



ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar

ISSN: 0138-6204

revista@icidca.edu.cu

Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar
Cuba

García-García, Lucia; Bordallo-López, Eduardo; Dopico-Ramírez, Daisy; Cordero-Fernández, Dolores
Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar
ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar, vol. 47, núm. 1, enero-abril, 2013, pp. 57-63
Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar
Ciudad de La Habana, Cuba

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223126409008>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica
Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar

Lucia García-García, Eduardo Bordallo-López, Daisy Dopico-Ramírez,
Dolores Cordero-Fernández

Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar
Vía Blanca 804 y Carretera Central, San Miguel del Padrón, La Habana, Cuba
lucia.garcia@icidca.edu.cu

RESUMEN

Se presentan los resultados de la obtención de celulosa microcristalina (MCC) a partir del bagazo de la caña de azúcar para usos farmacéuticos. El bagazo de la caña de azúcar fue desmedulado en suspensión, prehidrolizado en fase acuosa, pulpeado en presencia de NaOH y blanqueado con una secuencia dióxido-extracción-dióxido, con el objetivo de obtener una pulpa blanqueada que permita aislar la fracción cristalina de la celulosa. Se obtuvo una pulpa cruda con un número de permanganato de 8,5 y una pulpa blanqueada con una brillantez de 89,3 Elrepho y contenido de α -celulosa de 92,5 %. La hidrólisis parcial controlada de la celulosa, con ácido clorhídrico, permitió obtener la fracción cristalina de la celulosa con un contenido del 97 % en celulosa y un grado de polimerización entre 180-200 con grado farmacéutico adecuado. Los diferentes productos fueron caracterizados por las normas TAPPI y por las normas Farmacopea. Se llevaron a cabo ensayos de rayos X al producto final. El producto cumplió con los requerimientos de calidad exigidos por las diferentes normas. En el difractograma de rayos X se identificaron los mismos picos que en celulosa microcristalina obtenida a partir de madera.

Palabras clave: fibra dietética, celulosa de elevada pureza, grado farmacéutico.

ABSTRACT

This paper presents the results of the production of microcrystalline cellulose (MCC) from sugar cane bagasse for pharmaceutical uses. Sugar cane bagasse was depithed in suspension, prehydrolyzed in aqueous phase, pulped with NaOH and bleached with a sequence chlorine dioxide- extraction- chlorine dioxide, with the objective of obtain a bleached pulp to isolate the cellulose crystalline fraction. A raw pulp is obtained with a permanganate number of 8,5 and a bleached pulp with an Elrepho brightness of 89,3 and α -cellulose content of 92,5 %. The controlled partial hydrolysis of cellulose, with hydrochloric acid, yields the cellulose crystalline fraction of with a content of 97% cellulose and a polymerization degree between 180 - 200, which, matched pharmaceutical grade. The different products were characterized by the TAPPI Standards, the Pharmacopoeia standards and the final product was examined by x-ray. The product meets the quality requirements demanded by pharmacopoeia standards and their X-ray diffraction pattern identifies the same peaks as microcrystalline cellulose obtained from wood.

Keywords: cellulose of elevated purity, pulping, dietary fiber, pharmaceutical grade.

INTRODUCCIÓN

La celulosa (55 % de la fibra del bagazo fórmula molecular $(C_6H_{10}O_5)_n$), es un polímero de alto peso molecular, lineal y polidisperso. Sin embargo, sus cadenas tienen una alta tendencia a formar agregados altamente ordenados, como consecuencia de su constitución química y de su capacidad para formar enlaces de hidrógeno inter e intramoleculares entre los grupos hidroxilo de las unidades de anhidroglucosa (u.a.g), durante la biosíntesis (1) (figura 1).

Los enlaces de hidrógeno son los responsables de la alta cohesión molecular en la celulosa, lo que aparejado a la ausencia de ramificaciones, origina que las cadenas puedan alinearse en grupos, formando zonas ordenadas (cristalinas) unidas a regiones desordenadas (amorfas). El resultado es una macromolécula semicristalina en un 60 %, con un carácter esencialmente hidrofílico pero insoluble en agua, con todos los grupos hidroxilo comprometidos en la formación de enlaces de hidrógeno (3).

El aislamiento y purificación (4) de la fracción cristalina de la celulosa se ha estudiado mediante la hidrólisis parcial controlada con ácidos minerales, a partir de diferentes materias primas, tales como: linter de algodón, diferentes tipos de maderas y, en menor medida, a partir de plantas anuales y residuos, bambú, cáscara de trigo, papeles de desecho, cáscara de nuez, bagazo de la caña de azúcar y otras.

Cuando la celulosa se aísla de otros componentes, se puede obtener en forma de cristal por medios químicos (5). Debido a la menor reactividad frente a los agentes químicos de las regiones cristalinas, o más ordenadas, se explica fácilmente la posibilidad de aislar la fracción cristalina de la celulosa por hidrólisis controlada con ácidos minerales. En el transcurso de la hidró-

lisis se atacan preferentemente las áreas amorfas y se produce una disminución del GP promedio (grado de polimerización medio) con el tiempo, pero dependiendo de las condiciones de esta, al cabo de cierto período se obtiene una constancia en su valor y una celulosa llamada "grado de polimerización nivelado" o "celulosa GP". El valor de dicho GP permanece invariable, aunque prosiga ulteriormente el proceso de hidrólisis (6).

Se concluye que la celulosa microcristalina (MCC) es un derivado de la α -celulosa despolimerizada y purificada a partir de plantas fibrosas. Esta constituye la fracción sólida de bajo peso molecular, resistente a la hidrólisis parcial controlada de la celulosa en medio ácido (7). Es un producto blanco, inodoro, libre de contaminantes orgánicos e inorgánicos, insoluble en agua, solventes orgánicos y ácidos diluidos y parcialmente soluble en álcalis diluidos. Contiene no menos del 97 % de celulosa de alta cristalinidad calculada sobre base seca.

La naturaleza química de este producto (celulosa de elevada pureza) y su estructura física (con gran desarrollo superficial) han hecho surgir una amplia gama de posibilidades de aplicación, partiendo de la forma pulverulenta o de la suspensión coloidal.

En particular, la MCC se utiliza como excipiente en la industria farmacéutica como agente de compactación y desintegración en el tableteo farmacéutico; es utilizado también, en cápsulas, como portador del color y el sabor.

Entre las fuentes más abundantes de fibra dietética insoluble (carbohidrato no digerible por el hombre), se destaca la celulosa, el carbohidrato más abundante en la naturaleza, ya que constituye una parte significativa de la masa de las plantas. Diferentes autores destacan la importancia que tiene el consumo de las fibras para la

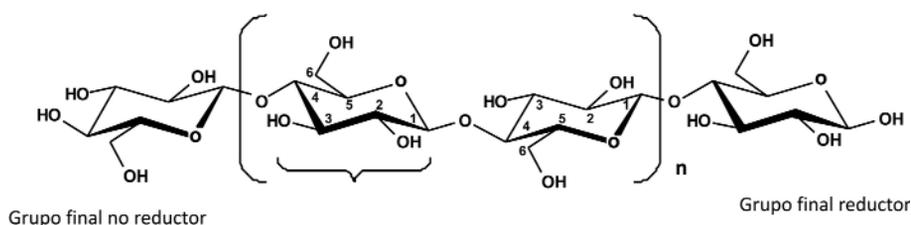


Figura 1. Estructura química de la celulosa (2).

salud del hombre. Las fibras influyen en la función del intestino grueso, pues reducen el tiempo de tránsito, aumentan el peso y la frecuencia de las deposiciones y diluyen el contenido intestinal mediante su fermentación por la microflora, que habitualmente se haya presente en él.

Uno de los productos más comunes de ella es la celulosa microcristalina, que se utiliza como sustituto de harina y azúcar en alimentos de bajas calorías (8). Como resultado del trabajo conjunto con la industria alimenticia, se investigó la cantidad de MCC más recomendable a utilizar como aditivo en algunos alimentos, tales como, en la producción de helados, queso amarillo, queso crema, yogurt y otros.

En la actualidad, en nuestro país, la celulosa microcristalina se utiliza como terapéutico para la absorción de los ácidos biliares en las heces fecales de los pacientes con cáncer de colon y pólipos adenomatosos y a nivel de jugo gástrico, en los casos de gastritis alcalina por reflujo duodenogástrico (se caracteriza por la inflamación de la mucosa acompañada, o no, de alteraciones de la arquitectura glandular). Esta investigación se realizó en el Instituto Nacional de Gastroenterología, por los doctores M. Paniagua Estévez, F. Piñol Jiménez y otros investigadores con Celulosa Microcristalina importada y con MCC producida en nuestra institución (9, 10).

El hecho de no existir un tratamiento verdaderamente efectivo para la gastritis alcalina por reflujo duodenogástrico, así como los avances recientes en el estudio de las fibras dietéticas, constituyeron los fundamentales incentivos para desarrollar esta investigación en la búsqueda de una terapéutica más eficaz en el manejo de la enfermedad.

El objetivo fundamental de esta investigación fue obtener pulpa blanqueada, a partir del bagazo de la caña de azúcar y su hidrólisis parcial para lograr la fracción cristalina de la celulosa.

MATERIALES Y MÉTODOS

Procedimiento para la obtención de pulpa de alta pureza a escala de planta piloto

La celulosa se aisló y purificó utilizando la tecnología de la UIP CUBA 9 (11). Fue uti-

lizado bagazo integral del central “Manuel Fajardo”, de la zafra de 2010. Este fue remojado durante 24 horas y desmedulado en suspensión. Posteriormente, se realizó la prehidrólisis a 2 kg de bagazo desmedulado (50 % humedad) en fase acuosa en un digestor rotatorio de acero inoxidable de 18 L de capacidad, con calentamiento indirecto por resistencia eléctrica a una temperatura de 170 °C durante 45 minutos y un hidromódulo de 1:7.

El producto se lavó hasta neutralidad con agua tratada y posteriormente fue sometido a un proceso de cocción a la soda, utilizando un 16 % de Na₂O sobre pulpa, en el mismo digestor utilizado anteriormente a una temperatura de 160 °C, tiempo de 45 minutos e hidromódulo de 1:6. La pulpa cruda se lavó hasta neutralidad con agua tratada, y se depuró en un clasificador se centrifugó hasta obtener un 50 % de humedad. La pulpa es blanqueada utilizando el esquema dióxido, extracción, dióxido (DED), que se describe en el Manual la Industria de los Derivados de la Caña de Azúcar (12).

Procedimiento para la obtención de celulosa microcristalina

En un reactor esmaltado de 132 L de capacidad, la pulpa de elevada pureza de bagazo blanqueada se somete a la acción del ácido clorhídrico, a temperatura de 100 °C y agitación esporádica durante 60 minutos (13 - 15). La suspensión de celulosa microcristalina obtenida se centrifuga y lava con agua desionizada hasta pH neutro y libre de cloruros. La masa húmeda se seca entre 55-60 °C. Finalmente, el producto se muele y envasa.

Caracterización de la pulpa y la celulosa microcristalina

El contenido de α -celulosa (16), la viscosidad y el grado de polimerización se determinaron mediante la norma TAPPI (17). La brillantez, el acondicionamiento y la preparación de las muestras se realizaron según la NC-ISO (18, 19). La celulosa microcristalina fue evaluada por la norma Farmacopea (20).

Difracción de rayos-X

Los análisis de difracción de rayos X se realizaron en un equipo Rigaku Geigerflex

CN2013, empleando un generador de rayos X de Cu y un goniómetro. Las condiciones de operación fueron: un voltaje de 30 kV y una corriente de 30 mA. La emisión K β del cobre se eliminó con un filtro de níquel. Se usó un detector proporcional (21). La velocidad de barrido fue de 4°/min, y se fijó un tiempo constante de 1 segundo. Los mate-

riales para el análisis tuvieron un tamaño de partícula de 100 mesh.

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

El bagazo es el residuo fibroso de la molida de los tallos de la caña de azúcar. Está compuesto de celulosa, hemicelulosas o pentosanos y lignina como principales polímeros naturales. Presenta, además, pequeñas cantidades de otros compuestos clasificados de conjunto como componentes extraños. La composición química para las diferentes fracciones es informada por la literatura (22) y se corresponden con el bagazo utilizado en esta investigación. Los resultados se muestran en la tabla 1. El bagazo tiene la característica de ser una materia prima renovable anualmente con un alto contenido de celulosa aprovechable.

Cuando el bagazo integral se desmedula en suspensión, se enriquecer la fracción de fibra útil, además de disminuir el meollo, los contenidos de iones metálicos y otros contaminantes (tabla 2).

En la tabla 3 se muestran los resultados de los procesos de prehidrólisis y cocción alcalina. La prehidrólisis se realiza con el fin de reducir el contenido de pentosanos y cenizas del bagazo, para lograr una mejor eficiencia en el proceso posterior de extracción de lignina en la cocción alcalina. Se destaca una reducción del 75 % de los pentosanos (6 %) y las cenizas (0,5 %).

En la tabla 4 se muestran los resultados promedios del proceso de blanqueo DED realizados a la pulpa cruda en cuatro corridas experimentales. Se obtuvo una pulpa blanca con valores medios, para la brillantez de 89,3 unidades y para el contenido de α -celulosa de 92,5 %. El contenido de pentosanos alcanzó un valor de 5,9 % y el grado de polimerización viscosimétrico de las pulpas obtenidas fue de 1335.

Tabla 1. Propiedades del bagazo inicial y desmedulado

Propiedades	Bagazo integral	Bagazo desmedulado
Celulosa, %	47,0 \pm 0,3	52,0 \pm 0,3
Pentosanos, %	27,4 \pm 0,3	26,8 \pm 0,3
Lignina, %	22,0 \pm 0,3	20,8
Cenizas, %	3,0 \pm 0,01	1,0 \pm 0,01

Tabla 2. Contenido de fibra, meollo, finos y solubles del bagazo inicial y desmedulado

Fracciones	Bagazo integral	Bagazo desmedulado
Contenido de fibra, %	55,0 \pm 0,3	84,0 \pm 0,3
Contenido de meollo,%	34,0 \pm 0,3	10,0 \pm 0,3
Finos y solubles,%	10,0 \pm 0,3	6,0 \pm 0,3

Tabla 3. Propiedades de la pulpa cruda

Propiedades	Valores
α -Celulosa, %	85-90 \pm 0,3
Grado de polimerización	1000-1300 \pm 20
Brillantez, Elrepho	45-50 \pm 0,2
Pentosanos %	6 \pm 0,3
No. de permanganato	6-9 \pm 0,3
Cenizas %	>0,5 \pm 0,01

Tabla 4. Características de la pulpa blanqueada a partir de bagazo de caña de azúcar

Exp.	α - Celulosa (%)	GP	Viscosidad (cp)	Pentosanos (%)	Brillantez Elrepho
F1	93,2 \pm 0,3	1250 \pm 20	14,8 \pm 0,3	5,3 \pm 0,3	88,8 \pm 0,2
F2	93,5 \pm 0,3	1545 \pm 20	22,2 \pm 0,3	5,0 \pm 0,3	89,5 \pm 0,2
F3	91,2 \pm 0,3	1370 \pm 20	16,8 \pm 0,3	6,8 \pm 0,3	89,9 \pm 0,2
F4	91,9 \pm 0,3	1175 \pm 20	12,4 \pm 0,3	6,5 \pm 0,3	88,8 \pm 0,2

Estos resultados corresponden con los exigidos para una pulpa de celulosa de alta pureza para la obtención de derivados químicos de la celulosa (23).

La celulosa pura se somete a un proceso de hidrólisis ácida en medio acuoso. En la tabla 5 se comparan las propiedades de la celulosa microcristalina producida y las especificaciones de calidad reportadas en las normas de la Farmacopea; se constató que se encuentran dentro los rangos reportados para este producto.

En el transcurso de la hidrólisis se ataca, preferentemente, las zonas amorfas y se produce una disminución en el grado de polimerización medio en el tiempo, hasta un valor límite, es decir, desde 1545 que posee la pulpa de alta pureza hasta 180-200 que alcanza la MCC obtenida. Aunque prosiga ulteriormente el proceso de hidrólisis, los valores alcanzados en el GP no varían, siempre y cuando se mantengan las condiciones de hidrólisis moderadas (6).

Otras de las propiedades más importantes son el contenido de celulosa con una pureza de 97 % y un contenido de cenizas menor al 0,05 %.

Además, se realizó el ensayo de brillantez de la celulosa microcristalina obtenida y la de referencia (marca Blanver, Brasil). Estos fueron de 90,9 y 98,9, respectivamente. Este valor de menor brillantez depende del tipo de pulpa y blanqueo utilizado y no afectan las características del producto final.

El producto fue caracterizado por difracción de rayos X, con el objetivo de demostrar que lo obtenido es celulosa microcristalina. En el difractograma (figura 2) se obser-

va que la celulosa microcristalina de madera y la obtenida a partir del bagazo presentan los máximos en la misma región, la intensidad del pico Ia se identifica con la fracción cristalina de la celulosa. El pico Ib ancho y deformado corresponde a la fracción amorfa de la misma, aún presente en el material. El porcentaje de cristalinidad de la celulosa microcristalina, a partir de la pulpa de madera y pulpa de bagazo, fue 83,57 y 82,83 %, respectivamente; calculado a partir de la siguiente relación:

$$\% \text{ de cristalinidad} = \frac{I_a - I_b}{I_a}$$

donde:

I_a = Intensidad del pico cristalino

I_b = Intensidad del pico amorfo

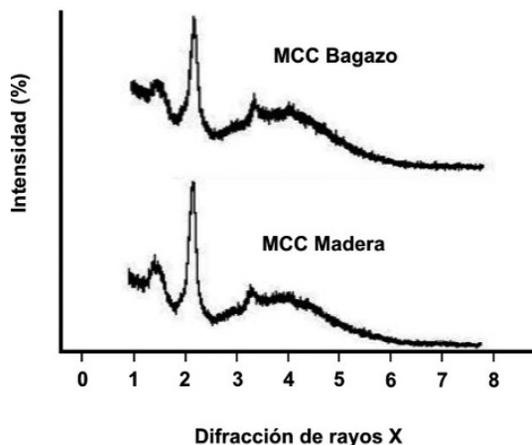


Figura 2. Difractograma de la MCC de bagazo y la MCC de madera.

Tabla 5. Propiedades de la MCC obtenida y las especificaciones de calidad reportadas en las normas de la Farmacopea

Propiedades	MCC obtenida	Normas Farmacopea
Distribución del tamaño de partículas (%)	+ 60 mesh < 1,0 + 200 mesh < 30,0	+ 60 mesh < 1,0 + 200 mesh < 30,0
pH	6,0- 7,0	5,5-7
Pérdida por desecación (%)	4.5-0-5	< 5,0
Residuos de ignición (%)	< 0,05	< 0,05
Contenido de hierro (ppm)	< 10	< 10
Sustancias solubles en agua (mg/5g)	< 12	< 12 (0,24%)
Contenido de almidón (%)	negativo	negativo
Contenido de celulosa (%)	97-100	97-100
Grado de polimerización medio (GP)	180-200	< 350

CONCLUSIONES

Combinando la prehidrólisis acuosa con un pulpeo químico a la soda con un esquema de blanqueo DED, se logró obtener pulpa de alta pureza, a partir del bagazo de la caña de azúcar.

A partir de la pulpa pura y mediante hidrólisis ácida, se logró obtener celulosa microcristalina con una pureza de 97 %, una brillantez de 90,9 y un grado de polimerización entre 180 y 200 unidades. Las propiedades físico-químicas de la celulosa microcristalina obtenida a partir del bagazo están dentro de los rangos reportados por la norma Farmacopea. Es semejante en calidad con otros productos importados de diferentes firmas. Además, ha sido ensayado en diferentes aplicaciones como son: la fabricación de alimentos, en función de relleno y fibra dietética; en salud pública, como terapéutico en el tratamiento de la gastritis alcalina por reflujo biliar, y en la industria farmacéutica en la producción de tabletas medicinales. En todos los casos se han obtenido buenos resultados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Klemm, D.; Heublein, B.; Fink, H.P.; Bohn, A. Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. *Angew. Chem. Int. Ed.* 44, pp. 2-37, 2005.
2. Ranby, B.G.; Rydholm, S.A. IX Cellulose and Cellulose Derivatives. En *High Polymers. Vol. X, Polymers Processes.* Schildknecht, C.E, Ed. Interscience Publishers INC., New York. pp. 351, 1963.
3. Klemm, D.; Philipp, B.; Heinze, T.; Heinze, U.; Wagenknecht, W. *Comprehensive Cellulose Chemistry. Vol. 1, Fundamentals and Analytical Methods.* Wiley-Vch. 2001.
4. FAO. Microcrystalline cellulose. [Online] <www.fao.org/docrep/w6355e/w6355e01.htm> [Consulta 5-3-2012].
5. National Research Development Corporation Microcrystalline Cellulose FRO. Microcrystalline cellulose from groundnut shells. India. p. 1-3, [Online] 2003 <<http://www.info@nrdcindia.com>>.
6. Qian, Y.Y; Lee, O; Robert, T. Heterogeneous Aspects of Acid

- Hydrolysis of -Cellulose. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, Vol. 105-108: pp. 505-514, 2003.
7. Fernández, L.; Fernández, R. Celulosa Microcristalina. *Memorias ATCP 32a, Reunión Anual, D.F. México.* (1992).
 8. Abril, A.; Valdéz, M.; Garcia, L. Fibra dietética para el consumo humano a partir del bagazo de la caña de azúcar. *Libro Memorias del VII Congreso, Diversificación 2002. Tomo I,* pp. 108-110.
 9. Paniagua Estévez, P; Jiménez F. Nueva Terapéutica de la gastritis alcalina. pp. 61-73, 1998. La Habana 10200, Cuba, 199.
 10. Barzaga, P. G.; Vega, R.; Tillán, J.; De la Paz, N. Actividad antiulcerosa y toxicidad aguda oral de celulosa microcristalina suspensión al 12 %. *Rev. Cubana de Farmacia* 38(2), 2004.
 11. Bambanaste, R.; Fernández, J.; Pérez, M. En: Instituto Cubano de Investigaciones de la Caña de Azúcar. *Manual La Industria de los Derivados de la Caña de Azúcar 1ra. Ed.* La Habana, 1986. pp. 212-214.
 12. Fernández, N.; Sabatier, J.; Barquinero. En: Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar. *Manual La Industria de los Derivados de la Caña de Azúcar 1ra. Ed.* La Habana, 1986. p. 226.
 13. García, L.; Bordallo, E.; Cordero, D. Celulosa Microcristalina. *Revista Cubana de Química Vol. XVIII (1):* pp. 115-117, 2006.
 14. García, L.; Islen, P.; Bordallo, E.; Villamil, G.; Cordero, D. Celulosa microcristalina En: Instituto Cubano de Investigaciones de la Caña de Azúcar. *Manual de los Derivados de la Caña de Azúcar 3ra. Ed.* La Habana, 2000. pp. 107-109.
 15. Braunstein, Edit L. (Rochester, NY), Dostie, Robert L. (Penfield, NY) Germano, Keith H. (Webster, NY). Crystalline cellulose production. United States Patent 5346589, 2004.
 16. Norma TAPPI Standard T 203 os 74. Alpha, Beta and Gamma Cellulose in Pulp.
 17. Norma TAPPI Standard. T 230 Om 82. Viscosity of Pulp (Capillary Viscometer Method).

18. Norma Cubana NC-ISO187:1999, Preparación y acondicionamiento de muestras.
19. Norma ISO 2470:1999. Determinación de Brillantez Elrepho.
20. U. S. Pharmacopeias National Formulary, USP XXIII. NF 17, 2000.
21. Lewin, M.; Guttman, H.; Saar, N. Modification of the fine structure of cellulose by halogen and heat treatments. Appl. Poly. Symp. 28, p. 791, 1976.
22. Gastón, C.; Bambanaste, R.; Correa J.L.; Alfonso, G. Bagazo. En: Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar. Manual de los Derivados de la Caña de Azúcar. 3ra. Ed. La Habana, 2000. pp. 31-43.
23. Romero, N.; Socarrás, A.; Martínez, M. Pulpa para disolver. En: Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados la Caña de Azúcar. Manual de los Derivados de la Caña de Azúcar. 3ra. Ed. La Habana, 2000. p. 75-77.