carboxilo en los ácidos ferúlicos y *p*-cumaricos de la lignina y hemicelulosa (Sain y Panthapulakkal 2006). En las FACT ácido-álcali con y sin presión disminuyeron su intensidad, siendo mayor en el tratamiento ácido-álcali con presión. Esto concuerda con los resultados obtenidos en el Cuadro 1, donde el contenido de “otros” componentes (los cuales son residuos de hemicelulosas y/o pectinas), disminuye más con el efecto de la presión. Johar *et al.* (2012) también observó esta banda encontrando una disminución en este grupo funcional debido a la ruptura del enlace acetil entre la lignina y la hemicelulosa durante el pulpeo con NaOH.

De las bandas entre $1\ 200$ - 900 cm^{-1} , se observa una fuerte disminución en el espectro correspondiente al grupo C-OH y al C-O de la celulosa en las FACT ácido-álcali con presión del *A. salmiana*, el cual denota una mercerización de la

OH to $1\ 640\text{ cm}^{-1}$, that even when dry, the absorbed water in the cellulose molecules is very difficult to extract due to the cellulose-water interaction.

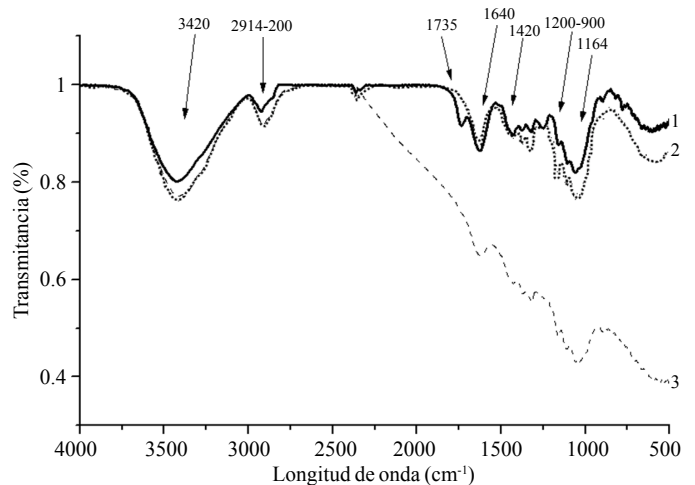


Figura 1. Espectros de IR-FT de fibras de *A. salmiana* con sus tratamientos: (1) FAST; (2) FACT ácido-álcali sin presión; y (3) FACT ácido-álcali con presión.

Figure 1. IR-FT specters of *A. salmiana* fibers with treatments: (1) UAF; (2) acid-alkali TAF without pressure; and, (3) acid-alkali TAF with pressure.

The decrease of intensity indicates that there is a lower proportion of cellulose which agrees with the results in Table 1. At $2\ 900\text{ cm}^{-1}$, the TAF decreased the lengthening vibration in comparison to the UAF, due to the presence of the $-\text{CH}_2$ in the samples. On the other hand, the intensities of the vibration bands $-\text{H}$ and the vibration of C-O ($1\ 060$ - $1\ 050$ and 890 cm^{-1}) decreased mainly in the acid-alkali TAF with pressure and to a lesser extent in the acid-alkali TAF without pressure, which could be due to the hydrolysis of the cellulose (Johar *et al.*, 2012). These results are consistent with the ones presented in Table 1 where the treatment with a more significant effect on the quantity of cellulose obtained was the acid-alkali TAF treatment with pressure. The $3\ 420\text{ cm}^{-1}$ signal is within the interval of $3\ 440$ - $3\ 400\text{ cm}^{-1}$ corresponding to the C-H and O-H groups described as the lengthening of the hydrogen links and the bending of the hydroxyl groups (OH) linked to the structure of the cellulose. Johar *et al.* (2012) indicate that in this band the cellulose is not removed during the chemical treatment.

The $1\ 735\text{ cm}^{-1}$ band corresponds to the lengthening vibration of the C-O groups of the residue of the acetyl groups and the uronic esters of pectin, hemicellulose or of the ester links of the carboxyl group in the ferulic and *p*-coumaric acids of lignin and hemicellulose (Sain and Panthapulakkal, 2006). In the acid-alkali TAF with and without pressure, intensity was reduced, being greater in the acid-alkali treatment with

celulosa debido a la abrupta caída de transmitancia. Debido a su composición, la acción del ácido-álcali y la temperatura-presión, permite el llevar a cabo escisiones de las cadenas de celulosa. Esto concuerda con Gassan y Bledzki (2001), quien reporta que a temperaturas de 170 a 210 °C en hornos de convección por tiempos de 120 min hay degradación térmica en la celulosa del lino.

Análisis termogravimético

El análisis termogravimétrico se llevó a cabo para caracterizar las fibras obtenidas en función de la temperatura; así como, también para evaluar los tratamientos aplicados. La Figura 2 muestra los termogramas referente a las FACT ácido-álcali con y sin presión comparándolas con las FAST. La curva de pérdida de las FAST y las FACT con presión y sin presión mostraron tres etapas de pérdida de pesos relacionados a: (i) evaporación de humedad; ii) azúcares reductores; y (iii) degradación de hemicelulosa.

Las FAST mostraron estar en las etapas antes mencionadas, quedando en 104.41, 152.22 °C, 302.09 °C. La temperatura de estabilización en las FAST de *A. salmiana* fue de 152.22 °C con una pérdida de peso de 11.6%. Esto concuerda con Espinosa-Andrews y Urias-Silvas (2012), quienes indican que los fructanos tienen una temperatura de descomposición debajo de 200 °C y hasta 230 °C dependiendo de las cadenas ramificadas de fructanos de agave. Sin embargo, estas tres etapas de pérdida de masa son diferentes a lo reportado por Kestur (2013), ya que hace mención que en el bagazo de *A. tequilana* tiene porcentajes de pérdida de masa de 10.8%, 63.8% en temperaturas de 80 °C y 360 °C.

En cuanto a las FACT con ácido-álcali sin presión de *A. salmiana*, muestran una estabilidad térmica de 152.27 °C con una pérdida de masa de 6%. Posterior a esta temperatura, se observa un descenso probablemente debido a la degradación de hemicelulosa. Después de 350 °C se lleva a cabo la degradación de celulosa. Las FACT ácido-álcali con presión del *A. salmiana*, muestra un descenso hasta 104.32 °C, probablemente debido a la humedad existente en la fibra y una estabilidad térmica hasta 301.94 °C con una pérdida de masa de 25.99%.

Arriba de esta temperatura se observa también un descenso de pérdida de masa, debido a la degradación de la hemicelulosa (350 °C). El comportamiento observado en el FACT ácido-álcali con presión permitió tener menor pérdida debido a su alto contenido de lignina, y bajo contenido de

pressure. This is consistent with the results obtained in Table 1, where the content of the “other” components (which are residues of hemicellulose and/or pectins) decreases more with the effect of pressure. Johar *et al.* (2012) also noted this band, finding a decrease in this functional group due to the rupture of the acetyl link between the lignin and the hemicellulose during the pulping with NaOH.

Among the bands within 1200-900 cm^{-1} , a significant decrease is noted in the specter corresponding to the C-OH and the C-O of the cellulose in the acid-alkali TAF with pressure of *A. salmiana*, which indicates a mercerization of the cellulose due to the abrupt fall of transmittance. Due to their composition, the acid-alkali action and the temperature-pressure allow the division of the cellulose chains. This is consistent with the statements of Gassan and Bledzki (2001), who report that there is thermal degradation on the flax cellulose at temperatures of 170 and 210 °C for 120 min in convection ovens.

Thermogravimetric analysis

The thermogravimetric analysis was done in order to characterize the fibers obtained according to the temperature, as well as to evaluate the treatments applied. Figure 2 shows the thermograms concerning the acid-alkali TAF with and without pressure, comparing them with the UAF. The loss curve of the UAF and TAF with and without pressure showed three stages of loss related to: (i) the evaporation of humidity; ii) reducing sugars; and, (iii) the degradation of hemicellulose.

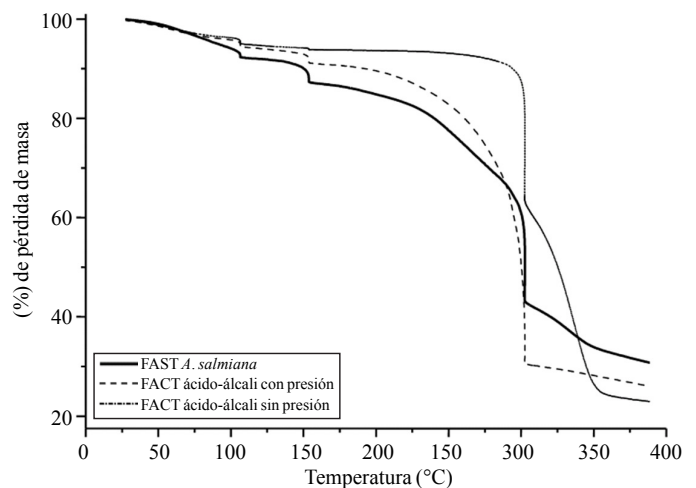


Figura 2. Termogramas de fibras de *A. salmiana* con sus tratamientos FAST, FACT ácido-álcali con presión, FACT ácido-álcali sin presión.

Figure 2. *A. salmiana* fiber thermograms with treatments UAF, acid-alkali TAF with pressure, acid-alkali TAF without pressure.

celulosa. De manera opuesta, en los FACT ácido-álcali sin presión, se observó que debido al contenido menor de lignina pero mayor contenido de celulosa, primero se degradó térmicamente la celulosa por lo que obtuvo mayor pérdida de peso.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Encuanto a los resultados DSC, ambos tratamientos mostraron ser coherentes a los resultados de termogravimetría. En la Figura 3 se muestran los resultados de las curvas de DSC. Los FAST de *A. salmiana*, muestra una endoterma a 110.73 °C y una meseta 139.32 °C. Además de una pequeña endoterma a 213.82 °C correspondientes a reacciones derivadas de degradación térmica. Estas endotermas se deben tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa-lignina. Diferencia principal, es que en las endotermas de las fibras tratadas, es menor la entalpia si se compara con la de la fibra nativa, probablemente debido a la eliminación cadenas de azúcares más grandes por la hidrólisis ácido álcali.

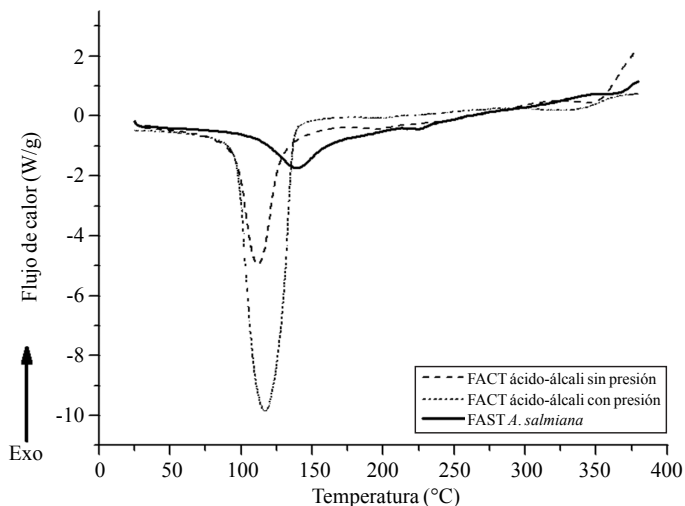


Figura 3. Curvas de DSC de fibras de *A. salmiana* con sus tratamientos FAST, FACT ácido-álcali con presión, FACT ácido-álcali sin presión.

Figure 3. DSC curves of *A. salmiana* fibers with UAF, acid-alkali TAF treatments with pressure, acid-alkali TAF without pressure.

Los FACT ácido-álcali con presión muestran una endoterma a 96.93 °C con una meseta máxima de 116.99 °C y un incremento leve en la degradación de los demás componentes. Esto se debe a reacciones de sustancias derivadas de la degradación de compuestos extractables. Mana *et al.* (2010), menciona que a temperaturas inferiores

The UAF showed to be in the aforementioned stages, remaining at 104.41, 152.22 °C, 302.09 °C. The stabilization temperature of the *A. salmiana* UAF was 152.22 °C with a weight loss of 11.6%. This is consistent with what was stated by Espinosa-Andrews and Urias-Silvas (2012), who indicate that the fructans have a decomposition temperature under 200 °C and up to 230 °C depending on the branched chains of agave fructans. However, these three stages of mass loss are different to what was reported by Kestur (2013), as it mentions that the *A. tequilana* bagasse has mass loss percentages of 10.8%, 63.8% at temperatures of 80 °C and 360 °C.

In regards to the *A. salmiana* acid-alkali TAF without pressure, a thermal stability of 152.27 °C with a mass loss of 6% was shown. After this temperature, a decrease can be observed probably due to the degradation of hemicellulose. After 350 °C, the degradation of cellulose begins. The *A. salmiana* acid-alkali TAF show a decrease of up to 104.32 °C, probably due to the existing humidity in the fiber and a thermal stability of up to 301.94 °C with a mass loss of 25.99%.

Above this temperature, a decrease in the mass loss can also be observed, due to the degradation of the hemicellulose (350 °C). The behavior observed in the acid-alkali TAF with pressure helped to reduce losses due to its high lignin content and low cellulose content. Conversely, regarding the acid-alkali TAF without pressure, it was observed that due to the lower lignin content but higher cellulose content, the cellulose was thermally degraded first, thus obtaining a greater weight loss.

Differential scanning calorimetry (DSC)

As for the DSC results, both treatments showed to be consistent with the thermogravimetric results. The results of the DSC curves are shown in Figure 3. The *A. salmiana* UAF show an endotherm at 110.73 °C and a plateau at 139.32 °C, in addition to a small endotherm at 213.82 °C corresponding to derived reactions of thermal degradation. These endotherms are due both to the reducing sugars as well as to those hemicelulosas that are still joined to the cellulose-lignin complex. The main difference is that in the endotherms of the treated fibers, the enthalpy is lower when compared to that of the native fiber, probably due to the elimination of larger sugar chains through acid-alkali hydrolysis.

The acid-alkali TAF with pressure show an endotherm at 96.93 °C with a maximum plateau of 116.99 °C and a slight increase in the degradation of the other components. This is due to reactions from substances derived from the

a 200 °C se descomponen térmicamente azúcares entre otros compuestos volátiles unidos a las fibras. Kestur *et al.* (2013), reporta que los azúcares unidos a lignina pueden ser muy volátiles. Balam *et al.* (2006), menciona que la degradación térmica de la celulosa ocurre en dos etapas: en la primera se observa una reducción del tamaño de cadena debido a ruptura de enlaces con la generación de radicales libres, grupos carboxilos y carbonilos así como la formación de carbón mientras que en la segunda incluye la depolimerización de la celulosa por ruptura de las unidades glucosídicas y la formación de levoglucosano. Arriba de 410 °C se atribuye la segunda etapa de degradación de la celulosa y lignina.

Mientras que en el FACT ácido base sin presión, se observan dos endotermas, una a 120.71 °C y otra a 207 °C con un $\Delta H = 187.0$ J/g y 19.63 J/g. Estas endotermas se deben tanto a humedad como azúcares reductores, como también a hemicelulosas que aún están unidas a complejo celulosa-lignina. Diferencia principal, es que las endotermas de las fibras tratadas, mostraron una menor entalpia que la de la fibra nativa probablemente debido a la eliminación de cadenas de polisacáridos por la hidrólisis ácido álcali. En cuanto a los componentes de hemicelulosa, celulosa y lignina, Espinosa y Urias (2012), hacen mención de que a temperaturas debajo de 130 °C hay pérdida de humedad específicamente en fructanos.

Cambios microestructurales de fibras de *A. salmiana* determinados por microscopía electrónica de barrido ambiental (MEBA).

La Figura 4 muestra imágenes de MEBA de las fibras de agaves FAST y FACT ácido-álcali sin presión y con presión. La Fig. 4(1) muestra el arreglo de un gran número de microfibrillas unidas con material amorfo y capas de cera característicos de los agaves sin tratamiento. Bessadok *et al.* (2008) reportó que en las fibras de *A. salmiana* las microfibrillas están reunidas en un ramillete y constituyen traqueidas en espiral, conductoras de savia. Después del tratamiento químico, los traqueidas se encuentran parcialmente libres del conjunto [Figura 4(2) y 4(3)]. En FACT con tratamiento ácido-álcali sin presión se observa una mayor proporción de materiales cementantes (sustancias pécticas) que en el tratamiento con presión. Bessadok *et al.* (2008) menciona que los traqueidas están compuestos de lignina y de materiales hidrofóbicos ya que transportan agua en la planta. El tamaño de las microfibrillas para las FAST de *A. salmiana* fue de 20.4 μm en estructura helicoidal, mientras que en las FACT

degradación of extractable components. Mana *et al.* (2010) mention that under temperatures of 200 °C, the sugars, along with other volatile components joined to the fibers, are thermally decomposed. Kestur *et al.* (2013) report that the sugars linked to lignin can be very volatile. Balam *et al.* (2006) mention that the thermal degradation of the cellulose happens in two stages: in the first a reduction in the size of the chain is observed due to the rupture of links to the generation of free radicals, carboxyl groups and carbonyls as well as the formation of carbon, while the second includes the depolymerization of the cellulose due to the rupture of the glycosidic units and the formation of levoglucosan. The second degradation stage of the cellulose and lignin is attributed to temperatures above 410 °C.

Two endotherms can be seen in the acid base TAF without pressure, one at 120.71 °C and the other at 207 °C with a $\Delta H = 187.0$ J/g and 19.63 J/g. These endotherms are caused both by humidity and by reducing sugars, as well as by hemicelluloses that are still joined to the cellulose-lignin complex. The main difference is that the endotherms of the treated fibers showed a lower enthalpy than the native fiber, probably due to the elimination of polysaccharide chains through acid-alkali hydrolysis. In regards to the hemicellulose, cellulose and lignin components, Espinosa and Urias (2012) mention that there is a humidity loss, specifically in fructans, in temperatures under 130 °C.

Microstructural changes of *A. salmiana* fibers determined through environmental scanning electron microscopy (ESEM)

Figure 4 shows the ESEM images of the acid-alkali UAF and TAF agave fibers with and without pressure. Figure 4(1) shows the arrangement of a large number of microfibril joined with amorphous material and layers of wax characteristic of the untreated agaves. Bessadok *et al.* (2008) reported that in the *A. salmiana* fibers, microfibril are grouped in the form of a bouquet and constitute spiral tracheids, which act as sap conductors. After the chemical treatment, the tracheids are partially freed from the group [Figure 4(2) and 4(3)]. In the acid-alkali TAF treatment without pressure, a higher proportion of cementing materials (pectin substances) can be observed in comparison to the treatment with pressure. Bessadok *et al.* (2008) mention that the tracheids are comprised of lignin components and hydrophobic materials, as they transport water in the plant. The microfibril size in the case of the *A. salmiana* UAF was 20.4 μm in a helical structure, while in the TAF with the acid-alkali treatment without pressure the fiber size was 2.84 μm , with a helical structure as well, and in the treatment with pressure it was 7.14 μm .

con el tratamiento ácido álcali sin presión, el tamaño de fibra fue de 2.84 μm también estructura helicoidal y en el tratamiento con presión de 7.14 μm .

Al aplicar el tratamiento ácido-álcali sin presión y con presión los productos de degradación se vuelven más pronunciados con mayores espacios entre ellos [Figura 4(2) y 4(3)], lo cual confirma el grado de polimerización y cristalinidad del agave sin tratamiento con respecto al tratado con ácido-álcali.

Espectroscopia de emisión directa (EDS) y rayos X

Utilizando la espectroscopia de emisión directa (EDS) se determinó la concentración de elementos en la FACT no tratada y tratada con ácido-álcali. La figura 5(a), 5(b) y 5(c) muestra los resultados de las muestras mencionadas. Se aprecia la presencia de C y O, presentes en todo material orgánico y en este caso formando parte de celulosa, ceras y pectinas. Las FACT de *A. salmiana* tratadas con ácido-álcali sin presión [Fig. (1b)], muestran menor proporción de calcio el cual está en forma de oxalato de calcio. En las FACT de *A. salmiana* con tratamiento ácido-álcali con presión, se observa una disminución considerable de este elemento. Esta disminución en el contenido de calcio es relevante ya que la presencia de sales de calcio evita la asociación de las fibras de celulosa con otras sustancias, por lo que tenemos una materia prima apta para reaccionar con otros materiales o compuestos y obtener empaques biodesintegrables.

Estudios de cristalinidad

Se obtuvieron patrones de difracción de las fibras de agave y de las tratadas químicamente con y sin presión. Todos los patrones de difracción mostraron picos alrededor de $2\theta = 15, 22, 24$ y 30° , indicando la estructura de celulosa tipo I (Oudiani *et al.*, 2011). Hubo diferencia entre los picos y esto se debió a cambios de intensidades que representan las diferencias de cristalinidad de las fibras. Estos índices se pueden observar en el Cuadro 2. Las diferencias observadas en estos índices se relacionan con la proporción de celulosa en la fibra mostrada en el Cuadro 1. Oudiani *et al.* (2011), reporta que difractogramas con picos en $2\theta = 14^\circ$ y $2\theta = 16^\circ$ corresponden a material amorfo como lignina, hemicelulosa, pectina y celulosa amorfa y en porcentajes menores al 10% de NaOH, los picos no pronunciados se consideran celulosa de baja cristalinidad, esto es contienen menor proporción de celulosa amorfa. Tomando en consideración estos resultados el FACT ácido-álcali presenta una mayor proporción de

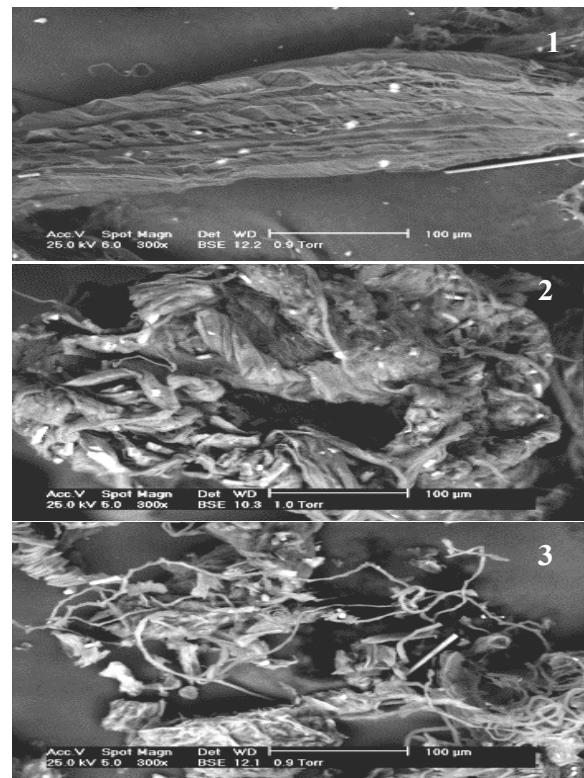


Figura 4. Imágenes de MEBA de fibras de *A. salmiana* con sus tratamientos: (1) FAST; (2) FACT ácido-álcali sin presión; y (3) FACT ácido-álcali con presión. FAST= fibras de agave sin tratamiento. FACT= fibras de agave con tratamiento.

Figure 4. ESEM images of *A. salmiana* fibers with treatments: (1) UAF; (2) acid-alkali TAF without pressure; and, (3) acid-alkali TAF with pressure. UAF= untreated agave fibers. TAF= treated agave fibers.

When applying the acid-alkali treatment with and without pressure, the products of degradation become more pronounced with bigger spaces between them [Figure 4(2) and 4(3)], which confirms the level of polymerization and crystallinity of the untreated agave when compared to the one treated with acid-alkali.

Direct emission spectroscopy (DES) and X-ray

The concentration of elements in the acid-alkali untreated and treated TAF was determined using direct emission spectroscopy (DES). Figures 5(a), 5(b) and 5(c) show the results of the samples mentioned. The presence of C and O can be seen; these are present in all organic materials and in this case comprising a portion of cellulose, waxes and pectins. The *A. salmiana* TAF with acid-alkali without pressure [Figure (1b)] show a lower proportion of calcium which is present as calcium oxalate. A considerable decrease of

celulosa amorfa. Por otro lado el FACT ácido-álcali sin presión presenta una mayor amplitud de pico, lo que indica una mayor cristalinidad (Cuadro 2).

Cuadro 2. Índice de cristalinidad de fibras de *A. salmiana* sin tratamiento y con tratamientos ácido-álcali con presión y ácido-álcali sin presión.

Table 2. Index of crystallinity of the *A. salmiana* fibers with and without acid-alkali with pressure and acid-alkali without pressure treatments.

	Pico 1	2 θ	Pico 2	2 θ	Pico 3	2 θ	Índice de cristalinidad
FAST	1860	15	3103	22.08	2795	24.48	40.06
FACT ácido-álcali con presión	1349	14.96	2656	22.36	---	---	49.21
FACT ácido-álcali sin presión	1388	14.84	2780	22.6	----	---	50.07

FAST= Fibras *A. salmiana* sin tratamiento. FACT= Fibras de *A. salmiana* con tratamiento.

Conclusión

Se observó que existe una hidrólisis en la celulosa, debido al efecto de presión y temperatura en ambos tratamientos, observándose de una manera más notoria en el FACT ácido-álcali con presión. El contenido de celulosa y lignina fue mayor en el FACT ácido-álcali sin presión con una mayor cristalinidad, lo cual influye en el grado de pureza de las fibras, dando como resultado diferencias en el contenido de celulosa y lignina. Esto es importante ya que dependiendo de la composición de estos materiales será la posible utilización que se les a las fibras así obtenidas. Los resultados de termogravimetría mostraron eliminación de cadenas de polisacáridos por la hidrólisis ácido álcali. El tratamiento ácido-álcali con y sin presión mostró por MEBA apertura de las estructuras helicoidales las cuales permitieron hidrolizarse de diferentes maneras.

Agradecimientos

Los autores(as), agradecen al Instituto Politécnico Nacional, COFAA, EDI y SNI por el apoyo económico brindado. Cuauhtémoc de Dios agradece la beca CONACyT, otorgada para los estudios de doctorado.

Literatura citada

AOAC international. Official Methods of Analysis of A. O. A. C. international. 1995. 16 edición. Arlintong, Virginia, E. U. A. A. O. A. C.

this element can be observed in the *A. salmiana* TAF with acid-alkali pressure treatments. This decrease in the calcium content is relevant because the presence of calcium salts

prevents the association of the cellulose fibers with other substances, providing an adequate raw material that will react to other materials or components and thus help obtain biodegradable packaging.

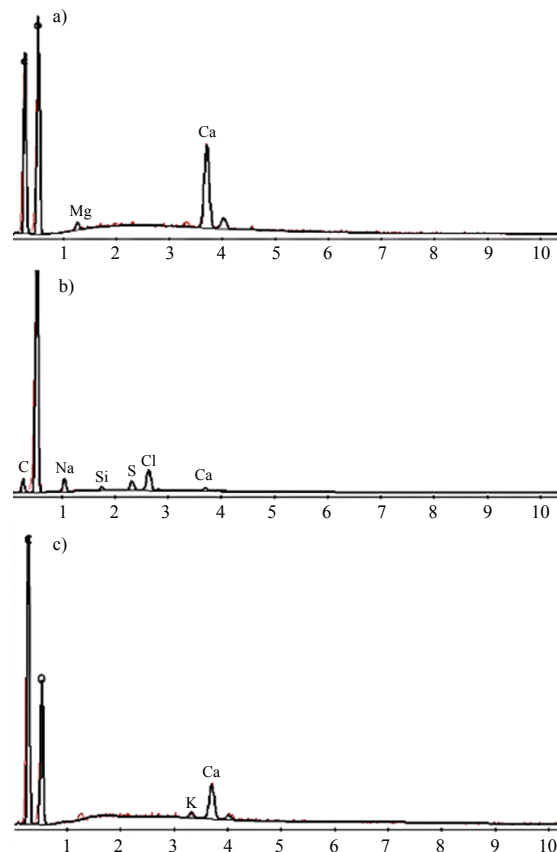


Figura 5. EDS de fibras de *A. salmiana* con sus tratamientos: (a) FAST; (b) FACT ácido-álcali con presión; y (c) FACT ácido-álcali sin presión.

Figure 5. Direct emission spectroscopy of *A. salmiana* fibers with treatments: (a) UAF; (b) acid-alkali TAF with pressure; and, (c) acid-alkali TAF without pressure.

- Balam, C. R. J.; Duarte, A. S. adn Canché, E. G. 2006. Obtención y caracterización de materiales compuestos de las fibras de henequén y polipropileno. *Rev. Mex. Ing. Quím.* 5(1):39-44.
- Ben Sghaier, A. E. O.; Chaabouni, Y.; Msahli, S.; Sakli, F. 2012. Morphological and crystalline characterization of NaOH and NaOCl treated *Agave Americana* L. fiber. *Industrial Crops and Products.* 36:257-266.
- Bessadok, A.; Marais, S.; Roudesli, S.; Lixon, C. and Métayer, M. 2008. Influence of chemical modifications on water-sorption and mechanical properties of Agave fibres. *Composites: Part A.* 39:29-45.
- CEN/TC 327 2009. Animal feeding stuffs- determination of acid detergent fiber (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents. European Committee for Standardization (CEN). http://standards.cen.eu/dyn/www/f?p=204:32:0:::FSP_ORG_ID:6308&cs=151B54DCC1DA2676999693FCE3A6F61BC#top.
- El Oudiani, A.; Chaabouni, Y.; Msahli, S. and Sakli, F. 2011. Crystal transition from cellulose I to cellulose II in NaOH treated *Agave americana* L. fibre. *Carbohydrate Polymers.* 86:1221-1229.
- Espinosa-Andrews, H. y Urias-Silvas, J. E. 2012. Thermal properties of agave fructans (*Agave tequilana* Weber var. Azul). *Carbohydrate Polymers.* 87:2671-2676.
- Gassan, J. and Bledzki, A. 2001. Thermal degradation of flax and jute fibers. *Applied. Polymer Science. Journal.* 82(6):1417-1422.
- Johar N.; Ahmada I. and Dufresnec A. 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products.* 37:93- 99.
- Kestur, G. S.; Flores-Sahagún, T. H. S.; Pereira Dos Santos, L.; Dos Santos, J.; Mazarroc, I. and Mikowski A. 2013. Characterization of blue agave bagasse fibers of Mexico. *Composites: Part A.* 45:153-161.
- Lojewska, J.; Miskowicz, P.; Lojewski, T. and Pronewicz, L. M. 2005. Cellulose oxidative and hydrolysis degradation *In: situ* FTIR approach. *Polymer Degradation and Stability.* 88(3):512-520.
- López-Álvarez, A.; Díaz-Pérez, A. L.; Sosa-Aguirre, C.; Macías-Rodríguez, L. and Campos-García, J. 2012. Ethanol yield and volatile compound content in fermentation of agave must by *Kluyveromyces marxianus* UMPe-1 comparing with *Saccharomyces cerevisiae* baker's yeast used in tequila production. *J. Bios. Bioeng.* 113:614-618.
- Rosli, N. A.; Ahmad, I. and Abdullah, I. 2013. Isolation and characterization of Cellulose nanocrystals from *A. angustifolia* Fibre. *Carbohydrate Polymers.* 86:1221-1229.
- Sain, M. and Panthapulakkal, S. 2006. Bioprocess preparation of wheat straw fibres and their characterization. *Industrial Crops and Products.* 23(1):1-8.
- Saucedo, L. J.; Castro, M. A. J. and Rico, J. L. 2010. Optimization of acid hydrolysis of bagasse from *Agave tequilana* Weber. *Rev. Mex. Ing. Quím.* 9(1):91-97.
- Singha, A. S. and Rana, R. K. 2010. Graft copolymerization of methyl methacrylate (MMA) onto *Agave Americana* fibers and evaluation of their physicochemical properties *International J. f Pol. Analyt. Charact.* 15:27-42.
- Summerscales, J.; Nayake, N. P. J.; Virk, A. S. and Hall, W. 2010. A review of bast fibres and their composition. Part 1. - Fibres as reinforcements. *Composites. Part A.* 41:1329-1335.
- Tamahe, T. and Baillie, C. 2007. Influence of fibre extraction method, alkali and silane treatment on the interface of *Agave americana* waste HDPE composites as possible roof ceilings in Lesotho. *Composite Interfaces.* 14(7-9):821-836.

Crystallinity studies

Diffraction patterns were obtained from the agave fibers and from those chemically treated with and without pressure. All diffraction patterns showed peaks around $2\theta = 15, 22, 24$ and 30° , indicating the structure of cellulose type I (Oudiani *et al.*, 2011). There was a difference between the peaks and this was due to the changes in intensities which represent the crystallinity differences of the fibers. These indexes can be observed in Table 2. The differences observed in these indexes are related to the ratio of cellulose in the fiber shown in Table 1. Oudiani *et al.* (2011) report that those diffractograms with $2\theta = 14^\circ$ and $2\theta = 16^\circ$ peaks correspond to amorphous material such as lignin, hemicellulose, pectin, and amorphous cellulose and in percentages lower than 20% of NaOH. The peaks that were not marked were considered to be of low crystallinity cellulose, containing a lower ratio of amorphous cellulose. Taking these results into consideration, the acid-alkali TAF present a higher ratio of amorphous cellulose. On the other hand, the acid-alkali TAF without pressure present a bigger peak range, which indicates a higher crystallinity (Table 2).

Conclusions

It was observed that there is hydrolysis in the cellulose, due to the pressure and temperature effect on both treatments, being even more notorious in the acid-alkali TAF with pressure. The content of cellulose and lignin was greater in the acid-alkali TAF without pressure with a higher crystallinity, which influences the level of fiber purities, resulting in differences in the content of cellulose and lignin. This is important because depending on the composition of these materials, the possible use of the fibers will be determined. The results of the thermogravimetric analysis showed the elimination of chains of polysaccharides by acid-alkali hydrolysis. The acid-alkali treatments with and without pressure showed through ESEM the opening of the helical structures which allowed to be hydrolyzed in different manners.

End of the English version



- Ting, S. V. 1956. Fruit juice assay, rapid colorimetric methods for simultaneous determination of total reducing sugars and fructose in citrus juices. *J. Agric. Food Chem.* 4(3):263-266.