



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y  
MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL  
TÍTULO DE INGENIERA EN PETROQUÍMICA**

**TEMA: OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA DE  
BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR PARA SU TRANSFORMACIÓN  
CATALÍTICA EN ÁCIDO LÁCTICO**

**AUTORA: RUIZ SOLIS, KARLA ANABEL**

**DIRECTOR: MSc. LUNA ORTIZ, EDUARDO DAVID**

**LATACUNGA**

**2018**



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**CERTIFICACIÓN**

Certifico que el trabajo de titulación, ***“OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR PARA SU TRANSFORMACIÓN CATALÍTICA EN ÁCIDO LÁCTICO”*** fue realizado por la señorita ***Ruiz Solis, Karla Anabel*** el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Latacunga, 03 de Diciembre de 2018

MSc. Eduardo D. Luna

CC: 180272491-2



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD**

Yo, *Ruiz Solis, Karla Anabel*, declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: ***“OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR PARA SU TRANSFORMACIÓN CATALÍTICA EN ÁCIDO LÁCTICO”*** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas. Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz

Latacunga, 03 de Diciembre de 2018

A handwritten signature in blue ink is positioned above a horizontal dashed line. The signature is cursive and appears to read 'Karla Anabel Ruiz Solis'.

Ruiz Solis, Karla Anabel  
C.C.: 180523698-9



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**AUTORIZACIÓN**

Yo, **Ruiz Solis, Karla Anabel** autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: ***“OBTENCIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE BIOMASA DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR PARA SU TRANSFORMACIÓN CATALÍTICA EN ÁCIDO LÁCTICO”*** en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Latacunga, 03 de Diciembre de 2018

Ruiz Solis, Karla Anabel  
C.C.: 180523698-9

## DEDICATORIA

Todo el esfuerzo, trabajo y dedicación a lo largo de mi vida académica se la dedico a Dios, ya que gracias a él he podido encontrar la fortaleza en momentos difíciles y me ha permitido rodearme de personas maravillosas que han sido parte de esta meta tan importante en mi vida.

A mi madre, Geoconda Solis, por todo su esfuerzo, valentía, fe y amor que ha depositado en mí. Para ella, que se merece lo mejor, ya que ha dedicado sus mejores años de vida y ha sacrificado sus sueños por cumplir los de sus hijas, le dedico este sueño cumplido, que además de ser mío es el de ella.

A mi padre, Hector Ruiz, que ha depositado su confianza incondicional en mí y ha demostrado que su bondad, carisma y humildad son valores básicos de una persona que nos ayudan a crecer como seres humanos y que no se aprenden en ningún lugar, pero se cultivan en el corazón.

A mi hermana, Estefanía Ruiz, por ser mi ejemplo de superación a seguir, por ser quien me alienta y me ayuda en todo momento, por ser esa amiga incondicional de mi misma sangre quien me enseñó que con esfuerzo, disciplina y sacrificio todo tiene su recompensa.

A mi herma, Ivanova Ruiz, por ser mi compañera en todo este camino, ya que ha sido mi motivación para dar lo mejor de mí y enseñarle que los sueños con dedicación y paciencia se pueden cumplir.

A mi abuelita, Laura Chiluzza, por ser ese angelito que desde el cielo me cuida, la que siempre me consintió y me ayudo en todo lo que necesité, porque sé que se acuerda de mí y de mi familia, y sé que se sentirá muy orgullosa de ver mi sueño alcanzar.

## AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios, por regalarme la vida y permitir cumplir mis sueños, por nunca fallarme y regalarme lo más preciado que tengo en la vida: mi familia.

Gracias papá, mamá y hermanas por estar conmigo en cada momento, por ser mi apoyo y fortaleza, por luchar a mi lado y hacer de mi vida especial cada vez que compartimos juntos. Toda mi dedicación es por ustedes, porque me han enseñado que unidos somos fuertes y así llegaremos más lejos.

Amigos y amigas, a todos los que aún están, y a los que no también, que han hecho de este camino universitario más agradable, por aquellos momentos que se pusieron difíciles y por los que compartimos con risas y abrazos, por eso y por más ¡muchas gracias!

A mis profesores, en especial al MSc. David Luna y PhD. Roman Rodríguez gracias por brindarme sus conocimientos y experiencias adquiridas, ya que han sido mi soporte y mi guía en este trabajo.

A esa persona especial que me ha acompañado a lo largo de mi vida universitaria y ha sido mi apoyo incondicional en los difíciles momentos. Gracias por no dejarme nunca sola y tomar siempre de mi mano.

*¡Mira que te mando a que te  
esfuerces y seas valiente;  
no temas ni desmayes;  
porque el señor tu Dios  
estará contigo en  
dondequiera que vayas!  
Josué 1:9*

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

### CARÁTULA

CERTIFICACIÓN .....	i
AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD .....	ii
AUTORIZACIÓN .....	iii
DEDICATORIA .....	iv
AGRADECIMIENTO .....	v
ÍNDICE DE CONTENIDOS .....	vi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	x
ÍNDICE DE TABLAS .....	xiii
ÍNDICE DE ECUACIONES .....	xv
ÍNDICE DE ABREVIATURAS .....	xvi
RESUMEN.....	xvii
ABSTRACT.....	xvii

### CAPÍTULO I

#### GENERALIDADES

1.1. Introducción.....	1
1.2. Planteamiento del problema .....	3
1.3. Justificación e importancia.....	4
1.4. Objetivos .....	6
1.5. Variables dependientes e independientes.....	7

1.5.1. Variables Dependientes.....	7
1.5.2. Variables Independientes .....	7
1.6. Hipótesis.....	7

## **CAPÍTULO II**

### **FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA**

2.1. Pangua – Cotopaxi – Ecuador .....	8
2.2. Bagazo de Caña de Azúcar.....	9
2.3. Biomasa Lignocelulosa.....	12
2.4. Celulosa.....	14
2.4.1. Aplicaciones de la Celulosa.....	16
2.5. Tratamiento físicoquímico .....	16
2.5.1. Extracción Soxhlet.....	17
2.5.2. Tratamiento Ácido-Alcalino .....	18
2.6. Hidrotratamiento.....	19
2.7. Catalizadores .....	21
2.8. Lantánidos como catalizadores para ácido láctico.....	22
2.9. Ácidos carboxílicos.....	23
2.10. Ácido Láctico .....	24
2.11. Diseño de experimentos .....	25
2.11.1. Metodología de superficie de respuesta .....	25
2.11.2. Diseño Box- Behnken .....	27
2.11.3. Análisis de gráficas de efectos principales de la metodología de superficie de respuesta.....	29
2.11.4. Estadística de Resultados .....	31



2.12. Análisis Químico. ....	32
2.12.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) .....	32
2.12.3. Análisis Espectrofotométrico de Ácido Láctico. ....	34

## **CAPÍTULO III**

### **METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO**

3.1. Equipos, materiales y reactivos. ....	37
3.1.1. Equipos.....	37
3.1.2. Materiales .....	38
3.1.3. Reactivos .....	38
3.2. Recolección, Pre - acondicionamiento y Tratamiento Físico-Químico del BCA .....	39
3.2.1. Recolección de materia prima.....	39
3.2.2. Pre - acondicionamiento del bagazo de caña de azúcar. ....	39
3.2.3. Tratamiento Físico .....	40
3.2.4. Tratamiento Químico.....	42
3.3. Diseño experimental para la producción de ácido láctico.....	46
3.4. Conversión catalítica de celulosa a ácido láctico. ....	48
3.5. Control automático del proceso de reacción. ....	50
3.6. Diseño experimental propuesto. ....	51
3.7. Análisis de Varianza de Celulosa obtenida a partir del bagazo de caña de azúcar. ....	52
3.8. Análisis Químico. ....	54
3.8.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) .....	55
3.8.2. Rendimiento .....	56
3.8.3. Método espectrofotométrico para la determinación de ácido láctico.....	57

3.8.4. Cuantificación de ácido láctico .....	58
--	----

## **CAPÍTULO IV**

### **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

4.1. Recolección de Materia prima .....	60
4.2. Identificación del Espécimen. ....	61
4.4. Pre - acondicionamiento del BCA .....	62
4.5. Extracción de celulosa a partir de bagazo de caña de azúcar .....	63
4.6. Caracterización de celulosa obtenida por análisis de espectroscopia vibracional FT- IR. ...	69
4.7. Mecanismo de reacción catalítico de celulosa a ácido láctico. ....	77
4.8. Cuantificación de ácido láctico mediante espectrofotometría UV-VIS.....	80
4.9. Optimización de las variables independientes de reacción .....	86
4.10. Análisis de efectos estandarizados.....	89
4.11. Análisis de la superficie de respuesta. ....	91
4.12. Optimización de las variables independientes para la producción de ácido láctico.....	94
4.13. Comparación de resultados. ....	94

## **CAPÍTULO V**

### **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

5.1 Conclusiones .....	96
5.2. Recomendaciones .....	99

<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	100
---	-----

<b>ANEXOS</b> .....	107
---------------------	-----

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Ubicación Geográfica- Pangua-Ecuador .....	8
<b>Figura 2.</b> Bagazo de caña de azúcar .....	10
<b>Figura 3.</b> Estructura de biomasa lignocelulósica.....	13
<b>Figura 4.</b> Estructura Primaria de celulosa.....	15
<b>Figura 5.</b> Extractor Soxhlet Convencional.....	17
<b>Figura 6.</b> Grupo carboxilo.....	23
<b>Figura 7.</b> Fórmula estructural de ácido láctico.....	24
<b>Figura 8.</b> Gráfico de Superficie de Respuesta.....	26
<b>Figura 9.</b> Diseño de Box-Behnken de tres factores .....	27
<b>Figura 10.</b> Diagrama de Pareto de efectos estandarizados - Ejemplo .....	29
<b>Figura 11.</b> Grafica de efectos principales – Ejemplo .....	30
<b>Figura 12.</b> Gráfica de efectos estandarizados - Ejemplo .....	31
<b>Figura 13.</b> Espectro IR en la región de 4000-400 cm <sup>-1</sup> - Ejemplo .....	34
<b>Figura 14.</b> Espectro Electromagnético .....	35
<b>Figura 15.</b> Secado de BCA .....	40
<b>Figura 16.</b> Tamiz N. 20 para la homogenización de partículas .....	41
<b>Figura 17.</b> Extractor Soxhlet acoplado en serie .....	41
<b>Figura 18.</b> Tratamiento ácido .....	43
<b>Figura 19.</b> Filtrado y secado de solidos .....	44
<b>Figura 20.</b> Tratamiento básico de BCA.....	45
<b>Figura 21.</b> Reactor de acero inoxidable - Conversión de celulosa de BCA a ácido acético.....	49

<b>Figura 22.</b> Panel de control automático del proceso .....	50
<b>Figura 23.</b> Controlador indicador de temperatura (TIC) interna y externa.....	51
<b>Figura 24.</b> Espectroscopio infrarrojo vibracional FT- IR Frontier.....	56
<b>Figura 25.</b> Espectrofotómetro UV-VIS - Modelo BOECO .....	57
<b>Figura 26.</b> Sembrío de caña de azúcar - Pangua .....	60
<b>Figura 27.</b> Caña <i>Saccharum Violaceum</i> - Pangua-Ecuador.....	61
<b>Figura 28.</b> Almacenamiento de BCA.....	62
<b>Figura 29.</b> BCA post-lavado .....	62
<b>Figura 30.</b> BCA antes y después de la molienda y tamizado.....	63
<b>Figura 31.</b> BCA post: extracción de soxhlet, tratamiento químico y tratamiento básico.....	63
<b>Figura 32.</b> Espectro IR del BCA .....	70
<b>Figura 33.</b> Espectro IR post - extracción de soxhlet.....	72
<b>Figura 34.</b> Espectro IR de BCA post – tratamiento ácido .....	73
<b>Figura 35.</b> Espectro IR de BCA post – tratamiento básico.....	74
<b>Figura 36.</b> Espectro IR de Celulosa obtenida mediante tratamiento físico-químico.....	75
<b>Figura 37.</b> Espectro IR de Celulosa microcristalina 99% - Sigma Aldrich.....	76
<b>Figura 38.</b> Mecanismo de reacción propuesto para la producción de ácido láctico.....	79
<b>Figura 39.</b> Espectros UV-VIS.....	80
<b>Figura 40.</b> Reacción de ácido láctico con cloruro férrico.....	81
<b>Figura 41.</b> Curva de cuantificación de ácido láctico .....	84
<b>Figura 42.</b> Gráfico de efectos estandarizados .....	90
<b>Figura 43.</b> Diagrama de Pareto .....	90
<b>Figura 44.</b> Gráfica de efectos principales para el rendimiento. ....	91

<b>Figura 45.</b> Efecto de la temperatura y masa de catalizador vs rendimiento de A.L.....	92
<b>Figura 46.</b> Efecto de la temperatura y masa de celulosa vs rendimiento de A.L.....	93
<b>Figura 47.</b> Efecto de la masa de celulosa y masa de catalizador vs rendimiento de A.L.....	93

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1</b>	<i>Composición Lignocelulósica del BCA</i> .....	14
<b>Tabla 2</b>	<i>Propiedades fisicoquímicas del Erblio</i> .....	23
<b>Tabla 3</b>	<i>Propiedades fisicoquímicas del Ácido Láctico</i> .....	25
<b>Tabla 4</b>	<i>Matriz de Diseño de Box- Behnken para tres variables</i> .....	28
<b>Tabla 5</b>	<i>Longitud de onda en la región del infrarrojo</i> .....	33
<b>Tabla 6</b>	<i>Condiciones de reacción – Tratamiento ácido</i> .....	43
<b>Tabla 7</b>	<i>Peso de BCA previo a la serie de tratamientos de lixiviación</i> .....	46
<b>Tabla 8</b>	<i>Niveles de tratamiento para las variables independientes</i> .....	47
<b>Tabla 9</b>	<i>Diseño experimental para la producción de ácido láctico</i> .....	47
<b>Tabla 10</b>	<i>Condiciones de reacción de conversión de celulosa a ácido láctico</i> .....	49
<b>Tabla 11</b>	<i>Tabla de concentraciones para la construcción de la curva de calibración</i> .....	58
<b>Tabla 12</b>	<i>Masa de BCA antes y después la extracción de soxhlet</i> .....	64
<b>Tabla 13</b>	<i>Masa de BCA antes y después del tratamiento químico</i> .....	64
<b>Tabla 15</b>	<i>Masa de BCA antes y después del tratamiento básico</i> .....	66
<b>Tabla 16</b>	<i>Análisis de dispersión de datos para el contenido de hemicelulosa</i> .....	66
<b>Tabla 17</b>	<i>Análisis de dispersión de datos para el contenido de lignina</i> .....	67
<b>Tabla 18</b>	<i>Composición porcentual W/W de BCA</i> .....	67
<b>Tabla 19</b>	<i>Comparación de rendimiento de material lignocelulósico de BCA con la literatura</i> ...	68
<b>Tabla 20</b>	<i>Asignación de bandas características del BCA antes de los tratamientos</i> .....	70
<b>Tabla 21</b>	<i>Asignación de bandas características del BCA</i> .....	75
<b>Tabla 22</b>	<i>Comparación de los espectros IR de celulosa obtenida con celulosa comercial</i> .....	76

<b>Tabla 23</b> <i>Absorbancia de soluciones de 0 - 5 [g/L] de A.L.</i> .....	81
<b>Tabla 24</b> <i>Análisis de varianza de resultados para la curva de calibración</i> .....	82
<b>Tabla 25</b> <i>Análisis de error de resultados</i> .....	82
<b>Tabla 26</b> <i>Calculo de valor P</i> .....	82
<b>Tabla 27</b> <i>Datos X/Y para la construcción de la curva de calibración de A.L.</i> .....	83
<b>Tabla 28</b> <i>Rendimiento de Ácido Láctico producido a partir celulosa de BCA</i> .....	85
<b>Tabla 29</b> <i>ANOVA del rendimiento de A.L. del modelo estadístico Box – Behnken</i> .....	86
<b>Tabla 30</b> <i>Resultados estimados para el rendimiento de ácido láctico.</i> .....	88
<b>Tabla 31</b> <i>Comparación de resultados de BCA, celulosa 1 y celulosa 2</i> .....	95

## ÍNDICE DE ECUACIONES

<b>Ecuación 1.</b>	Ecuación polinómica de segundo grado .....	51
<b>Ecuación 2.</b>	Media estadística .....	53
<b>Ecuación 3.</b>	Desviación Estándar. ....	53
<b>Ecuación 4.</b>	Intervalo de confianza.....	54
<b>Ecuación 5.</b>	Porcentaje de Solubilización de BCA.....	54
<b>Ecuación 6.</b>	Cuantificación de ácido láctico. ....	84
<b>Ecuación 7.</b>	Modelo cuadrático para la producción de ácido láctico a partir celulosa de BCA	88



## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

**BCA.** Bagazo de caña de azúcar

**FTIR.** Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier.

**UV-VIS.** Ultravioleta visible

**g.** Gramos

**L.** Litros

**mL.** mililitros

**μ.** Intervalo de confianza

**$W_0$ .** Masa Inicial

**°C.** grados centígrados

**W/W.** Relación másica.

**V/V.** Relación volumétrica

**Gl.** Grados de libertad

**rpm.** Revoluciones por minuto.

## RESUMEN

En el presente trabajo se obtuvo celulosa a partir del bagazo de caña de azúcar mediante tratamientos de lixiviación ácido-base, y se determinaron las mejores condiciones de reacción catalítica con triflato de erbio para su transformación en ácido láctico. El proceso se estudió mediante un diseño experimental con un análisis de superficie de respuesta de tipo Box- Behnken. Las variables evaluadas para la producción de ácido láctico fueron: temperatura (200 °C- 240 °C), masa de catalizador (0.33g – 0.66g) y masa de celulosa (0.66g – 1.32g). Para el análisis cualitativo de la celulosa se utilizó Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR). En la cuantificación de ácido láctico se utilizó espectrofotometría ultravioleta visible, por la reacción de iones lactato con cloruro férrico hexahidratado; se construyó una curva de calibración en el rango de 1.25 a 5 [g / L] de ácido láctico (88%) con un coeficiente de correlación 0.999. Los resultados indican rendimientos eficientes de 84.25 % de ácido láctico. En el análisis estadístico se obtuvieron las condiciones óptimas para maximizar el rendimiento de ácido láctico siendo estas a 240<sup>o</sup>C con 0.66 g de catalizador y 0.67g de celulosa.

### **PALABRAS CLAVE:**

- **BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR - CELULOSA.**
- **ÁCIDO LÁCTICO.**
- **METODOLOGÍA DE SUPERFICIE DE RESPUESTA.**
- **ESPECTROSCOPIA INFRARROJA CON TRANSFORMADA DE FOURIER**
- **ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA VISIBLE**

## ABSTRACT

In the present work, cellulose was obtained from the bagasse of sugarcane by means of acid-base leaching treatments, and the best conditions of catalytic reaction with erbium triflate were determined for its transformation into lactic acid. The process was studied through an experimental design with a response surface analysis of the Box-Behnken type. The variables evaluated for the production of lactic acid were: temperature (200 ° C-240 ° C), catalyst mass (0.33g - 0.66g) and cellulose mass (0.66g - 1.32g). For the qualitative analysis of the cellulose Infrared Spectroscopy with Fourier Transform (FT-IR) was used. In the quantification of lactic acid, visible ultraviolet spectrophotometry was used, by the reaction of lactate ions with ferric chloride hexahydrate; a calibration curve was constructed in the range of 1.25 to 5 [g / L] of lactic acid (88%) with a correlation coefficient of 0.999. The results indicate efficient yields of 84.25% lactic acid. In the statistical analysis the optimal conditions were obtained to maximize the yield of lactic acid being these at 240°C with 0.66 g of catalyst and 0.67 g of cellulose.

### KEYWORDS:

- **BAGASSE SUGARCANE - CELLULOSE.**
- **LACTIC ACID.**
- **SURFACE RESPONSE METHODOLOGY.**
- **FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROMETRY**
- **UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY**

## CAPÍTULO I

### 1. GENERALIDADES

#### 1.1. Introducción

El uso de combustibles fósiles como el petróleo, gas natural, entre otros han sido la fuente principal para el desarrollo de la sociedad, sin embargo hay que tomar en cuenta que estos recursos no renovables tienden a terminarse agotando en gran medida acorde pasan los años, por tal motivo se recalca la importancia de realizar una transición a un sistema energético más sustentable basado en la utilización de diferentes fuentes de energía, como lo es la energía renovable o bioenergía.(Morales, 2015)

En Ecuador, en el 2013 el consumo de combustibles fósiles fue de aproximadamente 74 millones, teniendo un crecimiento en los últimos diez años de un 6%; mientras que el consumo de energía renovable derivada de la biomasa fue apenas de un 3%. Por tal motivo se ha propuesto como objetivo principal maximizar el uso de recursos energéticos renovables (solar, eólica, geotérmica y biomasa) amigables con el medio ambiente para mejorar la calidad de vida de los habitantes y a la vez tengan un peso económico importante el mercado tanto nacional como internacional. (INER, 2014)

Los residuos agroindustriales han sido últimamente utilizados como materia prima para las aplicaciones industriales, uno de estos residuos es el bagazo de caña de azúcar que es producido por la industria del azúcar y del alcohol (Sun, Sun, Zhaoa, & Sun, 2004). El bagazo de caña de

azúcar es un material fibroso que queda después de triturar la caña y extraer el jugo; actualmente el bagazo de caña de azúcar es utilizado para la producción de pulpa, papel y por lo general se lo quema para suministrar energía requerida en procesos; sin embargo el bagazo excedente genera problemas ambientales, por lo tanto se sugiere su utilización adecuada para obtener productos de alto valor agregado debido a las características y propiedades que posee.(Canilha, Santos, Rocha, Almeida, & Silva, 2011)

En Ecuador se produce un volumen importante de bagazo de caña de azúcar, se estima que el 25% del total de desechos agroindustriales es de bagazo de caña, y tan solo alrededor del 50% es reutilizado, esto debe a que sus características no abarcan ciertos posibles campos donde podría ser utilizado. Por ejemplo, no se encuentra aplicación como alimento para ganado debido a sus bajas características nutricionales; por su alto contenido de humedad y su bajo poder calorífico no es un buen precursor energético y por su acumulación genera un alto problema ambiental debido a su lenta degradación. (Torres Mantilla, 2012)

En general, el bagazo de caña de azúcar es un material lignocelulósico compuesto por celulosa, hemicelulosa y lignina, atractivo por su bajo costo y disponibilidad en diversos climas y localidades alrededor del mundo, por tales motivos la utilización y transformación del material lignocelulósico en procesos catalíticos para producción de ácidos orgánicos como lo es el ácido láctico es una vía prometedora para reemplazar en parte el uso de combustibles fósiles.(Cuervo, 2009)

El ácido láctico encuentra diversas aplicaciones en la industria química alimenticia, farmacéutica y cosmética. Además, es un producto intermedio para la producción de derivados y biopolímeros que son de gran interés. El mercado del ácido láctico en el 2015 fue estimado en

3.3\*10e5 toneladas, lo que evidencia su elevado consumo y alto interés en desarrollar vías de producción que sean sustentables para el desarrollo económico, y a la vez sean amigables con el medioambiente. Actualmente la vía de producción tradicional de ácido láctico es por fermentación de carbohidratos, este es un proceso que carece de una alta conversión y baja pureza, así como no es muy viablemente económico debido a los varios procesos de purificación que se requieren. (Arvela, Simakova, Salmi, & Murzin, 2013)

La obtención de celulosa a partir de biomasa de bagazo de caña es posible mediante tratamientos fisicoquímicos, y su transformación a ácidos orgánicos es viable mediante procesos catalíticos. Los lantánidos han presentado características importantes en la división de los enlaces  $\beta$ -glucosídicos presentes en la celulosa, los mismos que aceleran la transformación en oligómeros solubles precursores a ácido láctico en condiciones hidrotérmicas fuertes. (Yan & Qi, 2014)

## **1.2. Planteamiento del problema**

El bagazo de caña de azúcar es un residuo que se produce en la industria azucarera y de alcohol, es de bajo valor económico y alrededor de un 50% de este residuo es utilizado para generar energía en los procesos; el otro 50% genera problemas ambientales debido a su acumulación y lenta degradación. (Lavaracka, Griffin, & Rodmanc, 2002) El bagazo de caña de azúcar está compuesto principalmente por polisacáridos, los mismos que pueden ser de utilizados como precursores de materia prima en la industria química y petroquímica. El interés en derivados de BCA (Bagazo de caña de azúcar) ha sido de motivo de investigación en los últimos años, porque su aprovechamiento reduciría en gran parte los desechos sólidos acumulados, acrecentaría los empleos agrícolas, la

manufactura rural y se reducirían las emisiones de gases de efecto invernadero producidas por combustibles fósiles. (Jacobsen & Wyman, 2002)

La conversión de biomasa en productos químicos de alto valor agregado es una de las vías de gran interés para los investigadores, esto se debe a la problemática que causa depender de recursos no renovables y poco amigables, como lo es el petróleo y el gas natural. El problema eminente se encuentra en la total dependencia de los combustibles fósiles que tienen tendencia al agotamiento; esto hace que surja la necesidad de buscar nuevas rutas catalíticas que reemplacen a este recurso no renovable y que sean económicas y sustentables con el medio ambiente. (Datta & Henry, 2006)

### **1.3. Justificación e importancia.**

Mediante el requerimiento de aprovechar los recursos naturales existentes en el país, surge la necesidad de realizar una investigación basada en el uso de desechos naturales que presenten características útiles para la producción de precursores petroquímicos base, los mismos que tienen un elevado costo en el mercado nacional e internacional. A la vez satisface lo establecido en el objetivo número once del plan nacional del buen vivir en el cual se señala que: *“Queremos avanzar hacia una economía diferente, en la que la ciencia, la tecnología, la innovación y el conocimiento, nos permitan transitar de una economía de los recursos finitos hacia la apropiación científica, económica e industrial de esos recursos, para alcanzar la economía de recursos infinitos, basados en el fortalecimiento de las capacidades y los conocimientos de la fuente más valiosa que tenemos: la población de nuestro país”* (PLAN NACIONAL BUEN VIVIR 2013)

Es así, que de esta manera el bagazo de caña de azúcar pasa de ser un recurso de bajo valor económico; que además constituye un problema ambiental por su acumulación y su lenta degradación, a ser un precursor para la obtención de un producto petroquímico importante como lo es el ácido láctico, el mismo que se encuentra presente en la industria alimenticia, farmacéutica y de cosméticos y al mismo tiempo tiene un alto valor económico en el mercado.

La presente investigación exhibe una innovadora ruta para la producción de ácido láctico diferente a la convencional, la cual es muy importante debido a que esta vía presenta mejores rendimientos, cabe también mencionar que la materia prima que se ocupa es biodegradable y proviene de un residuo agroindustrial rico en material lignocelulósico predecesor para cumplir el objetivo a perseguir.



## 1.4. Objetivos

### 1.4.1. Objetivo General

- Extraer celulosa a partir de biomasa de bagazo de caña de azúcar para su posterior transformación catalítica a ácido láctico en los laboratorios de petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas – ESPE – Latacunga.

### 1.4.2. Objetivos Específicos

- Obtener celulosa del bagazo de caña de azúcar mediante extracciones ácidas y básicas a condiciones de reacción regulares que permitan la remoción de hemicelulosa y lignina.
- Caracterizar la composición de celulosa obtenida de la biomasa de bagazo de caña mediante análisis por espectroscopia infrarroja (FTIR).
- Utilizar triflato de Erblio del grupo de los lantánidos como catalizador homogéneo para promover la reacción y mejorar el rendimiento de ácido láctico.
- Cuantificar el rendimiento de ácido láctico a partir de celulosa mediante espectrofotometría ultravioleta visible.
- Evaluar la influencia de las variables de temperatura de reacción, masa de catalizador y masa de celulosa sobre el rendimiento de ácido láctico.
- Determinar las mejores condiciones de reacción que favorezcan el incremento del rendimiento de ácido láctico producido por celulosa obtenida a partir de bagazo de caña de azúcar mediante el diseño experimental propuesto.
- Comparar el rendimiento de ácido láctico obtenido a partir de celulosa de bagazo de caña de azúcar con el de celulosa comercial y el obtenido directamente del bagazo, para determinar los principales componentes que interfieren el rendimiento del ácido.

## **1.5. Variables dependientes e independientes**

### **1.5.1. Variables Dependientes**

- Rendimiento celulosa y ácido láctico

### **1.5.2. Variables Independientes**

- Temperatura de reacción, masa de catalizador y masa de celulosa

## **1.6. Hipótesis**

El rendimiento de ácido láctico obtenido a partir celulosa derivada del bagazo de caña de azúcar incrementa al aumentar la temperatura de reacción, debido a que es el factor más influyente en la conversión de celulosa a ácido láctico.

## CAPITULO II

### 2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA.

#### 2.1. Pangua – Cotopaxi – Ecuador

El Cantón Pangua se encuentra localizado al sur occidente de la Provincia de Cotopaxi, en el centro del Ecuador, su población es aproximadamente de 22.0 mil habitantes, que representa el 5.4% respecto a la provincia de Cotopaxi. (INER, 2014)



*Figura 1.* Ubicación Geográfica- Pangua-Ecuador

Fuente: (Canchignia, 2016)

Pangua es reconocido porque la mayoría de sus habitantes se dedican a la elaboración de aguardiente y panela molida. Esto se debe a que posee grandes territorios de sembríos de caña de azúcar, que es la materia para la elaboración de estos productos. En los trópicos de la provincia de Cotopaxi, el cultivo de caña se realiza hace más de 100 años atrás, y el tipo de caña más común en este sector es la caña violeta, siendo esta la más exclusiva para la producción panela y de

aguardiente. En el catastro elaborado al cantón Pangua, se identificó alrededor de 3.500 pequeños productores de licor artesanal en todo el cantón. Se estima que por cada 2 cañas grandes se produce 7.6 litros de jugo y aproximadamente se obtienen 1.500 litros de jugo de caña al mes por cada cuadra de producción. (Pereira, 2015)

El bagazo de caña de azúcar genera problemas ambientales por su excesiva acumulación, ya que representa alrededor del 25% del residuo de la actividad agroindustrial. Este residuo puede ser aprovechado de una mejor manera debido a que posee una interesante composición de lignocelulosa, y siendo Pangua, uno de los cantones que produce este desecho biodegradable, ha sido tomado en cuenta como proveedor de materia prima para el desarrollo de este proyecto. De esta manera, es posible aportar con la sociedad solucionando problemas ambientales y dar un valor agregado a subproductos de la industria de la caña.

## **2.2. Bagazo de Caña de Azúcar**

El bagazo es el residuo fibroso que queda después de que la caña es molida en los trapiches que extraen el jugo para la industria azucarera como la de alcohol, este residuo se emplea principalmente como generador de energía en las calderas de vapor que dan funcionamiento a las máquinas térmicas y procesos de calentamiento. La humedad del bagazo depende de la cantidad de agua absorbida por el ambiente y la eficiencia de los molinos de trapiche. El factor de humedad es muy importante, ya influye en el poder calorífico del bagazo, que por lo general es bajo, lo que hace que exista una disminución en la generación de energía y sea necesario la utilización de combustibles fósiles, principalmente gas natural o fuel oil. (Agüero, Pisa, Agüero, & Bugeau, 2012)



**Figura 2.** Bagazo de caña de azúcar

Fuente: (TWENERGY, 2015)

Brasil es el país con mayor producción de caña de azúcar en el mundo. Las condiciones climáticas, la abundante tierra productiva y demás condiciones hacen de Brasil el productor más importante de etanol y de azúcar a nivel mundial. Se estima que en el 2009 las empresas brasileñas procesadoras de azúcar, emplearon aproximadamente más de 604 millones de toneladas de caña de azúcar, lo que hace a la vez se genere como subproducto bagazo de caña. (Canilha et al., 2011)

El bagazo está constituido por agua, sólidos particulados y solubles, teniendo como valores de referencia: Humedad: 46-52%, sólidos particulados: 40-46%; y sólidos solubles: 6-8%. Así mismo, la variación granulométrica del bagazo va desde un polvo fino hasta partículas amorfas de mayor tamaño. La densidad del bagazo en base seca se reporta con un valor entre: 50 a 86 ( $kg/m^3$ ) y como es evidente, el bagazo no está constituido por material homogéneo, por lo tanto su peso volumétrico es relativamente bajo. (Alarcón, Sanchez, Gómez, & Cortez, 2006)

Debido a la necesidad que surge en reemplazar el consumo de combustibles fósiles por renovables, el bagazo de caña de azúcar ha sido motivo de investigación debido a la composición de material lignocelulósico que presenta. Aproximadamente el 35-50% es celulosa, que en su

mayoría es de estructura cristalina; 25-35% es hemicelulosa, que es un material amorfo, constituido por: xilosa, arabinosa, galactosa, glucosa y manosa, el resto es principalmente lignina y cantidades menores de minerales, cera y demás compuestos. (Sun et al., 2004)

### 3. Variedades de Caña de Azúcar

La identificación de cada especie de caña de azúcar necesita de técnicas que están al alcance de los especialistas o de la experiencia en el campo. Por lo tanto, se puede clasificar a la caña de azúcar de acuerdo con su lugar de origen, coloración, morfología o combinación genética.



1. *Saccharum Officinarum*.- Conocida como "La caña Criolla", alcanza alturas de hasta 3.5 metros. Su coloración característica es verde y es muy sensible a las temperaturas extremas.

2. *Saccharum Lubridatum*.- Se la llama también como "La caña Cristalina", el color de sus hojas es más oscuro del común. Alcanza hasta 6.5 metros de altura. El color de su tallo es amarillo y es resistente a los cambios meteorológicos.

3. *Saccharum Violaceum*.- Comúnmente se la denomina como "La caña Violeta", el color de su tallo es violeta y sus hojas poseen un verde intenso. Resiste a bajas temperaturas y es menos jugosa que sus congéneres.

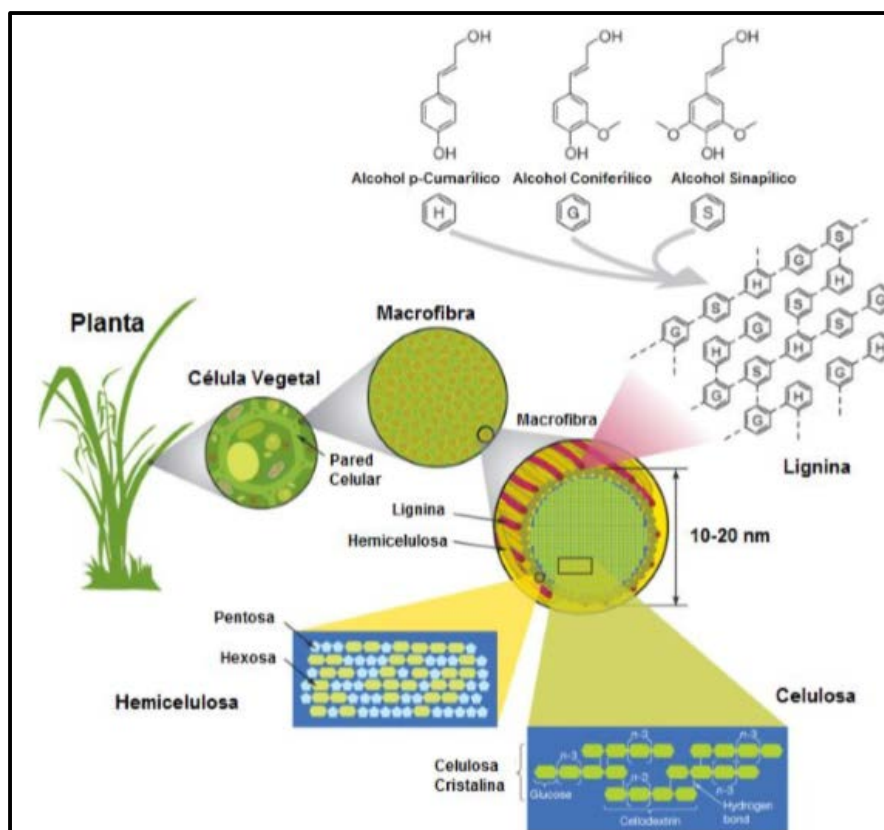
4. *Saccharum Versicolor*.- Se la conoce como "La caña vetada". alcanza 3.5 metros de altura. Su coloración típica es rayado amarillo y rojo violeta.

### **2.3. Biomasa Lignocelulosa.**

Se define como biomasa al material orgánico originado por un proceso biológico y que se produce en la naturaleza sin ninguna intervención humana. La biomasa lignocelulósica, está conformada por tejidos vegetales constituidos por microfibrillas de celulosa formando capas revestidas de hemicelulosa y en las que se deposita la lignina. Esta pared formada por celulosa, hemicelulosa y lignina permite a las plantas captar radiación solar, proporcionando de esta manera mayor resistencia mecánica, lo que hace difícil su aprovechamiento debido a que se requieren métodos exigentes de tratamiento y fraccionamiento para separar y acceder individualmente a cada uno de los componentes lignocelulósicos; sin embargo ningún método es suficiente para aislarlos completamente sin sufrir modificaciones en su estructura. (Morales, 2015)

Dependiendo las especies de las plantas, clima, precipitaciones y disposición de nutrientes en el suelo varía la composición de material lignocelulósico. En general, la pared celular de una planta está constituida por polisacáridos (celulosa, hemicelulosa y lignina), compuestos fenólicos y compuestos minoritarios (minerales, lípidos, proteínas, etc.) (Cuervo, 2009)

La lignocelulosa ha sido motivo de investigación en los últimos años, esto se debe a las características y composición que posee, ya que se presenta como una fuente de energía amigable con el medio ambiente.



**Figura 3.** Estructura de biomasa lignocelulósica

Fuente: (Morales, 2015)

En la actualidad la biomasa lignocelulósica es utilizada para producir biocombustibles y otros derivados, esta biomasa puede ser: rastrojo de maíz, paja de trigo, cascarilla de arroz, bagazo de caña, etc. El principal interés de las industrias en la biomasa lignocelulósica se da por la razón que es un material de costo económico, además es una materia prima que eliminaría los desechos sólidos que ocasionarían problemas por el acumulamiento y esencialmente evitaría el consumo de combustibles fósiles, reduciendo así las emisiones de gases de efecto invernadero a la atmósfera. (Jacobsen & Wyman, 2002)



**Tabla 1***Composición Lignocelulósica del BCA*

<b>BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR</b>	
<b>Extraíbles</b>	13.1 %
<b>Lignina</b>	16.1 %
<b>Hemicelulosa:</b>	35.8 %
<b>Ácido Urónico</b>	2.2 %
<b>Arabinano</b>	2.1 %
<b>Xilano</b>	30.7 %
<b>Manano</b>	0.35 %
<b>Galactano</b>	0.46 %
<b>Celulosa</b>	35 %

Fuente: (Sasaki, Adschiri, &amp; Arai, 2003)

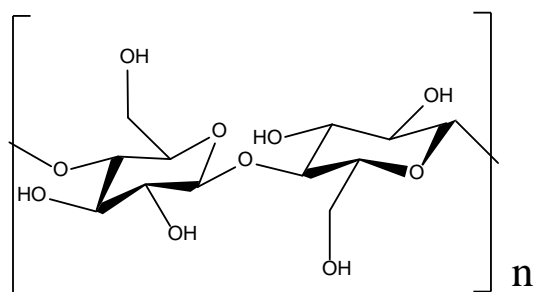
**2.4. Celulosa.**

La celulosa fue descubierta mediante el aislamiento de materia vegetal por el químico francés Anselme Payen en 1838. Se presenta como el biopolímero orgánico más abundante en la tierra y se aprecia que la producción total de biomasa celulósica es aproximadamente  $1,5 * 10^{12}$  toneladas anuales; se estima que es una fuente inagotable de materia prima para la demanda de desarrollo de productos químicos amigables con el medio ambiente. (Morales, 2015)

La celulosa es el componente principal de todos los materiales vegetales, forma aproximadamente la mitad a un tercio de los tejidos vegetales y se repone constantemente mediante la fotosíntesis, con estimaciones de la biosíntesis mundial anual de 1011 toneladas. En particular, la celulosa es la componente principal de las plantas, incluidas la madera, algodón, lino, cáñamo, yute, bagazo de caña, ramio, pajas de cereales, etc. (Sun et al., 2004)

Entre las características físicas más relevantes de la celulosa se puede mencionar que es una estructura fibrosa, blanca, estable y muy resistente hidrolizase en condiciones suaves. Su forma empírica es  $(C_6H_{10}O_2)_n$ , con un valor mínimo de  $n=200$ , su peso molecular es variable y posee una cadena polimérica extensa.

Está constituida por cadenas de celobiosa (D-glucopiranocil- $\beta$ -1,4-D-glucopiranos) (Prinsen, 2010), posee una estructura lineal con múltiples puentes hidrogeno entre los grupos hidroxilo de las diferentes cadenas unidas de glucosa, haciéndolas impermeables e insolubles en agua. La celulosa está constituida por unidades de glucosa, cada una está formada por un anillo de seis miembros, donde cinco átomos son de carbono y un átomo de oxígeno originan una estructura tetraédrica. Posee dos grupos funcionales  $-CH_2OH-$ ,  $OH$ ; donde los grupos  $OH$  se ubican lateralmente permitiendo a la celulosa formar uniones inter e intramoleculares mediante puentes hidrogeno.



**Figura 4.** Estructura Primaria de celulosa

Fuente: (Larissa, Santos, Rocha, & Almeida, 2011)

En general, la celulosa es un homopolimero con uniones glicosídicas  $\beta$ -1,4 y con enlaces de hidrogeno que aportan mayor resistencia mecánica a las fibras de celulosa. Dependiendo de la disposición de los enlaces de hidrogeno se puede clasificar su presentación en macroestructuras

cristalinas. La hidrólisis de celulosa tiene como resultado inmediato glucosa mediante el rompimiento de los enlaces de hidrogeno. (Guarnizo, Martinez, & 2009)

#### **2.4.1. Aplicaciones de la Celulosa.**

La celulosa tiene aplicación en varios procesos:

- En la Industria farmacéutica es utilizada en la capsulas como portador de sabor y de color. También tiene su aplicación en la producción de cremas y suspensiones sólidas para de la elaboración cosméticos y otras formulaciones. (García, López, Fernández, & Cordero, 2006)
- En la industria de alimentos es utilizada como aditivo: antiaglomerante, proporciona una mejor textura y es un estabilizador de espuma. Se utiliza como sustituto de harina, azúcar y grasas en alimentos de bajas calorías.
- También se encuentran aplicaciones en la industria de la construcción así como la del textil en la generación de fibras de textil y fabricación de papel. Además por su composición es posible la obtención de derivados (nitratos, esterres y acetatos) y mediante reacciones catalíticas la producción de ácidos que están implicados en diversos procesos industriales. (Contreras & Escamilla, 2004)

#### **2.5. Tratamiento físicoquímico**

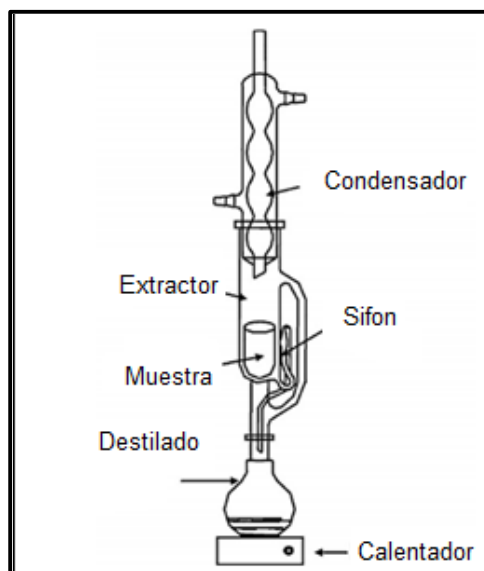
La lignocelulosa compuesta principalmente por: celulosa, hemicelulosa y lignina puede ser dividida mediante tratamientos físicos y químicos. El tamaño de partícula es muy importante en los procesos de separación química, esto se debe a que existe una influencia muy marcada al momento de su reacción, ya que mientras menor sea el tamaño de la partícula mayor será el área de contacto con los reactantes. Es por esta razón, que la biomasa debe ser sometida a un tratamiento

físico, donde sea fraccionada a un tamaño mucho menor. Los procesos a los cuales puede ser sometido son: molienda o trituración y posteriormente a un proceso de tamizado para la homogenización de partículas.

Por otro lado, para la separación de la celulosa de la hemicelulosa, lignina y pectinas es necesario realizar un tratamiento ácido-básico y una extracción de soxhlet respectivamente.

### 2.5.1. Extracción Soxhlet

La extracción de Soxhlet descubierta por el químico Alemán Franz Von Soxhlet en 1879, en términos fisicoquímicos, consiste en una lixiviación y usualmente es utilizada como un ante paso de un proceso de separación o purificación.



**Figura 5.** Extractor Soxhlet Convencional

Fuente: (Luque & Priego, 2010)

El método se basa en colocar la muestra sólida en un cartucho poroso de celulosa, el mismo que se pone en contacto repetidamente con porciones frescas de solvente condensado de un matraz de

destilación, esto facilita el desplazamiento del equilibrio de transferencia de masa. Cuando el nivel del solvente alcanza el nivel superior de desbordamiento, un sifón aspira el soluto del soporte del dedal y lo descarga de nuevo al matraz de destilación, de esta manera los lípidos o grasas solubles son transferidos al solvente en el matraz, el proceso se repite varias veces hasta que la extracción sea completa.

La extracción Soxhlet convencional tiene algunas ventajas, por ejemplo: no requiere filtración posterior al proceso, el equipo utilizado es relativamente simple y por tal razón su costo es bajo, pueden realizarse varias extracciones simultáneas acoplando el equipo en serie y de esta forma se puede minimizar el tiempo de extracción. (Luque & Priego, 2010)

### **2.5.2. Tratamiento Ácido-Alcalino**

- **Hidrolisis Ácida**

Los ácidos como el ácido acético ( $CH_3COOH$ ), ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), ácido nítrico ( $HNO_3$ ), ácido clorhídrico  $HCl$ , etc., pueden ser utilizados como catalizadores en la hidrolisis de la lignocelulosa. Estos ácidos liberan protones que rompen los enlaces de éter-heterocíclico entre los monómeros de azúcar en las cadenas poliméricas formadas por la hemicelulosa y la celulosa.

El mecanismo de la reacción de hidrólisis es complejo y se requieren temperaturas por encima de los  $100^{\circ}C$ , tiempos de reacción prolongados y en algunos casos combinación de un ácido débil con un ácido fuerte con determinadas relaciones v/v dependiendo del material de partida.

Debido a que los enlaces de la hemicelulosa son más débiles que los de la celulosa, se puede realizar una hidrólisis en condiciones menos drásticas y los componentes de la misma quedaran solubilizados, en este caso, la celulosa y la lignina permanecerán casi intactas en fracción sólida.

Los principales compuestos presentes posterior a la hidrólisis de la hemicelulosa son azúcares como xilosa, glucosa y arabinosa. Otros compuestos liberados son oligómeros, furfural y ácido acético; y se puede realizar su respectiva cuantificación mediante una cromatografía líquida (HPLC). (Aguilar., 2002)

- **Hidrólisis Básica**

La estructura molecular de la lignina se caracteriza por ser compleja y heterogénea; y a la vez depende de la especie de la planta que lo preside. La composición de la lignina corresponde a la menor fracción en la biomasa lignocelulósica, se encuentra en la parte superficial recubriendo a la hemicelulosa y a la celulosa; y de la misma manera forma una barrera física para el ataque enzimático de la celulosa. Por tal razón, la velocidad y el grado de degradación enzimática de la celulosa están inversamente relacionados con el contenido de lignina. (Taylor., 2013)

Entre las características más importantes de la lignina, se encuentra que es un compuesto hidrófobo; es decir no es soluble en un medio acuoso, por tal motivo las reacciones químicas en donde se pueda introducir en su estructura grupos sustituyentes polares, los cuales sean capaces de estabilizar las disoluciones de la lignina en dichos medios son necesarios. Los grupos funcionales como metoxi, hidroxilo, alcohol bencílico, éter bencílico y carbonilos son los que afectan la reactividad de la lignina. Existen dos tipos de pretratamientos: hidrolíticos y oxidativos, los mismos que degradarán la lignina y la liberan de los hidratos de carbono. (F. Ysambertt, 2009)

## **2.6. Hidrotratamiento**

Las reacciones hidrotérmicas consisten en la aplicación de calor y presión para favorecer una reacción en medio acuoso. La descomposición hidrotérmica de biomasa es un método potencial

para la producción de ácidos orgánicos. Esto ha generado mucho interés debido a las características que el presenta el agua como medio de reacción a temperaturas y presiones elevadas.

La facilidad que presenta la biomasa para romper sus enlaces en condiciones hidrotérmicas se debe a las características que posee el agua a elevadas presiones y temperaturas; por esta razón la reacción hidrotérmica es considerada un método efectivo para el tratamiento de desechos orgánicos. En algunos mecanismos de reacción, como el catalizado por protones, el mecanismo de ataque nucleofílico directo, el mecanismo catalizado por iones hidróxido tienen un impacto positivo en la hidrólisis de la biomasa si se realizan a condiciones de reacción drásticas (Kong, Li, Wang, & Ling, 2008)

### **Hidrotratamiento catalítico**

Bajo condiciones óptimas de presión, temperatura y la utilización de un catalizador las reacciones químicas tienden a acelerar su velocidad de reacción y a favorecer la reacción en la formación de productos deseados.

En recientes investigaciones se ha encontrado que la conversión hidrotérmica de celulosa a ácido láctico es posible utilizando Zn, Ni y carbón activado en condiciones hidrotérmicas alcalinas. El rendimiento de ácido láctico en 0.02g de Zn, 0.03g de Ni, 0.07g de catalizador y 2.5 moles de NaOH a 300C y 5 minutos es de 42%.(Zhang, Jin, Hu, & Huo, 2001). En otras investigaciones se ha realizado la conversión de celulosa a ácido láctico en agua subcrítica sin la adición de ningún catalizador a una temperatura de 300<sup>0</sup>C y un tiempo de 120 s, obteniendo resultados no muy satisfactorios en la producción de ácido láctico. (Jin, 2004)

La celulosa es un material abundante en la tierra, no comestible y biodegradable; por dichas características se han realizado muchos estudios rigurosos para la conversión de celulosa en derivados petroquímicos como el ácido láctico a través de rutas catalíticas con iones metálicos, sin embargo las condiciones de reacción son exigentes y el rendimiento de ácido láctico no es el satisfactorio en comparación con la producción de la manera tradicional. Con esto presente en mente, en recientes investigaciones se han desarrollado nuevos catalizadores que sean efectivos y a la vez sean respetuosos con el medio ambiente; en la tabla periódica de elementos químicos, el grupo de los lantánidos cumple con estas características, se espera que tengan un efecto positivo como catalizador y presenten un rendimiento positivo de ácido láctico en la conversión de celulosa.

## **2.7. Catalizadores**

Se conoce como catalizadores a las sustancias capaces de disminuir la energía de activación de una reacción química, provocando de esta manera que se desarrolle una mayor velocidad en la reacción. Los catalizadores se clasifican en homogéneos, heterogéneos y mixtos. Los catalizadores heterogéneos son mucho más fáciles de recuperar y de reutilizar en comparación con los catalizadores homogéneos. La reutilización de los catalizadores se da cuando el costo de catalizador es elevado y por tales razones estudios recientes se han enfocado en los catalizadores heterogéneos por su fácil capacidad de recuperación y reutilización.

Entre las características más relevantes de un catalizador están:

- La masa de catalizador no interviene en la reacción, es decir que a diferencia de los reactantes permanece siempre constante.
- Los catalizadores actúan en la selectividad de la reacción más no en el rendimiento.
- Modifican la velocidad de reacción.



- Los inhibidores realizan la función contraria a los catalizadores.

En posteriores investigaciones los iones metálicos como Zn (II), Ni (II), Co (II) y Cr (III) han tenido una importante participación en la conversión y selectividad de ácido láctico, sin embargo cuando la materia de alimentación es celulosa los resultados distan mucho de ser satisfactorios en comparación de la producción de ácido láctico de la forma tradicional. (Yan & Qi, 2014)

Últimamente se ha encontrado que los ácidos de Lewis son capaces de catalizar eficientemente la conversión de celulosa microcristalina o materiales de biomasa en bruto en ácidos orgánicos en medio acuoso. Los lantánidos son un claro ejemplo de esto, debido que en condiciones óptimas de operación se han obtenido rendimientos muy satisfactorios de ácido láctico ocupando  $Er(OTf)_3$  o  $ErCl_3$ .

### **2.8. Lantánidos como catalizadores para ácido láctico.**

Los lantánidos son un grupo de 15 elementos que están ubicados en el grupo 6 de la tabla periódica de elementos químicos que van desde el lantano hasta el lutecio. Este grupo es conocido como los metales de tierras raras debido a que se encuentran en forma de óxidos y su nombre proviene por la presencia de lantano (Lantanidos, 2005). Una de las características más relevantes es que son estables y funcionan como ácidos de Lewis en soluciones acuosas permitiendo la conversión directa de celulosa en ácido láctico. Esto se debe a que probablemente los iones metálicos de las tierras raras tienen una alta afinidad por los grupos oxidados, y pueden coordinarse con los intermedios oligosacáridos solubles como la glucosa y sus derivados formados por la despolimerización de la celulosa en presencia de agua en condiciones subcríticas. (Wang et al., 2015)

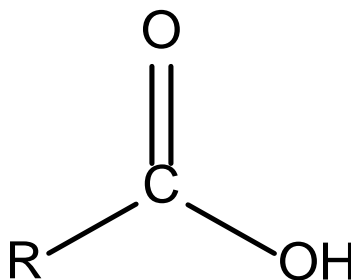
**Tabla 2***Propiedades fisicoquímicas del Erblio*

Propiedades del Erblio	
<b>Fórmula</b>	Er
<b>Serie química</b>	Lantánidos
<b>Densidad</b>	9066 kg/m <sup>3</sup>
<b>Punto de Fusión</b>	1522 °C
<b>Punto de ebullición</b>	2863 °C
<b>Peso Molecular</b>	167,259 g/mol
<b>Estado</b>	Sólido

Fuente: (Pino, 2017)

## 2.9. Ácidos carboxílicos

Los ácidos carboxílicos se caracterizan por la presencia del grupo funcional carboxilo (-COOH) junto al grupo alquilo o arilo, su fórmula general es R-COOH y tienen propiedades acidas. En la nomenclatura de los ácidos carboxílicos se los nombra con el nombre del hidrocarburo de síntesis y con su terminación en oico. El ácido metanóico o fórmico es el primer miembro de la serie alifática de los ácidos carboxílicos.

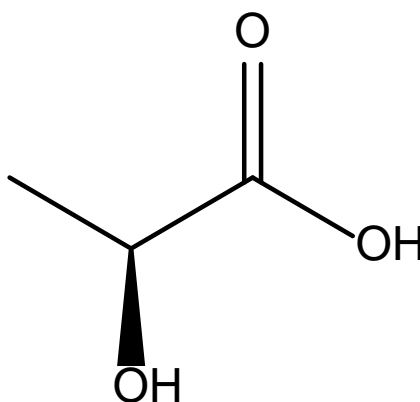
**Figura 6.** Grupo carboxilo

Fuente: (Guadix, Páez, Gonzáles, &amp; Camacho, 2000)

El carácter polar de los ácidos carboxílicos se debe al grupo carboxilo  $-\text{COOH}$ , el mismo que facilita la formación de puentes de hidrógeno entre la molécula de ácido carboxílico y la molécula de agua. La solubilidad de los ácidos carboxílicos disminuye a medida que aumentan las moléculas de carbono. Los ácidos: fórmico, acético, glicólico, láctico, fumárico y málico son los más comunes extraídos a partir de biomasa, esto se debe a que son estimados como compuestos químicos de alto valor agregado.

### 2.10. Ácido Láctico

El ácido láctico o ácido 2-hidroxi-propanoico es un ácido carboxílico que posee un grupo hidroxilo. El procesamiento general para la producción de ácido láctico es a partir de la degradación alcalina de azúcar, sin embargo este proceso biotecnológico tiene algunas desventajas tales como bajos rendimientos, requiere enzimas costosas y un proceso de purificación complejo. El ácido láctico se considera una sustancia química de alto potencial para la producción de una amplia gama de productos intermedios útiles como: propilenglicol, 2,3-pentadiona, ácido acrílico, acetaldehído, ácido pirúvico y lactidas. (Kong, Li, Wang, & Ling, 2008)



**Figura 7.** Fórmula estructural de ácido láctico

Fuente: (Biopolimeros, 2017)

El ácido láctico tiene varias aplicaciones en productos farmacéuticos, industria alimentaria, solventes amigablemente benignos y cosméticos; su principal aplicación es para el sabor ácido suave, la regulación del pH o como conservante. Un producto emergente derivado del ácido láctico es el ácido poliláctico (PLA), ya que es utilizado en la fabricación de plásticos biodegradables. En general, el ácido láctico es un producto químico con una alta demanda en el mercado y está en continuo crecimiento; de ahí surge la necesidad de desarrollar nuevos procesos catalíticos para la producción de ácido láctico, no solo a partir de fermentación de azúcares sino también a partir de biomasa que es más económico y más abundante en comparación con los carbohidratos. (Arvela, Simakova, Salmi, & Murzin., 2013)

**Tabla 3**

*Propiedades fisicoquímicas del Ácido Láctico.*

<b>ACIDO LACTICO</b>	
<b>Fórmula</b>	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>
<b>Serie química</b>	Ácidos Carboxílicos
<b>Peso molecular</b>	90,08 g/mol
<b>Densidad</b>	1206 kg/m <sup>3</sup>
<b>Punto de ebullición</b>	122 °C
<b>Punto de fusión</b>	(16.8-18) °C
<b>Estado</b>	Líquido

Fuente: (Transmerquim, 2014)

## **2.11. Diseño de experimentos**

### **2.11.1. Metodología de superficie de respuesta**

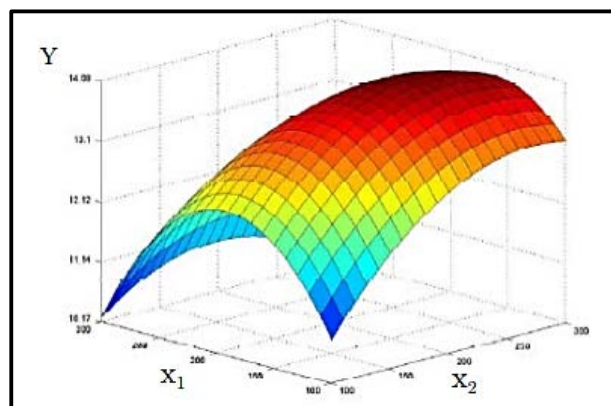
La metodología de superficie de respuesta es un conjunto de herramientas matemáticas avanzadas en el diseño de experimentos, que consienten en abordar de una manera más comprensiva la respuesta y a la vez permiten optimizar la variable de interés. Esta metodología es

muy utilizada después de encontrar una aproximación cercana entre la variable de respuesta y las variables independientes. Para modelar un sistema donde influye un amplio rango de variables, y la respuesta consiste en medir el efecto de estas variables sobre ella, es necesario el uso de modelos de regresión que cubren estos aspectos. (Marin, 2018)

Dependiendo si la respuesta esta modelada por una función lineal, la función de aproximación que se utiliza es un polinomio de primer orden. En el caso que exista una curvatura con relación a las variables independientes es necesario la utilización de un polinomio de orden superior. (Montgomery, 2004)

Los diseños de superficie de respuesta más importantes son:

- Diseño central compuesto
- Diseño equirradial
- Diseño de Box- Behnken



**Figura 8.** Gráfico de Superficie de Respuesta

Fuente: (Montgomery, 2004)

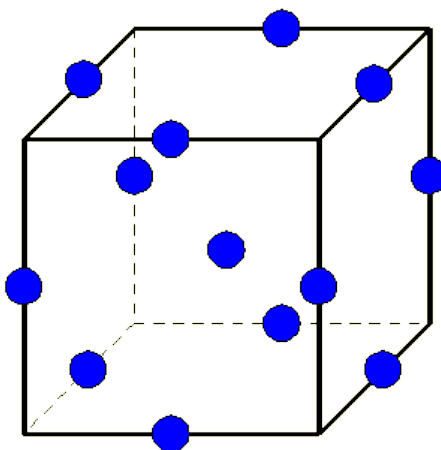
Existen graficas muy útiles para el análisis de superficie de respuesta, que se generar a partir de un software de computadora especializado en estadística. Como se muestra en la gráfica de

superficie de contorno en la figura 8, la caracterización de la superficie de respuesta es más simple y permite localizar el óptimo de una manera razonable.

### 2.11.2. Diseño Box- Behnken

Es un diseño cuadrático incorporado con tres niveles por cada factor para ajustar superficies de la respuesta. Son diseños muy eficientes en términos del número requerido de corridas. En los puntos medios de los bordes se encuentran las combinaciones de los tratamientos y a diferencia de los diseños centrales compuestos tienen una capacidad limitada para el bloqueo ortogonal; es decir no contiene ningún punto en los vértices de la región cubica. (Montgomery, 2004)

Este tipo de diseño permite obtener una estimación eficiente de los coeficientes de primer y de segundo orden y suelen ser menos costosos debido a que se realizan menos corridas en comparación de los diseños centrales compuestos.



**Figura 9.** Diseño de Box-Behnken de tres factores

**Fuente:** (Minitab, 2018)

En el grafico 6 se puede observar las corridas experimentales a realizar. Los puntos en el diagrama representan cada una de las corridas, y en la tabla 4 se representa un diseño de tres

factores del modelo Box-Behnken. En la tabla 4, se indica un ejemplo del diseño de superficie de respuesta del tipo Box-Behnken con los niveles alto, medio y bajo. (Cámara, Zan, Vera, & Goicoechea, 2018)

**Tabla 4**

*Matriz de Diseño de Box- Behnken para tres variables.*

---

<b>DISEÑO DE BOX-BEHNKEN</b>			
<b>1</b>	-1	-1	0
<b>2</b>	-1	1	0
<b>3</b>	1	-1	0
<b>4</b>	1	1	0
<b>5</b>	-1	0	-1
<b>6</b>	-1	0	1
<b>7</b>	1	0	-1
<b>8</b>	1	0	1
<b>9</b>	0	-1	-1
<b>10</b>	0	-1	1
<b>11</b>	0	1	1
<b>12</b>	0	1	-1
<b>13</b>	0	0	0
<b>14</b>	0	0	0
<b>15</b>	0	0	0

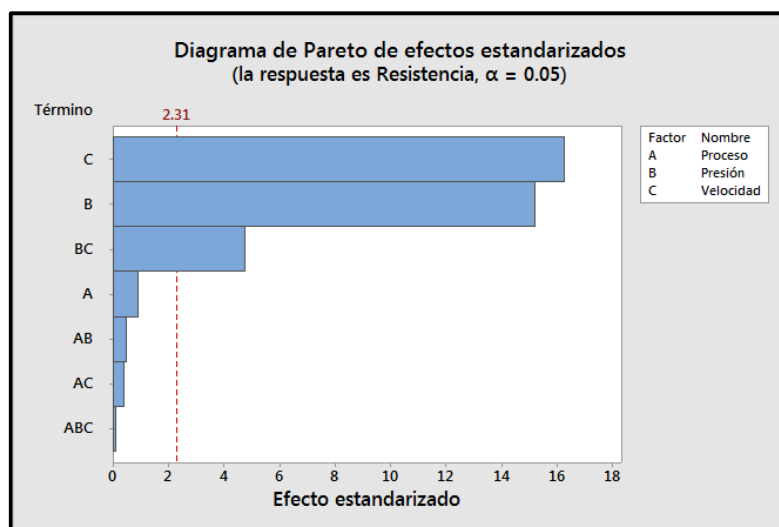
---

Fuente: (Montgomery, 2004)

### 2.11.3. Análisis de gráficas de efectos principales de la metodología de superficie de respuesta

La metodología de superficie de respuesta permite indagar los efectos de las variables independientes o también conocidas como variables de entrada con la variable de respuesta. Como se mencionó anteriormente, las variables de entrada sufren alteraciones en cada corrida experimental con el fin de recolectar datos y examinar la influencia de estas variables. El análisis resulta mucho más simple con uso del diagrama de Pareto, gráficas de efectos principales, grafica normal de efectos; entre otros. Las más importantes se detallan a continuación:

- **Diagrama de Pareto:** El diagrama de Pareto es muy útil para determinar la importancia que tienen los efectos estandarizados que van desde el efecto más grande hasta el efecto más pequeño. Como se indica en la figura 10 la línea de referencia indica que efectos tienen más significancia estadísticamente.



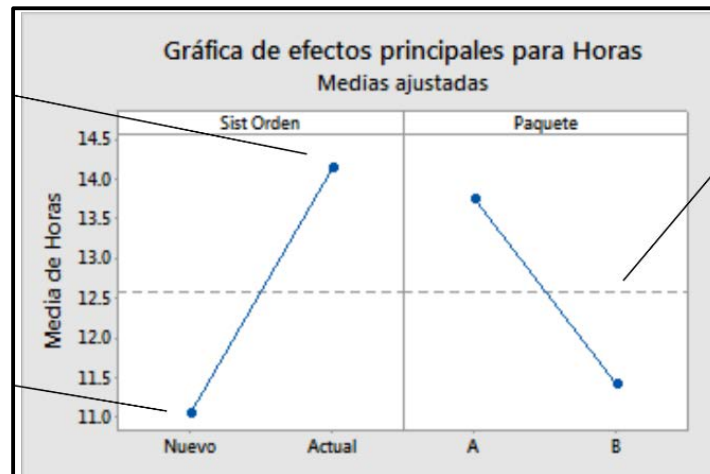
**Figura 10.** Diagrama de Pareto de efectos estandarizados - Ejemplo

Fuente: (Minitab, 2018)



Hay que tomar en cuenta que el diagrama de Pareto sirve para determinar cuáles de las variables de entrada tienen mayor importancia, pero más no para establecer cuáles de los efectos maximizan y minimizan la respuesta. (MINITAB, 2018).

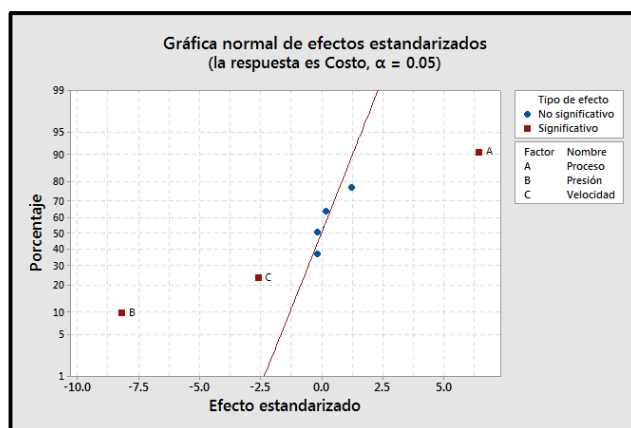
- **Gráfica de efectos principales:** La gráfica de efectos principales permite interpretar cuáles de los factores presentan mayor influencia entre las variables independientes y la respuesta. Es muy importante que se evalúen las interacciones entre las variables de entrada, ya que los efectos de un solo factor dependen del nivel de otro factor. (Peárandá & Vizhco, 2016)



*Figura 11.* Grafica de efectos principales – Ejemplo

Fuente: (Minitab, 2018)

- **Gráfica normal de efectos estandarizados:** Se utiliza la gráfica normal de efectos estandarizados para determinar la magnitud, dirección e importancia que tienen cada uno de los efectos; esta gráfica mantiene relación con una línea de distribución de ajuste y los efectos son estadísticamente más significativos cuando más alejados se encuentran de cero.



**Figura 12.** Gráfica de efectos estandarizados - Ejemplo

Fuente: (Minitab, 2018)

Como se ilustra en la figura 12 los colores y la distancia de los puntos a la línea de distribución de ajuste difieren de acuerdo a la significancia estadística. (Minitab, 2018)

#### 2.11.4. Estadística de Resultados

Para corroborar si un resultado de un experimento con  $n$  repeticiones es seguro, se debe realizar un análisis de varianza. La aproximación a las medias aritméticas, es en este caso es la opción más simple; sin embargo, dicha aproximación no sería válida debido a que la dispersión de los datos influiría en el resultado final y no sería una respuesta segura (Vicéns, Herrante, & Medina, 2005). La herramienta estadística T permite confirmar con seguridad el promedio de una población de datos. El T student de un solo factor evalúa la hipótesis nula de que la media de la población analizada es igual al del valor especificado (Olea, 2016).

Para esta prueba se utilizan conceptos de media, desviación estándar y grados de libertad que se explican a continuación:

- **Media.-** La media aritmética se define como la sumatoria de los valores medidos individuales dividido para el número total de valores. A la media también se la denomina como promedio.(Harris, 1991)
- **Desviación Estándar.-** La desviación estándar se conoce como la medida de la dispersión de los datos con respecto al valor central. Es decir expresa cuan agrupados se encuentran los datos al promedio.(Harris, 1991)
- **Grados de libertad.-** Se define como grados de libertad al conjunto de valores suministrado por el analista para determinar la variabilidad de las estimaciones. (Minitab, 2018)

## **2.12. Análisis Químico.**

El objetivo del análisis químico abarca dos áreas importantes de estudio, cuantificar y cualificar la muestra. Se fundamenta en el uso de procedimientos, métodos y técnicas que con el paso del tiempo se han ido corrigiendo y ahora presentan mejoras en los resultados.

Para la validación de resultados en este trabajo de investigación se utilizaron métodos cualitativos que permiten conocer la naturaleza e identidad de la muestra y métodos cuantitativos que permiten conocer la cantidad de analito presente en la muestra a analizar. Estos métodos son: Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y Espectrofotometría ultravioleta-visible.

### **2.12.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)**

La espectrometría infrarroja tiene aplicación en el análisis cualitativo de la muestra mediante la determinación de los grupos funcionales. Esta técnica se basa en la absorción o emisión de energía que generan las moléculas a cierta longitud de onda específica que es provocada por la interacción del analito y la radiación electromagnética en la región del infrarrojo. (Haris & Chapman, 1995)

**Tabla 5***Longitud de onda en la región del infrarrojo*

<b>Regiones de infrarrojo.</b>	
<b>(IR)</b>	<b><math>cm^{-1}</math></b>
<b>Lejano</b>	10 a 650
<b>Medio</b>	650 a 4000
<b>Cercano</b>	4000 a 12500

Fuente: (Piqué &amp; Vázquez, 2012)

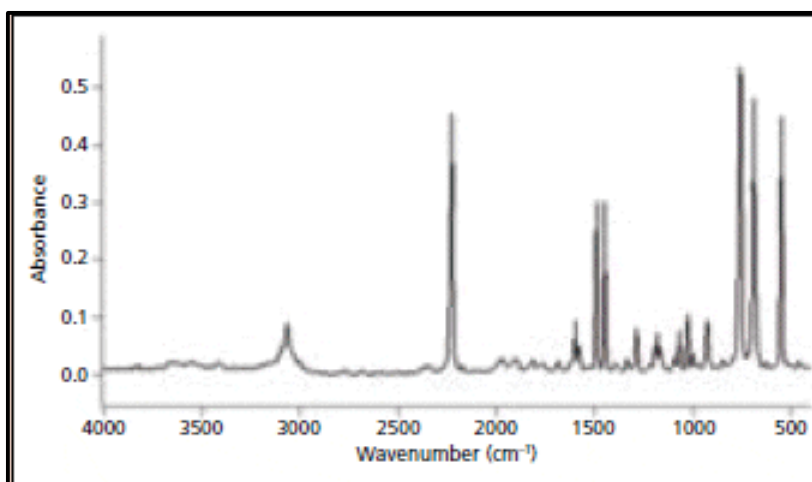
En la tabla 5 se puede observar las regiones en las cuales se divide el infrarrojo, de estas regiones, la región media del infrarrojo es denominada como la región de interés para el análisis químico cualitativo; ya que en esta determinada región casi la mayoría de compuesto orgánicos absorben energía debido excitación vibracional causada por los átomos por a la presencia de enlaces covalentes. Las moléculas tienen una vibración característica única dependiendo de tipo de enlace y tipo de átomos correspondientes a cada molécula. Existen diferentes tipos de vibraciones:

- Vibración de tensión
- Vibración de flexión
- Vibración de Balanceo en el plano
- Vibración de Balanceo fuera del plano
- Vibración de Tijereteo en el plano
- Vibración de Torsión fuera del plano

Para la caracterización de la celulosa, la espectroscopia FT-IR se ha utilizado ampliamente, debido a que este método presenta versatilidad al momento de obtener información directa sobre

los cambios que se producen durante los diversos tratamientos químicos. (Sun, Sun, Zhaoa, & Sun, 2004)

Para el análisis IR, la muestra puede estar en estado líquido, sólido o gaseoso, se la coloca en el porta muestras, donde un haz de luz infrarroja generada por el espectrofotómetro incide con la misma y se genera un espectro infrarrojo en la pantalla parecido al de la figura 13; dependiendo del tipo de muestra que se vaya analizar este espectro es único.



*Figura 13.* Espectro IR en la región de 4000-400  $cm^{-1}$  - Ejemplo

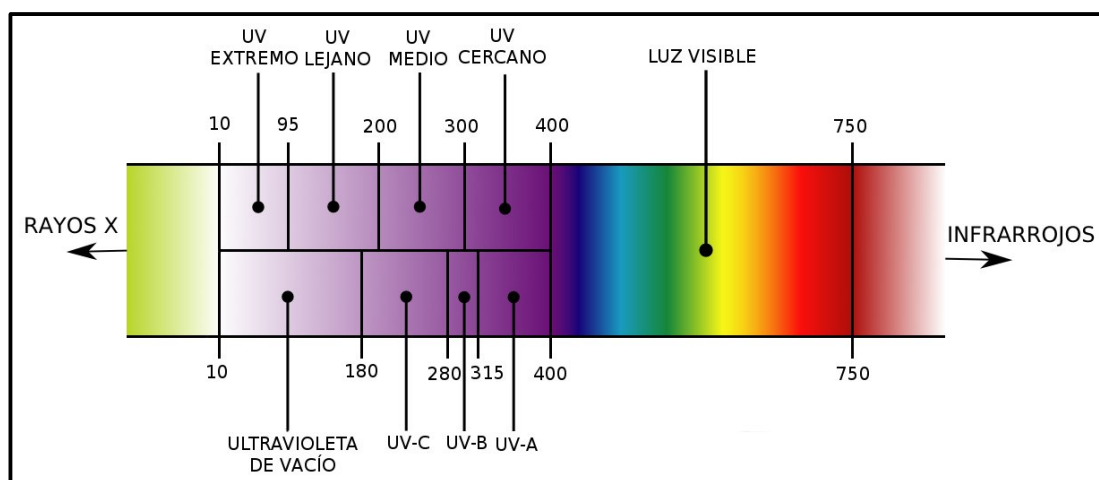
Fuente: (Smith, 2018)

### **2.12.3. Análisis Espectrofotométrico de Ácido Láctico.**

La espectrofotometría es un método cuantitativo que estudia la interacción entre la radiación electromagnética y la materia, es útil para determinar la concentración de una solución mediante una curva de calibración. El método se basa en la incidencia de un haz de luz que atraviesa la muestra; la misma que absorbe una determinada cantidad de luz dependiendo de su concentración.

Esta técnica de análisis tiene soporte en la Ley de Lambert-Beer que afirma que la cantidad de luz que absorbe una sustancia es directamente proporcional a su concentración.

Un principio importante de la espectrofotometría se fundamenta en que cada sustancia absorbe energía en ciertas longitudes de onda y en otras no. Es decir existe un rango de radiación electromagnética donde se encuentran las radiaciones de menor longitud de onda hasta las de mayor longitud. El espectro electromagnético se encuentra dividido en rayos gamma, rayos X, radiación ultravioleta, UV visible, radiación infrarroja, microondas y las ondas de radio como se indica en la siguiente figura.



**Figura 14.** Espectro Electromagnético

Fuente: (Análisis, 2018)

El método espectrofotométrico para la determinación de ácido láctico es considerado eficiente y económico, comparado con el uso frecuente de HPLC. Los métodos de análisis espectrofotométricos son altamente selectivos, sensibles y se utilizan con frecuencia en los laboratorios debido a su simplicidad y disponibilidad.

Este método se basa en la determinación espectrofotométrica del producto coloreado mediante de la reacción de iones lactato con cloruro de hierro (III). Se trata de un método simple, económico y rápido para la determinación de isómeros L y D de ácido láctico.

## CAPÍTULO III

### METODOLOGÍA DE DESARROLLO DEL PROYECTO.

#### 3.1. Equipos, materiales y reactivos.

Este trabajo de investigación se llevó a cabo en los laboratorios de Petroquímica de la Universidad de las Fuerzas Armadas-ESPE-Latacunga; a continuación se detalla una lista de equipos, materiales y reactivos que fueron necesarios para la realización de este trabajo de titulación:

##### 3.1.1. Equipos

- Balanza analítica digital Denver Instrument Company® Modelo AAA 250LE, Máx. 250 mg  $\pm$  0,1 mg.
- Phmetro Boeco modelo BT-675
- Estufa – Boeco - modelo Isotherm OFA.
- Calentador y agitador magnético – Boeco
- Espectrofotómetro Visible – Boeco – modelo S-200
- Manta de Calentamiento – Boeco – Serie KM-M
- Rotavapor – Boeco- RVO 400 SD
- Reactor R-300 – ATS – serie 3210
- Espectrómetro infrarrojo FT-IR accesorio de muestreo universal ATR- PerkinElmer, modelo Frontier.



### 3.1.2. Materiales

- Pipetas graduadas y volumétricas de 1 ml, 2ml, 3ml, 5 ml, 10 ml.
- Probetas de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml.
- Agitador magnético cerámica.
- Balón aforado de 10ml, 25ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml.
- Balón de destilación 500 ml
- Matraz Kitasato de 1000 ml.
- Embudo de cerámica de filtración.
- Varilla de agitación.
- Vasos de precipitación de 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml, 2000ml.
- Extractor Soxhlet de 250ml
- Refrigerante serpentín
- Papel filtro.
- Tamiz.
- Termómetro escala 100<sup>0</sup>C y 300<sup>0</sup>C
- Pinzas, espátula y soporte universal.

### 3.1.3. Reactivos

#### **Sigma Aldrich ®**

- Ácido láctico (88.0%) – CAS: 50-21-5
- Celulosa microcristalina de 50nm. (99.9%) - CAS: 9004-34-6
- Triflato de Erblio. (99.9%) – CAS: 139177-64-3

### **Otros**

- Etanol. (96%) - CAS: 64-17-5
- Tolueno. (99.9%) - CAS: 108-88-3
- Ácido acético (99.9%) - CAS: 64-19-7
- Ácido nítrico. (68%) - CAS: 7697-37-2
- Hidróxido de Sodio. (99.9%) – CAS: 1310-73-2
- Agua destilada.
- Bagazo de caña de azúcar (BCA) – Pangua-Cotopaxi-Ecuador.

### **3.2. Recolección, Pre - acondicionamiento y Tratamiento Físico-Químico del BCA**

Para la extracción celulosa del bagazo de caña de azúcar es necesario seguir una serie de protocolos que se describen a continuación.

#### **3.2.1. Recolección de materia prima.**

Las muestras se recolectaron en un trapiche ubicado en las cordilleras del cantón Pangua, en una parroquia conocida como el “Corazón”, la caña de azúcar fue molida en ese instante y después fue cortada en pequeños pedazos para facilitar su transporte.

Para evitar la proliferación de bacterias que degradan el BCA, la materia prima fue transportada a los laboratorios de la universidad mediante cavas provistas de hielo y sellados herméticamente.

#### **3.2.2. Pre - acondicionamiento del bagazo de caña de azúcar.**

Para la conservación de la materia prima, es necesario remover los sólidos solubles e insolubles presentes en la fibra de BCA, por tal motivo se requiere lavarlo con abundante agua caliente, y de esta forma es posible retirar la mayor parte de impurezas presentes.

Seguidamente, el BCA fue cortado en trozos más pequeños de (1-3) cm para su mejor manipulación y después la materia prima se lavó nuevamente con agua destilada. Debido a que el BCA absorbe líquidos, es necesario escurrir la mayor cantidad de agua que sea posible. Posteriormente los trozos de BCA se colocaron ordenadamente en una estufa y fueron secados a 55<sup>0</sup>C hasta que su peso sea constante como se indica en la siguiente figura.



*Figura 15. Secado de BCA*

### **3.2.3. Tratamiento Físico**

- **Trituración, molienda y tamizado de BCA**

Cuando el BCA se encontró completamente seco, fue cortado en pequeños pedazos menores a 1cm y después fue molido en un triturador de alimentos hasta que su tamaño sea como el de una arena fina. Para la homogenización de partículas, el BCA fue tamizado a un tamaño 20nm y guardado en frascos de vidrio para su posterior uso.



*Figura 16.* Tamiz N. 20 para la homogenización de partículas

- **Extracción de Soxhlet**

Para la remoción de lípidos y pectinas presentes en el bagazo es necesario realizar una extracción soxhlet. Una de las facilidades que tiene este sistema de extracción líquido – sólido, es que puede ser utilizado en serie, minimiza el tiempo en relación a la masa y tiene los mismos resultados. Por tal motivo se instaló un sistema en serie como se ilustra en la figura 17, de esta manera fue posible tener una mayor porcentaje de masa libre de lípidos y pectinas en el menor tiempo posible.



*Figura 17.* Extractor Soxhlet acoplado en serie

La extracción Soxhlet se realizó mediante el siguiente proceso que se detalla a continuación:

- Pesar 13g de muestra de BCA en un cartucho de celulosa y colocarlos dentro de cada extractor soxhket.
- Para cada extracción preparar una solución de 240mL de tolueno-etanol con relación 2:1 v/v y colocarla en el balón de destilación dentro de la manta de calentamiento a 80°C.
- El tiempo estimado de lixiviación es aproximadamente 6h para todas las extracciones.
- Retirar los sólidos y lavarlos continuamente con etanol y agua mediante filtración al vacío para remover el tolueno remanente.
- Tratar los sólidos con 600 mL de agua caliente a 80°C durante 3h y lavarlos nuevamente con agua destilada.
- Secar los sólidos en una estufa durante 16h a 55°C.

### **3.2.4. Tratamiento Químico**

- **Hidrolisis Ácida**

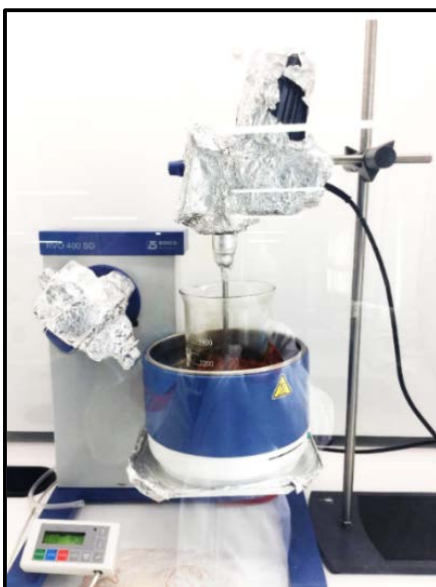
Cuando los sólidos desparafinados se encuentren secos posterior a la lixiviación de lípidos y pectinas en el extractor de soxhlet, se procede inmediatamente a la hidrolisis ácida como se detalla a continuación:

- Pesar en un vaso de precipitación de 2000 mL la de masa de sólidos proveniente de la extracción de soxhlet.
- Para aproximadamente 33g de sólidos desparafinados preparar una solución de 735mL de ácido acético (80%) y ácido nítrico (68%) con una relación 10:1 v/v respectivamente y colocarlos en el vaso de precipitación de 2000mL.
- Las condiciones de reacción se indican en la tabla 6.

**Tabla 6.***Condiciones de reacción – Tratamiento ácido.*

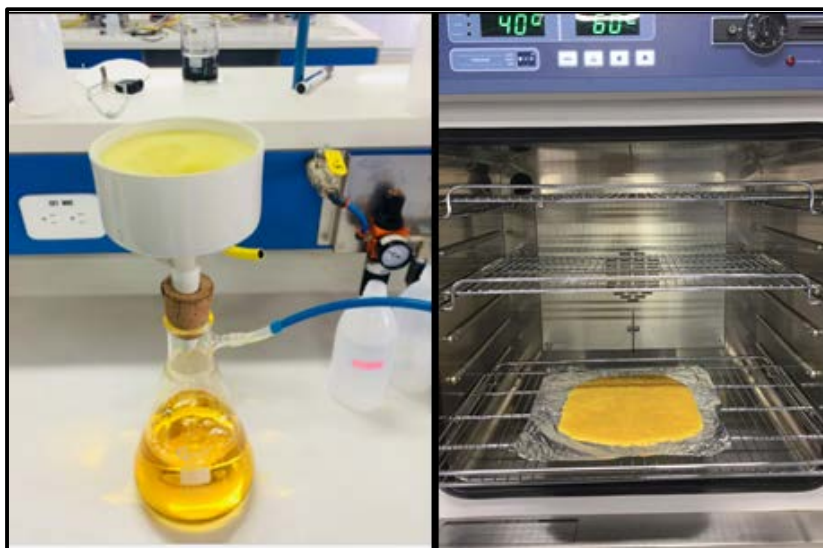
<b>Hidrólisis ácida.</b>	
<b>Temperatura</b>	120 <sup>0</sup> C
<b>Presión</b>	ambiental
<b>Agitación</b>	300 rpm
<b>Tiempo</b>	20 min

En la figura 18 se ilustra el equipo utilizado para el tratamiento ácido, el mismo que fue acoplado dentro de un extractor de gases en la manta de calentamiento de un rotavapor, la temperatura fue programada a 120<sup>0</sup>C y controlada por el mismo equipo, al que se incorporó un agitador con motor eléctrico para la homogenización de partículas.

**Figura 18.** Tratamiento ácido

Una vez concluido el tiempo; la reacción se sofocó inmediatamente con agua destilada con el doble de volumen y se esperó alrededor de 30 minutos hasta que se enfríe. Por último, fue necesario

realizar lavados sucesivos con etanol y agua destilada para retirar en ácido remanente mediante filtración al vacío hasta que el pH del agua de filtrado sea neutro. Los sólidos fueron secados a  $55^{\circ}\text{C}$  en una estufa durante 16h como se indica en la figura 19.



*Figura 19.* Filtrado y secado de sólidos

- **Tratamiento básico.**

Cuando la pasta de sólidos se encuentre completamente seca posterior a la hidrólisis ácida, fue necesario realizar un proceso de molienda en un triturador de alimentos; esto se realiza con el propósito de que las partículas tengan mayor superficie de contacto en el tratamiento básico y tenga un mejor efecto. Seguidamente los sólidos fueron tratados con 200mL de una solución alcalina de hidróxido de sodio al 10% m/m durante 7 horas a 300rpm en una plancha de agitación magnética a temperatura ambiente.



*Figura 20.* Tratamiento básico de BCA.

Cuando concluyó el tiempo de reacción, los sólidos se dejaron reposar y posteriormente fueron separados del líquido mediante decantación. Se realizaron lavados sucesivos con etanol y agua destilada hasta que el pH de filtrado sea nuevamente neutro. Después los sólidos fueron secados a  $55^{\circ}\text{C}$  durante 16h en una estufa.

Todos los procesos anteriormente descritos: extracción de soxhlet, tratamiento ácido y tratamiento básico tuvieron siete réplicas idénticas, sin variación en ningún parámetro del proceso.

Con el fin de evaluar el porcentaje real de pectinas, hemicelulosa y lignina presentes en el BCA, el peso fue referido al concluir cada tratamiento, de esta manera es posible validar la respuesta en porcentaje de peso mediante un test estadístico con un intervalo de confianza del 95%. La tabla 7 indica la masa inicial de BCA utilizado para cada una de las siete replicas, se debe recalcar que cada replica fue consecutiva al finalizar la serie de tratamientos para la extracción de celulosa.



**Tabla 7**

*Peso de BCA previo a la serie de tratamientos de lixiviación.*

<b>Bagazo de caña (g)</b>	
<b>1</b>	39,03
<b>2</b>	39,08
<b>3</b>	39,01
<b>4</b>	39,01
<b>5</b>	39,02
<b>6</b>	39,11
<b>7</b>	39,18

### **3.3. Diseño experimental para la producción de ácido láctico.**

Para la conversión directa de celulosa a ácido láctico se estableció un diseño experimental de metodología de respuesta del tipo de Box- Behnken, de esta manera es posible determinar la influencia de los factores de temperatura, masa de catalizador y masa de celulosa con la variable de respuesta que en este caso es el rendimiento ácido láctico.

La tabla 8 indica los valores codificados de las variables independientes, los mismos que corresponden para cada factor y se expresan en el nivel superior, central e inferior (1; 0; -1). Los factores de influencia para la optimización del rendimiento en la producción de ácido láctico son: temperatura (A), masa de catalizador (B) y masa de celulosa (C). Para el diseño Box- Behnken se establecieron como punto centrales: temperatura 220 °C, masa de catalizador 0.5 g y masa de celulosa 1g. Se determinaron estos valores ya que estudios previos indican que a temperaturas superiores de 200 °C el agua actúa como un catalizador ácido y ayuda en la despolimerización de

la celulosa, mientras que se quiere analizar el efecto de masa de catalizador a medida que este incrementa al igual que la masa de celulosa.

**Tabla 8**

*Niveles de tratamiento para las variables independientes*

VARIABLES INDEPENDIENTES			
	TEMPERATURA	CATALIZADOR	CELULOSA
<b>BAJA (-1)</b>	200	0,33	0,66
<b>MEDIA (0)</b>	220	0,5	1,33
<b>ALTA (1)B</b>	240	0,66	2

En la tabla 9 se muestra la matriz de diseño experimental que consta de un bloque con 3 corridas centrales y 12 combinaciones diferentes, dando un total de 15 corridas. Esta matriz es generada por un software estadístico (Statgraphics) mediante el diseño experimental Box-Behnken.

**Tabla 9**

*Diseño experimental para la producción de ácido láctico.*

BLOQUE	Temperatura de Reacción (°C)	Gramos de $(CF_3SO_3)_3Er$ (g)	Gramos de Celulosa (g)
<b>1</b>	220	0,66	0,66
<b>2</b>	240	0,5	1,32
<b>3</b>	220	0,33	1,32
<b>4</b>	220	0,5	1
<b>5</b>	220	0,5	1
<b>6</b>	220	0,5	1
<b>7</b>	200	0,33	1

CONTINÚA



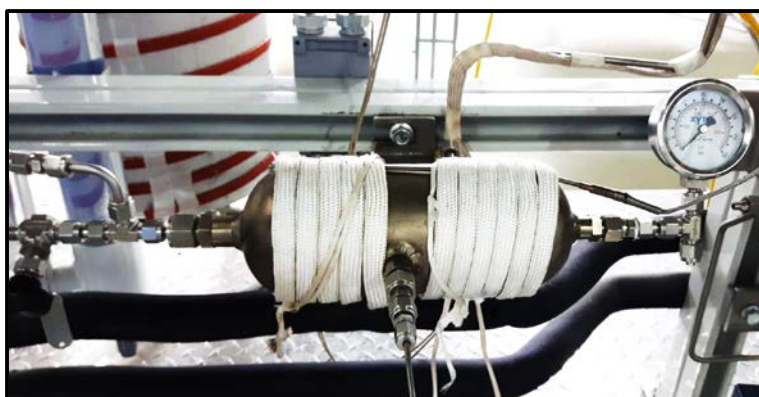
8	240	0,33	1
9	200	0,5	0,66
10	200	0,5	1,32
11	200	0,66	1
12	240	0,5	0,66
13	240	0,66	1
14	220	0,33	0,66
15	220	0,66	1,32

### 3.4. Conversión catalítica de celulosa a ácido láctico.

La experimentación para la producción de ácido láctico se lleva a cabo siguiendo el diseño propuesto en la tabla 9 y el proceso se detalla a continuación.

- Pesar la masa de celulosa y de catalizador (Triflato de Erblio) especificada dependiendo de cada experimentación.
- Diluir el catalizador en 200 mL de agua destilada.
- Colocar la celulosa por la parte superior del reactor.
- Llenar el reactor con la solución agua - catalizador.
- Acoplar el reactor y equiparlo con cada uno de sus instrumentos como se indica en la figura 21.
- Purgar el reactor tres veces con nitrógeno y presurizarlo a 19.72 bar.
- Asignar la temperatura a las condiciones deseadas en el panel de control y cuando alcance el punto esperar el tiempo de reacción.
- Enfriar el reactor con agua y hielo inmediatamente haya concluido la reacción.

- Despresurizar el reactor mediante una válvula de escape cuando la temperatura haya alcanzado la temperatura ambiente.
- Filtrar el producto obtenido y recolectarlo en frascos de cristal de ámbar. Se recomienda almacenarlo a temperatura ambiente y guardar en un lugar oscuro.



**Figura 21.** Reactor de acero inoxidable - Conversión de celulosa de BCA a ácido acético.

La operación del reactor se indica en la tabla 10, donde se muestran las condiciones a las que se llevó la reacción de conversión de celulosa obtenida a partir de bagazo de caña de azúcar a ácido láctico.

**Tabla 10**

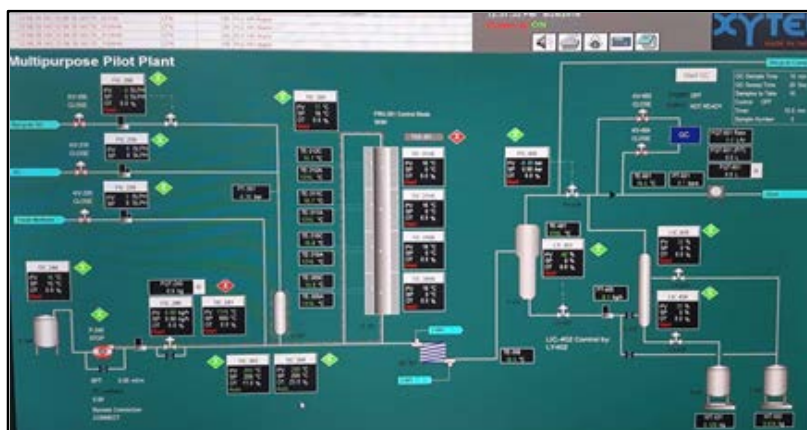
*Condiciones de reacción de conversión de celulosa a ácido láctico.*

<b>Operabilidad R-102</b>	
<b>Volumen</b>	200 mL
<b>Presión</b>	19,73 bar
<b>Agitación</b>	600 rpm
<b>Tiempo</b>	30 min

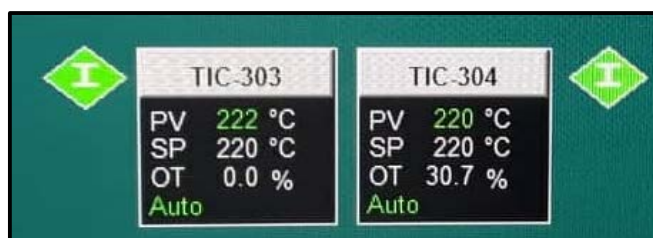
### 3.5. Control automático del proceso de reacción.

La reacción de conversión de celulosa a ácido láctico se llevó a cabo en la planta piloto en el Reactor R-300 – ATS – serie 3210 ubicada en el complejo de laboratorios de la Universidad de las Fuerzas Armadas – ESPE; la misma que está equipada con un reactor de acero inoxidable de 0.8 L y cuenta con un sistema de control de operación lingüística, que se encuentra comunicado a un computador, el mismo que está programado mediante controladores clásicos PID como se indica en la figura 22.

El calentamiento del reactor se realizó mediante el intercambio de calor de dos cintas calefactoras, y el control de la temperatura se realizó mediante dos termopares: TIC 303 (interna) y TIC 304 (externa), ubicadas dentro y fuera del reactor respectivamente. La temperatura fue programada en rampas de calentamiento de  $50^{\circ}\text{C}$  hasta llegar a la temperatura deseada y también se utilizó lana de vidrio para aislar el reactor y adecuarlo adiabáticamente.



*Figura 22.* Panel de control automático del proceso



**Figura 23.** Controlador indicador de temperatura (TIC) interna y externa.

La presión es directamente proporcional al incremento de temperatura y fue medida mediante un manómetro; se utilizaron válvulas PSV por seguridad para aliviar la presión en caso que el fluido supere los 110 bares. La agitación del reactor estuvo contralada por un agitador magnético a 600 rpm.

### 3.6. Diseño experimental propuesto.

Los efectos de los factores: temperatura, masa de catalizador y masa de celulosa son representados mediante la ecuación 1; la misma que se ajusta a la ecuación de segundo orden de superficie de respuesta de modelo Box-Behnken que toma en cuenta los efectos lineales y cuadráticos, y permite ajustarse de mejor manera a la superficie de respuesta.

$$R_{\text{ácido Láctico}} = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_j + \sum_{j=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum \sum \beta_{ij} x_i x_j + e$$

**Ecuación 1.** Ecuación polinómica de segundo grado

Fuente:(Montgomery, 2004).

Donde:

- $R_{\text{ácido Láctico}}$  = Rendimiento estimado del ácido láctico.
- $x_i$  = Valor natural de la variable independiente.

- $\beta_i, \beta_{ij}, \beta_{ii}$  = Coeficientes de regresión individuales, lineales y cuadráticos, respectivamente.
- $e$  = Error aleatorio.

Mediante gráficos de superficie de respuesta, tabla Anova, coeficiente de correlación  $R^2$  y análisis de varianza es posible determinar el punto de silla o también denominado punto óptimo con referencia al rendimiento máximo de ácido láctico; todos estos análisis se realizan mediante un software estadístico (Statgraphics); tomando en cuenta, que el modelo de esta naturaleza se considera aceptable si alcanza un valor de significancia de  $p < 0.05$  (95% de confianza).

El mismo software es capaz de proporcionar las herramientas de análisis antes descritas y a la vez proporciona predicciones, donde establece las condiciones más favorables con respecto a las variables independientes de temperatura, masa de catalizador y masa de celulosa para la optimización en la producción de ácido láctico.

### **3.7. Análisis de Varianza de Celulosa obtenida a partir del bagazo de caña de azúcar.**

Para comprobar con certeza los resultados en el porcentaje de celulosa obtenida a partir del bagazo de caña, es de mucha utilidad un parámetro estadístico que evalúe y verifique si el porcentaje de pectinas, hemicelulosa, celulosa y lignina presentes en el BCA, es confiable. El test  $t$  permite corroborar la dispersión de los datos obtenidos después de cada tratamiento en un intervalo de confianza del 95%. Las ecuaciones que se utilizaron para la realización de este test son:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

**Ecuación 2.** Media estadística

Fuente: (Harris, 1991)

Donde:

 $\bar{x}$  = Media del conjunto de observaciones $\sum_{i=1}^n X_i$  = Sumatoria de n observaciones $n$  = Numero de observaciones totales.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

**Ecuación 3.** Desviación Estándar.

Fuente: (Harris, 1991)

Donde:

 $s$  = desviación estándar. $\sum_{i=1}^n =$  Sumatoria de n observaciones $x_i$  = Observaciones individuales $\bar{x}$  = Media del conjunto de observaciones



$$\mu = \bar{x} \pm \frac{t * s}{\sqrt{n}}$$

**Ecuación 4.** Intervalo de confianza.

Fuente: (Harris, 1991)

Donde:

$\mu$  = Intervalo de confianza.

$\bar{x}$  = Media del conjunto de observaciones

$s$  = desviación estándar.

$t = 2.447$ ;  $t$  Student para un intervalo de confianza del 95% con  $n=7$  (ANEXO A)

El porcentaje de lixiviación después de cada tratamiento para la obtención de celulosa se indica en la ecuación 6.

$$X = \frac{W_o - W}{W_o} * 100\%$$

**Ecuación 5.** Porcentaje de Solubilización de BCA

Fuente: (Kong et al., 2008)

Donde:

$W_o$  = Peso inicial

$W$  = Peso final

### 3.8. Análisis Químico.

Una vez concluida la etapa de experimentación para la obtención de celulosa a partir del bagazo de caña de azúcar y la producción de ácido láctico, es necesario realizar una serie de análisis para

conocer los resultados obtenidos y corroborar la hipótesis del presente trabajo de investigación como se detalla a continuación:

### **3.8.1. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)**

Para dar seguimiento en la degradación de la hemicelulosa, lignina y pectinas del bagazo de caña de azúcar se realiza un escaneo en el espectroscopio IR después de cada tratamiento: extracción de soxhlet, tratamiento químico y tratamiento básico.

Todas las corridas de los espectros se registran como se detalla a continuación:

- Temperatura ambiente  $\pm 20^{\circ}\text{C}$ .
- Resolución espectral de  $(8 - 4) \text{ cm}^{-1}$ .
- Longitud de onda de 4000 a  $600 \text{ cm}^{-1}$ .
- Velocidad de desplazamiento de los espejos de  $0.2 \text{ cm/s}$ .
- Reflexión total atenuada (ATR).
- Suavizado 20%.
- Línea base.
- Normalización  $(3 - 5) \%$ .

Para el procesamiento de los espectros se utilizó el software denominado Quant en el espectroscopio infrarrojo vibracional FT – IR Perkin Elmer – USA como se indica en la siguiente figura.



**Figura 24.** Espectroscopio infrarrojo vibracional FT- IR Frontier.

### 3.8.2. Rendimiento

- El rendimiento de ácido láctico está definido por (wt%)

$$Y = \frac{M_{LA}}{M_{CO}} * 100$$

**Ecuación 5.** Rendimiento de ácido láctico

**Fuente:** (Wang, Liu, & Dong, 2014)

Donde:

Y = Rendimiento de ácido láctico

$M_{LA}$  = gramos de ácido láctico obtenido

$M_{CO}$  = gramos iniciales de celulosa

### 3.8.3. Método espectrofotométrico para la determinación de ácido láctico.

Para la determinación cuantitativa de ácido láctico producido a partir de celulosa de bagazo de caña de azúcar se utilizó el espectrofotómetro ultravioleta visible modelo Boeco como el que se indica en la figura 22.



**Figura 25.** Espectrofotómetro UV-VIS - Modelo BOECO

El método se basa en la determinación espectrofotométrica del producto coloreado por la reacción de iones lactato con cloruro férrico ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) a 390 nm. (N. Borshchevskaya, Gordeeva, N, & Sineokii, 2016). Se construyó una curva de calibración en el rango de 1.25 a 5 [g / L] de ácido láctico con el coeficiente de correlación 0.999.

Como reactivo colorimétrico se utilizó Cloruro Férrico hexahidratado ( $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) grado reactivo y ácido láctico 88% grado analítico. A continuación se detalla el proceso para la construcción de la curva de calibración para la determinación de ácido láctico:

- Preparar una solución patrón de ácido láctico de 88 g/L pesando 2.5g de ácido láctico al 88% en un balón de 25ml.

- Preparar una serie de disoluciones de concentración conocida a partir de la solución patrón como se indica en la tabla 9 en un volumen final de 25ml.
- Preparar una solución al 0.2% de reactivo colorimétrico pesando 0.3 g de  $FeCl_3 * 6H_2O$  y diluirlo en un balón de 100ml.
- Medir la absorbancia en el espectrofotómetro UV-VIS a 390nm y graficar una curva concentración vs absorbancia.
- Repetir el proceso por triplicado y realizar analizar un análisis de varianza de las respuestas de absorbancia por triplicado.
- Calcular el P para verificar si existe una variación significativa de los datos.

**Tabla 11**

*Tabla de concentraciones para la construcción de la curva de calibración*

<b>Concentración de ácido láctico [g/L]</b>	<b>Gramos de ácido láctico [88 g/L]</b>
<b>0,00</b>	0,0000
<b>1,25</b>	0,4452
<b>2,50</b>	0,8527
<b>3,75</b>	1,2754
<b>5,00</b>	1,7075

#### **3.8.4. Cuantificación de ácido láctico.**

A continuación se detalla el proceso de cuantificación de ácido láctico en el espectrofotómetro UV-VIS.

- Encerar el equipo con agua destilada.

- Medir y verificar que la absorbancia de la solución de ácido láctico 88g/L en el rango de 300 a 500 nm sea nula.
- Medir la absorbancia de la solución de  $FeCl_3 * 6H_2O$  al 0.2% en el rango antes mencionado y comprobar la absorbancia de la solución.
- Volver a encerar el equipo con la solución de  $FeCl_3 * 6H_2O$  al 0.2% sin reaccionar para eliminar la absorbancia del reactivo colorimétrico y evitar interferencias.
- Diluir 1 ml de la solución madre en un balón de 10ml, tomar una alícuota de 50  $\mu$ l esa solución, colocarla en un tubo de ensayo y añadir 2ml de solución de  $FeCl_3 * 6H_2O$  al 0.2%; agitarlo en un vortex a 1200 rpm para la homogenización de la solución y medir la absorbancia inmediatamente en el espectrofotómetro en el rango de 300 a 500nm, observar la longitud de onda a la que presente el pico de mayor absorbancia y tomarlo como referencia para la de los analitos.
- Debido a que la absorbancia de las 15 corridas del diseño experimental es mayor a uno, es necesario diluir 1ml de todos los experimentos en un balón de 10ml y medir la absorbancia, esto evitara errores en la medición.

## CAPÍTULO IV

### 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1. Recolección de Materia prima.

El cantón Pangua es uno de los mayores productores de etanol a nivel artesanal en la provincia de Cotopaxi. Por esta razón ha sido tomado en cuenta como una zona potencial de obtención de la materia prima. El bagazo ocupado, es un residuo fibroso que se obtiene después de que la caña es molida en los trapiches que extraen el jugo, no posee ningún valor agregado y por lo tanto su valor es nulo.



*Figura 26.* Sembrío de caña de azúcar - Pangua

En la figura 26 es posible observar una parte del sembrío de la caña de azúcar en el cantón Pangua; el clima trópico y el suelo rico en nutrientes, hacen de este cantón apto para la cosecha y sembrío de la misma. Se verifican extensas áreas de cultivo de caña en este cantón, y por este motivo un alto porcentaje de la gente que habita en estos territorios se dedica a la producción de

etanol y elaboración de panela. La temperatura en este trópico del Ecuador oscila entre  $\pm 20^{\circ}\text{C}$  y es un parámetro importante para el tiempo de cosecha de la caña.

#### 4.2. Identificación del Espécimen.

De acuerdo a las características que presenta este tipo de caña, es posible clasificarla como perteneciente al espécimen *Saccharum Violaceum*, también conocida como “la caña violeta” por la coloración de sus tallos y el verde intenso que presentan sus hojas. (Elizalde, 2015)



*Figura 27.* Caña *Saccharum Violaceum*- Pangua-Ecuador

La población en la parroquia “El Corazón” se refiere a este tipo de caña tradicionalmente como “*cunchivina*” y almacenan el BCA para la combustión de hornos, o en algunos casos como alimentación para el ganado. Además, este espécimen es muy común en las provincias del Guayas y Cotopaxi, en Ecuador.





*Figura 28.* Almacenamiento de BCA

#### **4.4. Pre - acondicionamiento del BCA**

El porcentaje de sólidos solubles e insolubles presentes en el bagazo fue mínimo, sin embargo para que no existan interferencias en los tratamientos, es necesario un lavado minucioso con abundante agua. Por este motivo, el bagazo se mantuvo en remojo en agua alrededor de 15 minutos, esto se realizó con el fin de que los sólidos insolubles precipiten y posteriormente se procedió a escurrir la mayor cantidad de agua que haya absorbido el material fibroso de bagazo antes de ser secado.



*Figura 29.* BCA post-lavado

El secado de bagazo de caña se realizó en un horno por convección a 55°C durante 16 horas, posteriormente fue cortado en pequeños pedazos antes de su trituración para facilitar la operación. El tamaño de partícula fue fundamental para la interacción y efectividad en cada tratamiento.



*Figura 30.* BCA antes y después de la molienda y tamizado.

#### **4.5. Extracción de celulosa a partir de bagazo de caña de azúcar**

Las tablas 12, 13 y 14 indican la masa inicial y la masa final, antes y después de la extracción de soxhlet, tratamiento químico y tratamiento básico en cada una de las siete replicas que se realizaron para la obtención de celulosa. La figura 31 ilustra el BCA posterior a cada tratamiento.



*Figura 31.* BCA post: extracción de soxhlet, tratamiento químico y tratamiento básico.

Mediante la lixiviación que se llevó a cabo en cada tratamiento, fue posible el cálculo de la masa y porcentaje estimado de lo que se presume fue solubilizado, en este caso sería: pectinas,

hemicelulosa, lignina y como resultado final, la celulosa presente en los sólidos de la caña *Saccharum Violaceum*. Estos resultados se muestran en las tablas 12, 13 y 14.

**Tabla 12**

*Masa de BCA antes y después la extracción de soxhlet.*

	<b>Masa inicial de BCA Antes - Extracción Soxhlet (g)</b>	<b>Masa después - Extracción Soxhlet (g)</b>	<b>Masa de sólidos Solubilizados (g)</b>	<b>Rendimiento %</b>
<b>1</b>	39,03	33,75	5,28	13,53
<b>2</b>	39,08	33,96	5,12	13,10
<b>3</b>	39,01	33,55	5,46	14,00
<b>4</b>	39,01	33,86	5,15	13,20
<b>5</b>	39,02	33,65	5,37	13,76
<b>6</b>	39,11	33,88	5,23	13,37
<b>7</b>	39,18	33,85	5,33	13,60

**Tabla 13**

*Masa de BCA antes y después del tratamiento químico*

<b>#</b>	<b>Masa antes - Tratamiento químico (g)</b>	<b>Masa después - Tratamiento químico (g)</b>	<b>Masa de sólidos Solubilizados (g)</b>	<b>Rendimiento%</b>
<b>1</b>	33,75	20,15	13,60	34,84
<b>2</b>	33,96	20,13	13,83	35,43
<b>3</b>	33,55	19,85	13,70	35,10
<b>4</b>	33,86	19,78	14,08	36,07
<b>5</b>	33,65	19,98	13,67	35,02
<b>6</b>	33,88	19,68	14,20	36,38

CONTINÚA



7	33,85	20,35	13,50	34,59
---	-------	-------	-------	-------

**Tabla 14**

*Masa de BCA antes y después del tratamiento básico.*

#	Masa antes - Tratamiento básico (g)	Masa después - Tratamiento básico (g)	Masa de sólidos Solubilizados (g)	Rendimiento%
1	20,15	13,75	6,40	16,40
2	20,13	13,16	6,97	17,84
3	19,85	13,28	6,57	16,84
4	19,78	13,25	6,53	16,74
5	19,98	13,56	6,42	16,45
6	19,68	13,55	6,13	15,67
7	20,35	14,15	6,20	15,82

Estos resultados pueden ser garantizados mediante el estadístico “t”, de esta manera es posible comprobar si existe una diferencia significativa en cada proceso para la obtención de celulosa a partir de las siete réplicas propuestas en cada tratamiento.

A continuación, se realiza un análisis de resultados usando los siguientes datos:

- $t = 2.447$
- $n = 7$

En la tabla 15 se calcula la media y la varianza en el intervalo de confianza al 95% de la diferencia de masas (masa inicial de BCA y masa final después de la extracción Soxhlet) correspondiente a lo que se estima que es la masa total de pectinas presentes en el bagazo de caña. De acuerdo al estadístico “t” el promedio 5,28 correspondiente a la masa total de pectinas presentes

en el BCA es un valor asertivo debido que forma parte del intervalo de confianza del 95%. Es decir se puede afirmar que el pcentage de pectinas en el BCA es 13.51%.

**Tabla 15**

*Análisis de dispersión de datos para el contenido de pectinas*

<b>Media (<math>\bar{x}</math>)</b>	<b>5,28</b>
<b>Desv. Estándar (s)</b>	<b>0,12</b>
<b>Intervalo de Confianza 95%</b>	
<b>(<math>\mu</math>)</b>	
<b>Superior</b>	<b>5,39</b>
<b>Inferior</b>	<b>5,17</b>

En la tabla 16 se calcula la media, varianza y el intervalo de confianza al 95% de la diferencia de masas (masa inicial posterior a la extracción de soxhlet y masa final después del tratamiento químico) correspondiente a la masa total de lo que se estima es hemicelulosa presente en el bagazo de caña. De acuerdo al estadístico “t” el promedio 13.80 correspondiente a la masa total de hemicelulosa presente en el BCA, este es un valor verdadero debido que forma parte del intervalo de confianza del 95%. Es decir se puede afirmar que el rendimiento de hemicelulosa en el BCA es 35.32%.

**Tabla 16**

*Análisis de dispersión de datos para el contenido de hemicelulosa.*

<b>Media (<math>\bar{x}</math>)</b>	<b>13,80</b>
<b>Desv. Estándar (s)</b>	<b>0,26</b>
<b>Intervalo de Confianza 95% (<math>\mu</math>)</b>	
<b>Superior</b>	<b>14,03</b>
<b>Inferior</b>	<b>13,56</b>

CONTINÚA



Por último, el proceso se repite también para la determinación del rendimiento de lignina y se indica en la tabla 17, donde se calcula la media y la varianza en el intervalo de confianza al 95% de la diferencia de masas (masa inicial posterior al tratamiento químico y masa final después del tratamiento básico) que corresponde a la masa total de lo que se estima es lignina presente en el bagazo de caña. De acuerdo al estadístico “t” el promedio 6.46 correspondiente a la masa total de lignina presente en el BCA es un valor real debido a que forma parte del intervalo de confianza del 95%. Es decir se puede afirmar que el rendimiento de lignina en el BCA es 16.53%.

**Tabla 17**

*Análisis de dispersión de datos para el contenido de lignina*

<b>Media (<math>\bar{x}</math>)</b>	6,46
<b>Desv. Estándar (s)</b>	0,28
<b>Intervalo de Confianza 95%</b>	
<b>(<math>\mu</math>)</b>	
<b>Superior</b>	6,72
<b>Inferior</b>	6,20

De acuerdo a los datos antes analizados para cada tratamiento de lixiviación, se considera que el bagazo de caña del espécimen *Saccharum Violaceum* tiene la siguiente composición lignocelulósica:

**Tabla 18**

*Composición porcentual W/W de BCA*

### Composición % W/W en base seca de muestras de BSC

Residuos post extracción	$W_0$	(g)	%	
Pectinas		5,28	13,52	
Hemicelulosa	25.48	13,8	35,33	65,23
Lignina		6,40	16,39	
Celulosa	13.58	13,58	34,77	
<b>Total</b>		<b>39,06</b>	<b>100,00</b>	

Como se puede ver en la tabla 18, el mayor porcentaje de la subutilización de sólidos del BCA corresponde al tratamiento ácido, seguido por la extracción soxhlet y por último tratamiento básico. Estos resultados son muy similares a los reportados por Sasaki, Adschiri, & Arai y se comparan en la siguiente tabla.

**Tabla 19**

*Comparación de rendimiento de material lignocelulósico de BCA con la literatura reportada.*

Comparación de Resultados		
BCA	<u>Saccharum</u> <u>Violaceum</u> %	Sasaki (2003) %
Pectinas	13,52	13,10
Hemicelulosa	35,33	35,80
Lignina	16,39	16,10
Celulosa	34,77	35,00

En la comparación de los resultados obtenidos con los reportados en la literatura, es evidente que los resultados no superan el 1% de diferencia; por tal razón y mediante el análisis estadístico, se establece que la caña espécimen Saccharum Violaceum, proveniente del cantón Pangua contiene 34.77 % de celulosa, y se considera un valor eficiente para la producción de ácido láctico a partir

de la misma, esto se asume, debido que la masa máxima de celulosa ocupada para la reacción de conversión a ácido láctico es 1.32g, que corresponde aproximadamente al 3% en 39g de BCA; sin embargo estos resultados serán analizados a detalle más adelante en el rendimiento de la reacción de ácido láctico.

#### **4.6. Caracterización de celulosa obtenida por análisis de espectroscopia vibracional FT-IR.**

La espectroscopia FT-IR es una herramienta de análisis de mucha utilidad para la investigación de la celulosa, ya que presenta un método fácil para obtener información sobre los cambios físicos que se producen durante los tratamientos de lixiviación. De acuerdo en la variabilidad de pesos después de cada tratamiento; es evidente que alguno de los componentes del material lignocelulósico del BCA fue subilizado. Por lo tanto, para conocer más acerca de la naturaleza del sólido obtenido, se realizó un escaneo IR posterior a cada tratamiento para determinar con exactitud que material (hemicelulosa, lignina o pectinas) del BCA fue degradado.

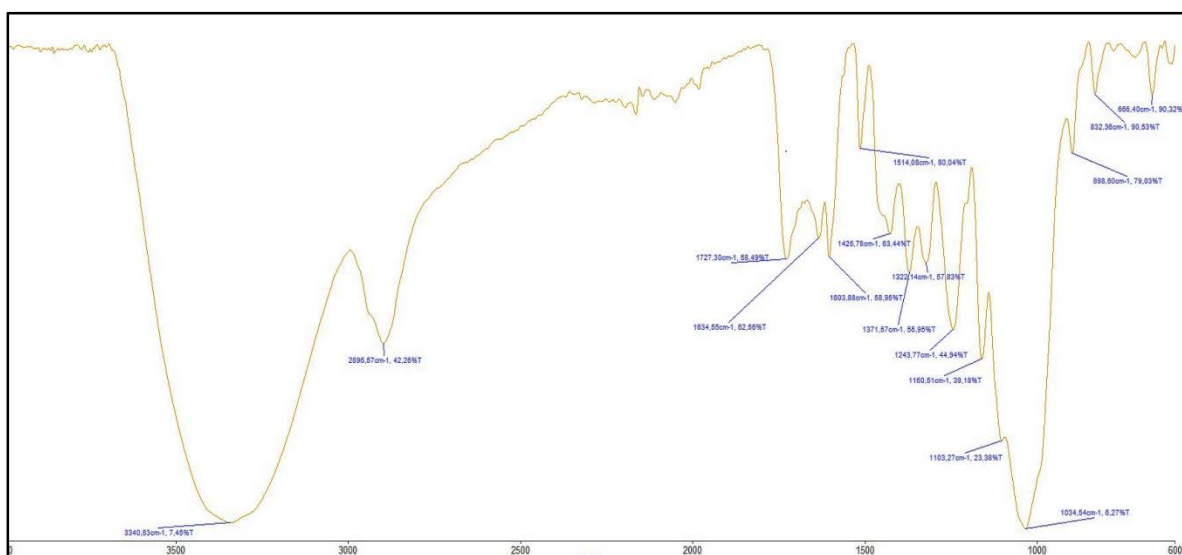
En la figura 32 se muestra un espectro IR del BCA previo a la extracción de soxhlet en el rango vibracional de 4000 a 600  $cm^{-1}$ . Debido a la compleja estructura molecular y las interacciones inter e intramoleculares de los polisacáridos los espectros IR no se encuentran bien definidos y por lo general son difusos. Sin embargo, se encuentra bandas típicas características de la hemicelulosa, celulosa, lignina y pectinas presentes en el BCA.

En la tabla 20 se asignan las bandas características que aparecen en el espectro IR del BCA. A la longitud de onda de 3340  $cm^{-1}$  se asigna el estiramiento  $O - H$ , correspondiente al grupo alcohólico de los polisacáridos y al grupo fenólico presente en la lignina. También aparece el estiramiento simétrico  $C - H$  presente en todos los componentes lignocelulósicos a 2896  $cm^{-1}$ , y



a  $1727\text{ cm}^{-1}$  aparece la vibración de  $C = O$  correspondiente a la hemicelulosa en los ácidos carboxílicos y a los grupos cetónicos y sus derivados en la lignina. Con una intensidad débil a  $1634\text{ cm}^{-1}$  aparece la vibración del agua absorbida por el BCA. (Bermello, Díaz, Martínez, & Leal, 2008)

Los grupos  $CH_2$  aparecen a la longitud de onda de  $1426\text{ cm}^{-1}$  que corresponden a las vibraciones de la celulosa. Se aprecia la aparición de los anillos aromáticos presentes en la lignina en los picos de  $1750$  a  $1400\text{ cm}^{-1}$ . A  $1322\text{ cm}^{-1}$  aparece con una intensidad media la vibración del enlace  $CH_3$ . La vibración asimétrica de los enlaces  $C - H - C$  corresponde al estiramiento del anillo de la glucosa y aparece en la zona  $1055\text{ cm}^{-1}$  con una intensidad muy fuerte. Por último, los enlaces  $\beta$ -glucosídicos aparecen a partir de  $896\text{ cm}^{-1}$ . (Joelmy, Yegres, & Vargas, 2017)



**Figura 32.** Espectro IR del BCA

## Tabla 20

*Asignación de bandas características del BCA antes de los tratamientos de lixiviación.*

#	Longitud de onda $cm^{-1}$	Intensidad	Estiramiento
1	3340	Muy Fuerte	$O - H$
2	2896	Fuerte	$C - H$
3	1727	Media	$C = O$
4	1634	Débil	$H_2O$
5	1603	Medio	Esquelético aromático
6	1514	Débil	Anillos aromáticos
7	1426	Media	$CH_2$
8	1322	Media	$CH_3$
9	1034	Muy Fuerte	$C - O - C$
10	896	Media	$\beta$ -glucosídicos

La figura 33 ilustra el espectro posterior a la extracción de soxhlet del BCA; como se puede evidenciar y comparar, es similar al espectro del BCA sin tratar; sin embargo hay que tomar en cuenta la anulación de picos muy débiles en el intervalo de  $2381$  a  $1979\text{ cm}^{-1}$ , estos picos representan a los alcanos, conocidos como n-parafinas presentes en la grasa del BCA y que fueron solubilizados mediante la extracción soxhlet por los solventes polares y no polares que fueron utilizados.

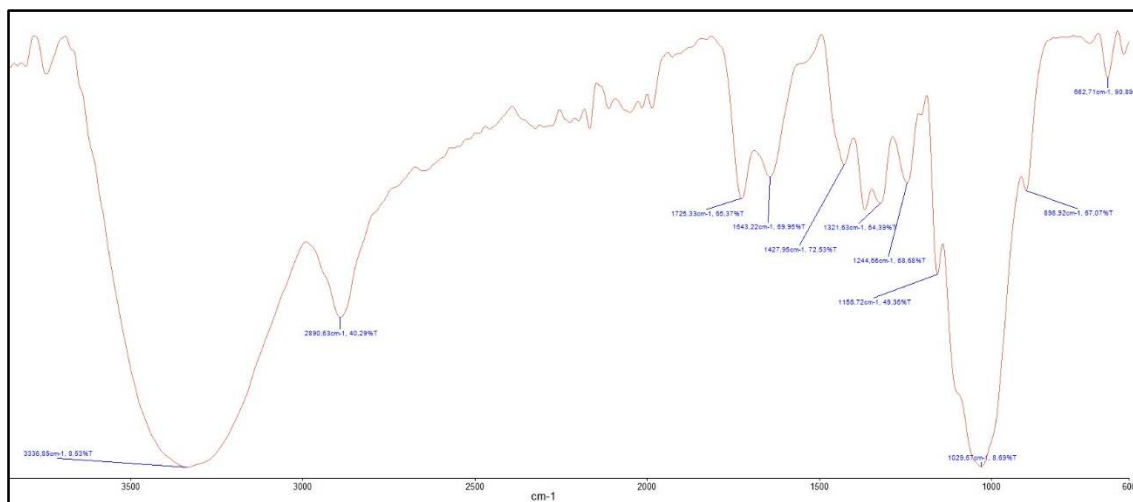
La intensidad de estos picos en el espectro IR del BCA es mínima debido a que el porcentaje de grasa presente en el bagazo es pequeña comparada con los porcentajes de celulosa y hemicelulosa. También se puede observar un ligero decrecimiento en la intensidad de  $1728\text{ cm}^{-1}$  relacionada con las cetonas no conjugada en la hemicelulosa (Arroyo, Carrasco, & Bueno, 2008).



**Figura 33.** Espectro IR post - extracción de soxhlet.

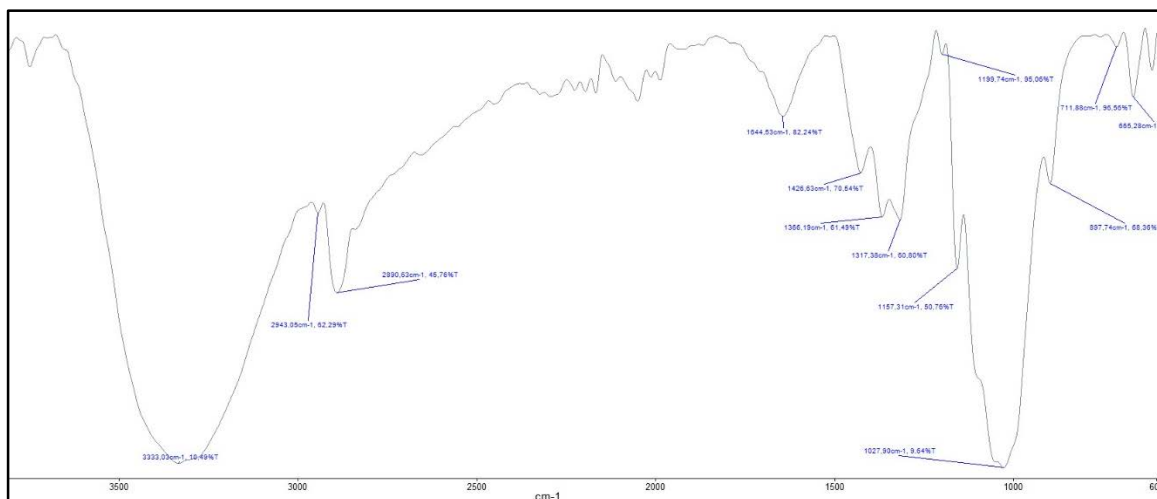
El espectro de la figura 34 indica con mayor intensidad los picos existentes en la lignina y celulosa, estos corresponden a las vibraciones a la longitud de onda de  $1750$  y  $1400 \text{ cm}^{-1}$  que representan los grupos funcionales característicos de la lignina correspondiente a los anillos aromáticos que posee. Tales resultados son esperados debido a que las condiciones de reacción en el tratamiento ácido llevaron a la remoción extensiva de la hemicelulosa del bagazo. Esto se debe a que la xilosa como componente mayoritario de la hemicelulosa puede ser hidrolizado fácilmente por ácidos diluidos a altas temperaturas. Por otra parte, se sabe que la celulosa es mucho más difícil de hidrolizar mediante ácidos diluidos y se requiere de altas presiones y temperaturas para su despolimerización, por tal motivo se espera que la celulosa esté tan solo parcialmente hidrolizada en comparación con la hemicelulosa.

A su vez, a temperaturas que superan su punto de transición de fase, la lignina puede volverse fluida, unirse y moverse a lo largo de la matriz de la pared celular; incluso puede salir de la biomasa a la fase líquida durante el pretratamiento, pero se reconstituye al enfriar. (Larissa et al., 2011)



**Figura 34.** Espectro IR de BCA post – tratamiento ácido

El tratamiento básico aplicado con Na(OH) promueve la degradación de la lignina y facilita su disolución. El espectro IR posterior al tratamiento básico se ilustra en la figura 35, y como es evidente después de este tratamiento la mayoría de los picos en el rango de 1750 a 1400  $cm^{-1}$  característicos de la lignina, desaparecieron. Al momento de analizar el espectro final obtenido después de los tratamientos físicos químicos, se encuentran picos muy marcados en el rango de 4000 a 600  $cm^{-1}$  que se detallan a continuación:



**Figura 35.** Espectro IR de BCA post – tratamiento básico.

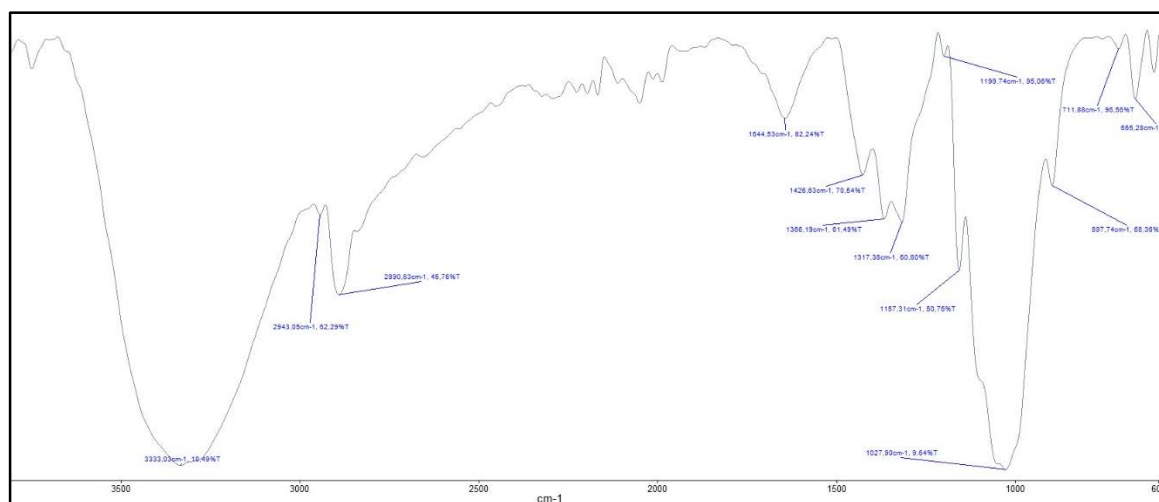
En la tabla 21 se enlistan los picos más relevantes presentes en el espectro de la figura 35, el mismo que presenta todas las bandas características correspondientes a la celulosa. La longitud de onda de  $3334\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la vibración del estiramiento del grupo  $O - H$ , a  $2899\text{ cm}^{-1}$  pertenece a la vibración del grupo  $C - H$ . La banda a  $1641\text{ cm}^{-1}$  es atribuida a la flexión de la molécula de agua absorbida por el BCA. El pico correspondiente a  $1428\text{ cm}^{-1}$  es asignado a la flexión de la molécula de  $CH_2$ , en  $1368\text{ cm}^{-1}$  se observa la deformación asimétrica del grupo  $C - H$ . A  $1316\text{ cm}^{-1}$  surge la vibración esquelética del enlace  $C - C$  y el pico a  $1201\text{ cm}^{-1}$  es representativo de la celulosa de flexión  $O - H$ . La vibración asimétrica de los enlaces  $C - O - C$  aparece en la zona de  $1029\text{ cm}^{-1}$ , que corresponde al estiramiento del anillo de la glucosa y aparece muy marcado en el espectro IR. Por último, los enlaces  $\beta$ -glucosídicos de la celulosa aparecen a partir de  $896\text{ cm}^{-1}$  (Sun et al., 2004).

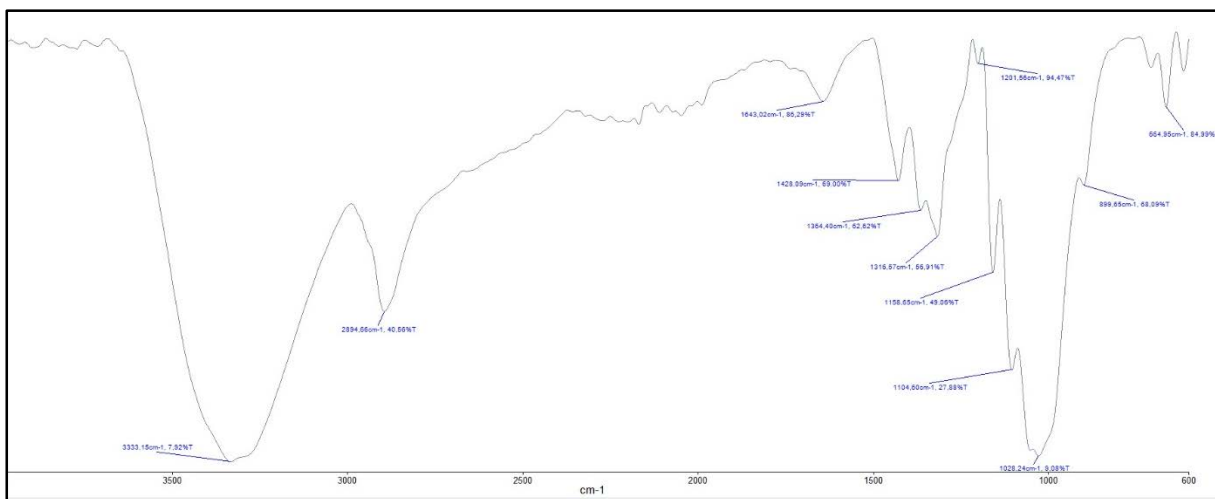
**Tabla 21**

Asignación de bandas características del BCA.

#	Longitud de onda cm-1	Intensidad	Estiramiento
1	3334	Muy Fuerte	O – H
2	2899	Fuerte	C – H
3	1641	Débil	H <sub>2</sub> O
4	1428	Media	CH <sub>2</sub>
5	1368	Media	C – H.
6	1316	Media	C – C
7	1201	Débil	O – H
8	1029	Muy Fuerte	C – O – C
9	896	Media	β-glucosídicos

A continuación se presenta una comparación de los espectros IR de la celulosa obtenida por la extracción fisicoquímica y la celulosa micro-cristalina de 50nm (99.9%) de Sigma Aldrich.

**Figura 36.** Espectro IR de Celulosa obtenida mediante tratamiento físico-químico.



**Figura 37.** Espectro IR de Celulosa microcristalina 99% - Sigma Aldrich

El espectro de celulosa comercial de marca Sigma – Aldrich sirve como referencia frente al espectro de celulosa obtenido por el tratamiento físico-químico. Como se observan en la figuras 36 y 37, los dos espectros son muy similares y en la tabla 22 se comparan los picos más relevantes de dichos espectros.

**Tabla 22**

*Comparación de los espectros IR de celulosa obtenida con celulosa Sigma-Aldrich*

#	Longitud de onda cm-1		Intensidad
	Celulosa 1	Celulosa Sigma - Aldrich	
1	3334	3335	Muy Fuerte
2	2899	2894	Fuerte
3	1641	1644	Débil
4	1428	1427	Media
5	1368	1366	Media
6	1316	1315	Media
7	1201	1202	Débil

CONTINÚA



8	1158	1105	Fuerte
9	1053	1054	Muy Fuerte
10	1029	1029	Muy Fuerte
11	896	898	Media
12	665	706	Débil

Como se puede verificar en la tabla 22, la diferencia que existe entre los picos de la celulosa obtenida por tratamiento físico-químico con la celulosa microcristalina de Sigma-Aldrich es mínimo y no se considera relevante. En los dos espectros aparecen las bandas típicas características asociadas a las vibraciones de  $O-H$ ,  $C-H$ ,  $H_2O$ ,  $CH_2$ ,  $C-H$ ,  $C-O-C$  y los enlaces  $\beta$ -glucosídicos que son característicos de la celulosa. Por lo tanto el método acido-básico para la degradación de hemicelulosa y lignina se considera eficiente.

#### 4.7. Mecanismo de reacción catalítico de celulosa a ácido láctico.

La reacción de celulosa a ácido láctico está marcada por dos transiciones importantes: la despolimerización de celulosa en oligómeros solubles y la formación de ácido láctico a partir de la coordinación de iones metálicos.

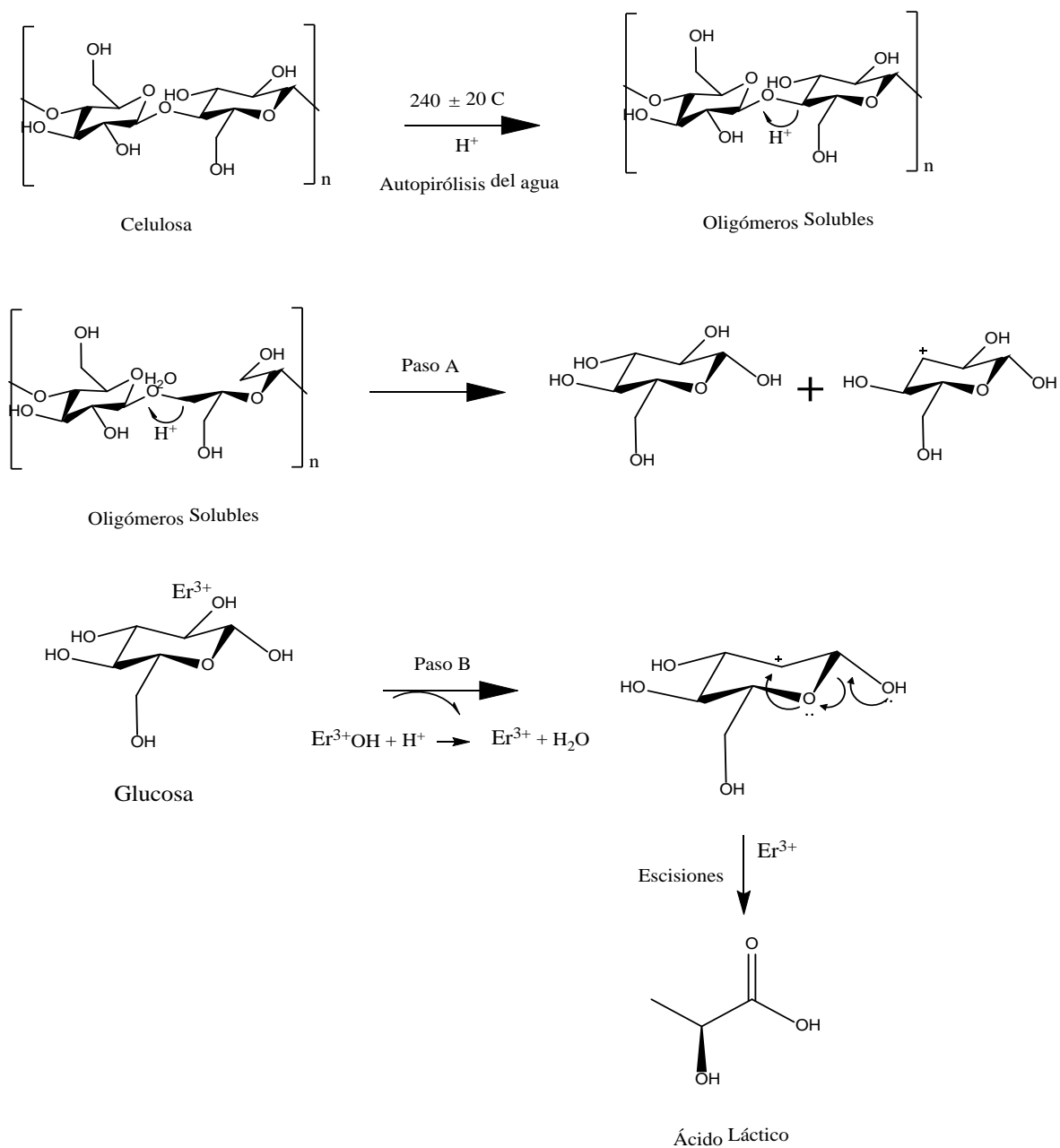
El agua a condiciones subcríticas tiene mayor tendencia a ionizarse que el agua a condiciones ambientales, por lo que en el paso A el agua se convierte en un ácido de Brønsted y actúa como un catalizador eficaz. Esto se explica debido a que los sitios ácidos de Brønsted pueden catalizar la hidrólisis de la celulosa en glucosa.

Por otro lado, los iones de Erblio desempeñan un papel importante en la conversión de celulosa a ácido láctico, debido a que los iones de Erblio pueden coordinarse con los grupos hidroxilo en los anillos de celulosa y como resultado da una división más fácil de los enlaces éter protonado entre



las unidades de glucósido. Es decir, en el paso B los iones de Erblio actúan como ácidos de Lewis, que interactúan con el hidroxilo C<sub>3</sub> en la unidad de glucosa oligomérica, lo que conduce a la deshidroxilación.

Evidentemente existe un efecto cooperativo en la transformación de celulosa a ácido láctico. La hidrólisis del agua actúa como la fuerza impulsora para la despolimerización de celulosa en oligómeros solubles y los iones metálicos actúan como catalizadores eficientes en la transformación de productos intermedios y finales estables como ácido láctico.



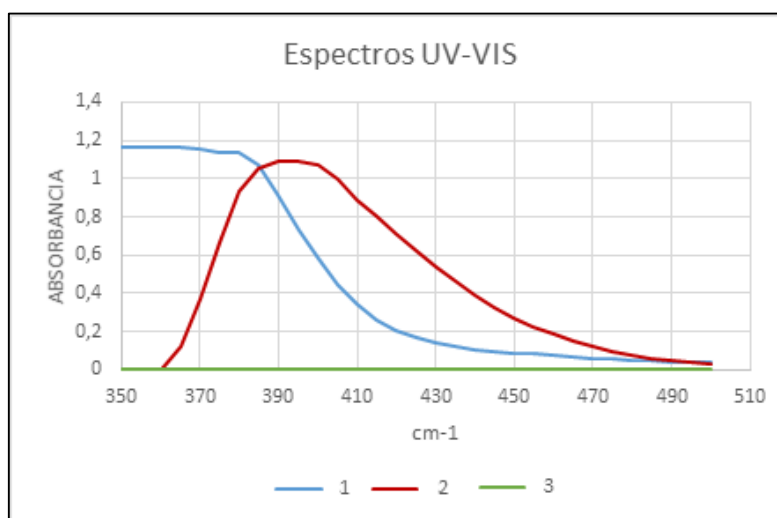
**Figura 38.** Mecanismo de reacción propuesto para la producción de ácido láctico a partir de celulosa

Fuente: (Arvela et al., 2013)

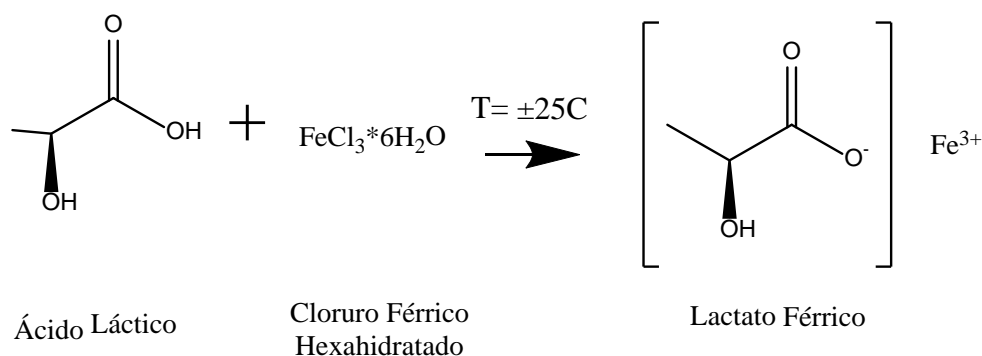
#### 4.8. Cuantificación de ácido láctico mediante espectrofotometría UV-VIS.

La figura 39 exhibe tres espectros: (1) reactivo colorímetro  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (2) reacción de ácido láctico con cloruro férrico hexahidratado, (3) ácido láctico [88g/L], todos los espectros se midieron en el rango de 300 a 500 nm.

Evidentemente la absorbancia del ácido láctico es nula debido a que no presenta ningún color en la muestra analizada; mientras que el espectro de la solución de cloruro férrico presenta elevadas absorbancias en el rango de 300 a 425nm, por ese motivo, para eliminar interferencias, la absorbancia de los analitos y las soluciones de ácido láctico con concentración conocida para la curva de calibración se midieron con la solución de cloruro férrico 0.2% como referencia (cero). Con respecto a la reacción de ácido láctico con cloruro férrico, la solución presentó un color amarillo verdoso y el mayor pico de absorbancia se presentó 390 nm. La reacción de ácido láctico con cloruro férrico se ilustra en la figura 39.



**Figura 39.** Espectros UV-VIS: (1) reactivo colorímetro  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , (2) reacción de ácido láctico con cloruro férrico hexahidratado, (3) ácido láctico (88g/L).



**Figura 40.** Reacción de ácido láctico con cloruro férrico

Fuente: (Borshchevskaya, Gordeeva, Kalinina, & Sineokii, 2016)

- **Construcción de la curva de calibración**

Para la construcción de la curva de calibración, se prepararon por triplicado las soluciones de la tabla 23 y se midió la absorbancia a 390 nm.

**Tabla 23**

*Absorbancia de soluciones de 0 - 5 [g/L] de A.L.*

Concentración [g/L]	RÉPLICAS		
	1	2	3
0,00	0,00	0,00	0,00
1,25	0,246	0,214	0,241
2,50	0,454	0,447	0,482
3,75	0,665	0,696	0,710
5,00	0,915	0,868	0,913

A continuación se detalla el análisis de varianza de los datos de absorbancia de las soluciones de 0 – 5 [g/L] de ácido láctico medidos por triplicado en el espectrofotómetro UV-Vis.

**Tabla 24***Análisis de varianza de resultados para la curva de calibración*

[g/L]	Réplicas	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación %	Mínimo	Máximo
0,00	3	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
1,25	3	0,234	0,017	0,074	0,214	0,246
2,50	3	0,450	0,004	0,008	0,447	0,454
3,75	3	0,690	0,023	0,033	0,665	0,710
5,00	3	0,899	0,027	0,030	0,868	0,915

**Tabla 25***Análisis de error de resultados*

Concentración [g/L]	Casos	Media	Error Est.	Límite Inferior	Límite Superior
0,00	3	0,000	0,010	-0,016	0,016
1,25	3	0,234	0,010	0,218	0,250
2,50	3	0,450	0,010	0,434	0,466
3,75	3	0,690	0,010	0,674	0,706
5,00	3	0,899	0,010	0,883	0,915

**Tabla 26***Calculo de valor P*

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Valor-P
Entre grupos	1,52479	4	0,381197	0,014785
Intra grupos	0,00309467	10	0,000309467	

CONTINÚA



<b>Total (Corr.)</b>	1,52788	14
----------------------	---------	----

En el análisis de las tablas 24, 25 y 26 se detalla el análisis de varianza de los datos de absorbancia obtenidos a partir de las soluciones de 0 – 5 [g/L] de ácido láctico, como se puede observar la desviación estándar es muy cercana a cero, lo que hace referencia a que los datos se encuentran próximos al promedio y el error estadístico es del 1% y no se considera significativo. Debido a que el valor p es  $>0.05$  se considera que los datos de la media estadística pueden ser considerados reales a un nivel de confianza del 95%.

Con lo antes mencionado, la curva de calibración para la cuantificación de ácido láctico se construye con los siguientes datos:

**Tabla 27**

*Datos X/Y para la construcción de la curva de calibración de A.L.*

<b>Concentración [g/L]</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>0,000</b>	0,000
<b>1,250</b>	0,234
<b>2,500</b>	0,450
<b>3,750</b>	0,690
<b>5,000</b>	0,899

La ecuación de la curva de calibración para la cuantificación de ácido láctico esta descrita por la ecuación 6:

$$y = 0.1803x + 0.0037$$

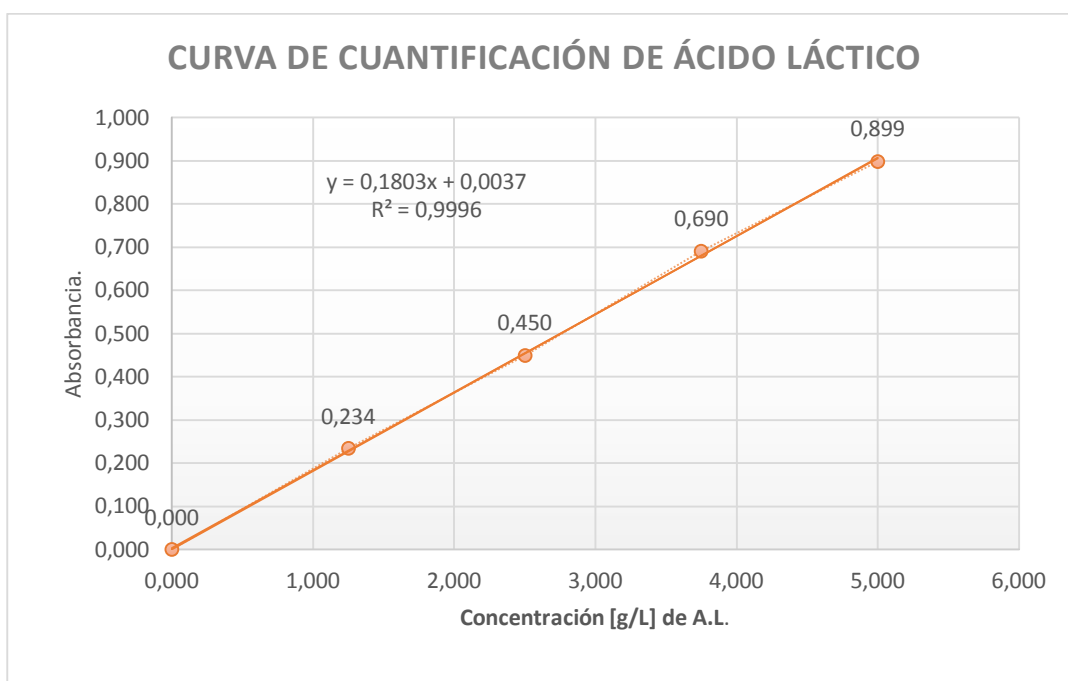
**Ecuación 6.** Cuantificación de ácido láctico.

Donde:

$y$  = absorbancia medida en el espectro UV-VIS

$x$  = concentración de ácido láctico [g/L]

$R = 0.9998$  coeficiente de correlación lineal.



**Figura 41.** Curva de cuantificación de ácido láctico

La curva de la ecuación 6 indica una pendiente positiva, lo cual es lógico debido a que la absorbancia incrementa de forma directamente proporcional con la concentración de iones lactato en la solución. Además, esta ecuación presenta un coeficiente de correlación lineal ( $R$ ) igual a 0.9998 lo que representa la dependencia total entre la concentración de ácido láctico y la absorbancia medida en el espectrofotómetro UV – Vis.

**Tabla 28***Rendimiento de Ácido Láctico producido a partir celulosa de BCA*

#	Absorbancia	[g/L] de Ácido Láctico	Rendimiento %
1	0,406	22,31	67,615
2	0,615	33,90	51,371
3	0,392	21,54	32,631
4	0,453	24,92	49,839
5	0,454	24,98	49,950
6	0,449	24,70	49,395
7	0,245	13,38	26,767
8	0,395	21,70	43,405
9	0,202	11,00	33,328
10	0,278	15,21	23,051
11	0,260	14,22	28,430
12	0,505	27,80	84,254
13	0,699	38,56	77,127
14	0,313	17,15	51,984
15	0,526	28,97	43,891

Los resultados del rendimiento de ácido láctico producido por celulosa obtenida a partir de BCA se indican en la tabla 28, estos resultados son muy satisfactorios comparados con el rendimiento de ácido láctico producido por la vía de fermentación (Kong et al., 2008). Debido a que el rendimiento depende de la cantidad inicial de celulosa ocupada en cada reacción, el rendimiento más alto de ácido láctico se obtuvo a 240 °C, 0.5 g de catalizador y 0.66 g de celulosa, siendo este



84,25%. Estos resultados en comparación con los reportados por Wang son superiores esto se debe a que se utilizó mayor cantidad de masa de catalizador comparado con el trabajo reportado en la literatura. Otra de las razones se debe a que el catalizador utilizado fue homogéneo en la solución acuosa. El alto rendimiento también se explica debido a que a temperaturas altas el  $pK_w$  del agua es bajo y actúa en la auto hidrólisis del agua catalizando la celulosa a oligómeros solubles (Arvela et al., 2013).

#### **4.9. Optimización de las variables independientes de reacción.**

El diseño experimental tipo Box - Behnken comprende tres variables independientes: temperatura de reacción, masa de catalizador y masa de celulosa. El diseño experimental se basa en tres niveles: alto, medio y bajo; y se realizó en un bloque completamente aleatorizado con 15 corridas en los tres niveles, de las cuales tres repeticiones se realizaron en el punto central para asignar un valor correspondiente al error experimental en el análisis; por lo que no se requiere de repeticiones en las corridas experimentales.

- **Análisis de Varianza**

El software estadístico Statgraphics es utilizado para evaluar las variables independientes: temperatura de reacción, masa de catalizador y masa de celulosa después de haber determinado el rendimiento de ácido láctico producido a partir de celulosa obtenida de BCA mediante el empleo de un catalizador homogéneo.

#### **Tabla 29**

## ANOVA del rendimiento de A.L. del modelo estadístico Box – Behnken

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
<b>A:TEMPERATURA</b>	2600,23	1	2600,23	460,63	<b>0,0000</b>
<b>B:CATALIZADOR</b>	486,567	1	486,567	86,19	<b>0,0002</b>
<b>C:CELULOSA</b>	926,41	1	926,41	164,11	<b>0,0001</b>
<b>AA</b>	43,0098	1	43,0098	7,62	<b>0,0398</b>
<b>AB</b>	260,046	1	260,046	46,07	<b>0,0011</b>
<b>AC</b>	129,923	1	129,923	23,02	<b>0,0049</b>
<b>BB</b>	17,0185	1	17,0185	3,01	0,1430
<b>BC</b>	4,49782	1	4,49782	0,8	0,4130
<b>CC</b>	6,81481	1	6,81481	1,21	0,3219
<b>Error total</b>	28,2248	5	5,64496		
<b>Total (corr.)</b>	4526,37	14			

**R-cuadrada = 99,3764 por ciento**

**R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 98,254 por ciento**

**Error estándar del est. = 2,37591**

**Error absoluto medio = 1,14803**

**Estadístico Durbin-Watson = 1,74204 (P=0,1217)**

**Autocorrelación residual de Lag 1 = 0,0877679**

La tabla ANOVA (tabla 29) proporciona la variabilidad del rendimiento de ácido láctico en fracciones separadas para cada uno de los efectos de las variables independientes. En este caso, los efectos A, B, C, AA, AB y AC tienen un valor-P menor que 0,05, indicando que todos sus efectos e interacciones son significativas a un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 99,3764% de la variabilidad en el rendimiento de ácido láctico. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más

adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 98,254%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 2,37591. El error medio absoluto (MAE) de 1,14803 es el valor promedio de los residuos.

$$\begin{aligned} \mathbf{REND.} = & -491.323 + 4.30164 * A - 392.704 * B + 142.219 * C - 0.0085247 * A^2 \\ & + 2.44277 * A * B - 0.863315 * A * C - 78.9469 * B^2 - 19.4659 * B * C \\ & + 12.4894 * C^2 \end{aligned}$$

**Ecuación 7.** Modelo cuadrático para la producción de ácido láctico a partir celulosa de BCA

La ecuación 7 representa el valor de regresión ajustado a los datos.

Donde:

A = Temperatura

B = Masa de catalizador

C = Masa de celulosa

Los valores de las variables de la ecuación 6 están especificados en sus unidades originales.

La tabla 30 contiene información acerca de los valores del rendimiento de ácido láctico generados usando el modelo ajustado. La tabla incluye:

1. Los valores observados de rendimiento de ácido láctico.
2. El valor predicho de rendimiento de ácido láctico usando el modelo ajustado
3. Intervalos de confianza del 95,0% para la respuesta media

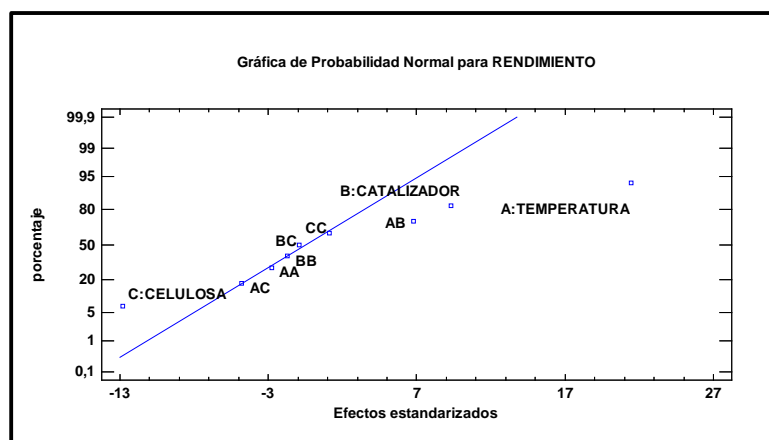
**Tabla 30.**

*Resultados estimados para el rendimiento de ácido láctico.*

<b>Fila</b>	<b>Valores Observados</b>	<b>Valores Ajustados</b>	<b>Inferior para Media 95,0%</b>	<b>Superior para Media 95,0%</b>
<b>1</b>	67,615	68,6543	63,3659	73,9427
<b>2</b>	51,371	49,7885	44,5258	55,0512
<b>3</b>	32,631	31,526	26,2376	36,8145
<b>4</b>	49,839	49,728	46,2018	53,2542
<b>5</b>	49,950	49,728	46,2018	53,2542
<b>6</b>	49,395	49,728	46,2018	53,2542
<b>7</b>	26,767	26,3608	21,0447	31,6768
<b>8</b>	43,405	45,9668	40,6508	51,2829
<b>9</b>	33,328	34,8177	29,5016	40,1338
<b>10</b>	23,051	24,6221	19,3594	29,8848
<b>11</b>	28,43	25,7754	20,5127	31,0381
<b>12</b>	84,254	82,7757	77,4596	88,0917
<b>13</b>	77,127	77,626	72,3633	82,8887
<b>14</b>	51,984	50,9333	45,591	56,2757
<b>15</b>	43,891	45,0073	39,7717	50,2429

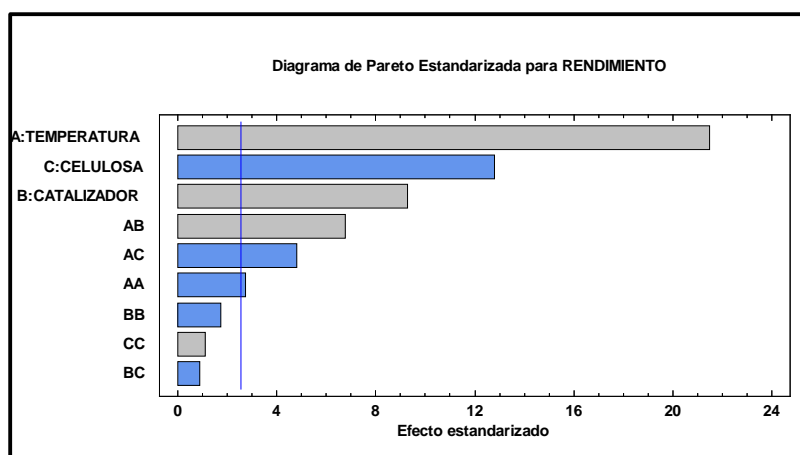
#### **4.10. Análisis de efectos estandarizados.**

La figura 42 muestra la gráfica de probabilidad de efectos estandarizados, que evalúa los efectos de cada factor y su interacción para el rendimiento de ácido láctico. Las interacciones y efectos que se encuentran alejados de la línea se consideran más significativos que los que se encuentran cerca de ella. En este grafico el factor que mayor interacción tiene es la temperatura de reacción.



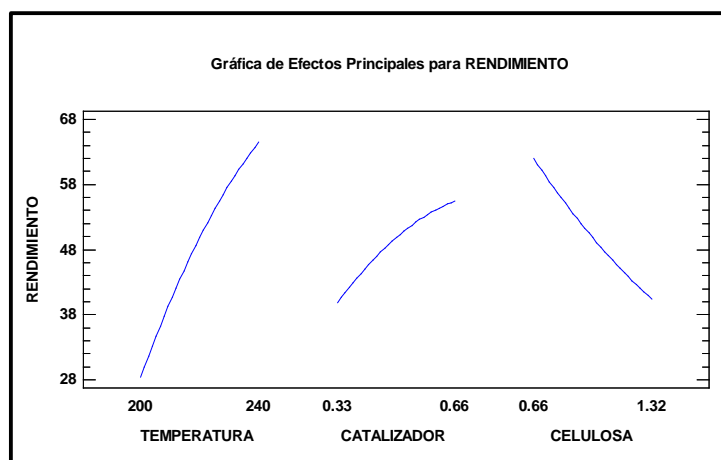
**Figura 42.** Gráfico de efectos estandarizados

El diagrama de Pareto de los efectos estandarizados se ilustra en la figura 43, el factor A correspondiente a la temperatura de reacción es la variable de más importancia para la producción de ácido láctico a partir de celulosa de bagazo de caña. Es decir la reacción de celulosa a ácido láctico se ve favorecida al incrementar la temperatura. Las interacciones BB, CC y BC no tienen efectos significativos en el rendimiento ácido láctico.



**Figura 43.** Diagrama de Pareto

La grafica de efectos principales se ilustra en la figura 44, el efecto de la temperatura es directamente proporcional al rendimiento. Para el efecto de la masa de catalizador sucede algo similar a la temperatura, sin embargo no tiene una correlación lineal muy marcada. En el efecto de la masa de celulosa, ocurre un resultado contrario respecto al rendimiento, debido a que disminuye a medida que incrementa la masa de celulosa.



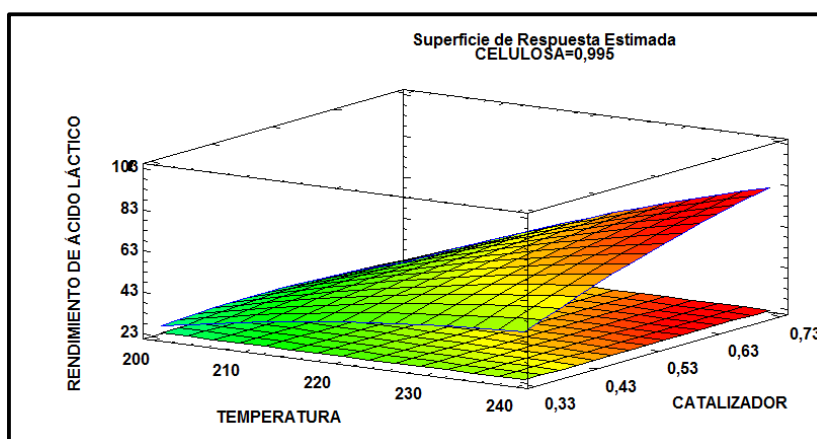
**Figura 44.** Gráfica de efectos principales para el rendimiento.

#### 4.11. Análisis de la superficie de respuesta.

Las figuras 45, 46 y 47 muestran las gráficas de superficie de respuesta de las variables independientes respecto al rendimiento de ácido láctico. Las zonas sombreadas de color rojo explican altos rendimientos de ácido láctico mientras que las zonas de color verde explican lo contrario.

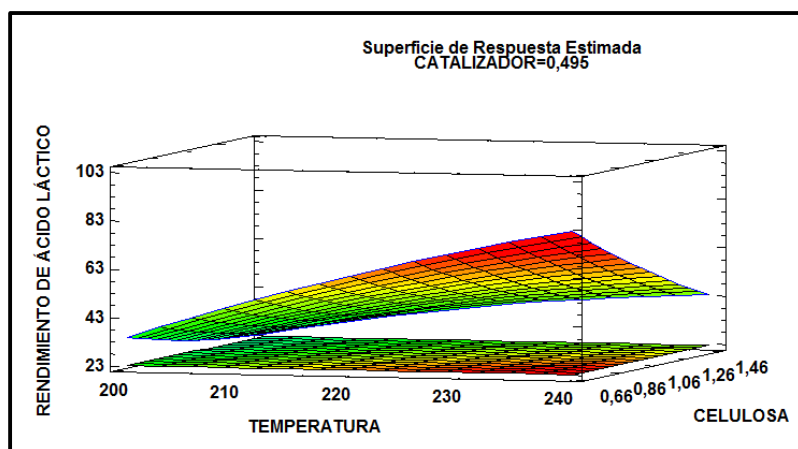
La grafica 45 se observa el efecto de la temperatura y masa de catalizador versus rendimiento. Esta grafica indica que a temperaturas inferiores a 220 °C el rendimiento de ácido láctico es inferior al 50%, esto se debe que a menor temperatura el porcentaje de hidrolisis del agua es bajo y la celulosa no se encuentra totalmente despolimerizada, por la tanto la conversión no es completa a

diferencia de 240°C. Por lo tanto, a una masa de catalizador superior a los 0.50 g y a una temperatura por encima de 230 °C el rendimiento de ácido láctico es superior al 60%, lo que indica que la masa de catalizador y la temperatura de reacción son proporcionales al rendimiento de ácido láctico.



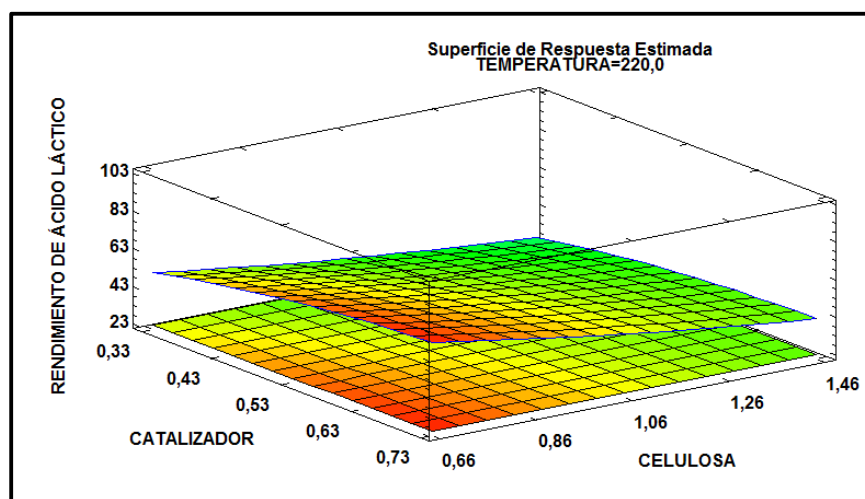
**Figura 45.** Efecto de la temperatura y masa de catalizador vs rendimiento de A.L.

La figura 46 explica el efecto que tiene la temperatura y la masa de celulosa con respecto al rendimiento de ácido láctico, se determina que al aumentar la cantidad de celulosa los rendimientos de ácido láctico disminuyeron. Se estima que a bajas temperaturas y mayor cantidad de celulosa la reacción se ve favorecida a otros productos como ácido levulínico o ácido fórmico. (Wang, Liu, & Dong, 2014).



**Figura 46.** Efecto de la temperatura y masa de celulosa vs rendimiento de A.L.

La figura 48 explica el efecto de la masa de catalizador y la masa de celulosa versus el rendimiento de ácido láctico; notablemente el efecto que tiene al aumentar la masa de catalizador en el rendimiento es positivo; sin embargo al aumentar la masa de celulosa el rendimiento de ácido láctico disminuye notablemente. Esto se debe a que la masa de triflato de Erblio no es la suficiente para coordinarse con todos los oligómeros solubles formados por la despolimerización de la celulosa.



**Figura 47.** Efecto de la masa de celulosa y masa de catalizador vs rendimiento de A.L.



#### **4.12. Optimización de las variables independientes para la producción de ácido láctico.**

En el análisis de superficie de respuesta y el análisis de efectos estandarizados se determina que al aumentar la temperatura reacción y la masa de catalizador el rendimiento de ácido láctico se ve favorecido mientras la masa de celulosa disminuye de forma inversamente proporcional a estos dos factores. Por lo tanto el punto óptimo se determina a 240°C, 0.66 g de triflato de Erblio y 0.67 g de celulosa para dar un rendimiento aproximado a 96, 10%. No se consideran temperaturas superiores a 240°C ni cantidades mayores de catalizador debido a que el rendimiento de ácido láctico es muy próximo al 100%.

#### **4.13. Comparación de resultados.**

La tabla 31 indica rendimiento de ácido láctico obtenido a partir de BCA, celulosa obtenida del BCA y celulosa Sigma Aldrich a 240°C, 0.55 g de catalizador y 0.66 g de celulosa. Como es evidente los resultados de ácido láctico obtenido a partir de BCA son inferiores a los de ácido láctico obtenido a partir de celulosa. Se estima que la razón de los rendimientos bajos se debe a la presencia hemicelulosa, pectinas y principalmente de lignina en el bagazo, ya que a esas condiciones de reacción, la lignina pasa a formar parte de fracción soluble e intervine en la reacción favoreciendo a otros productos y así disminuyendo la selectividad de ácido láctico.

En la comparación del rendimiento de ácido láctico obtenido a partir de celulosa del BCA con el de celulosa de la marca Sigma Aldrich la diferencia se estima que se debe a la presencia de impurezas presentes en la celulosa y no se considera relevante debido a que son valores muy próximos.

**Tabla 31**

*Comparación de resultados de BCA, celulosa 1 y celulosa 2.*

<b>#</b>	<b>Materia Prima</b>	<b>Rendimiento</b>
<b>1</b>	Bagazo de caña	16,010
<b>2</b>	Celulosa de BCA	84,254
<b>3</b>	Celulosa de Sigma Aldrich	85,930

## CAPÍTULO V

### 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1 Conclusiones

- El bagazo de caña de azúcar es considerado un desecho, producto de las industrias de azúcar y alcohol, constituido principalmente por material lignocelulósico. De acuerdo a esta investigación, el bagazo de caña proveniente del Cantón Pangua según su morfología corresponde al espécimen *Saccharum Violaceum*, y mediante la metodología de hidrólisis ácida y básica utilizada para escindir los enlaces de los polisacáridos contiene 34.77% de celulosa; este resultado comparado con los reportados en literatura por Sasaki, Adschiri, & Arai, no difieren en más del 1%, considerándolo eficiente para la producción de ácido láctico, debido a que la cantidad de celulosa necesaria para la reacción de conversión corresponde aproximadamente al 3% en 39g de bagazo de caña.

- En el tratamiento ácido se dio la mayor solubilidad del bagazo de caña de azúcar; esto se debe a que la técnica empleada para la sacarificación de la hemicelulosa amorfa del bagazo de caña puede ser fácilmente hidrolizada por ácidos diluidos a temperaturas superiores a los 100 °C. Por otro lado, la celulosa es más resistente a la hidrólisis ácida y exige fuertes condiciones de reacción para su despolimerización, por esa razón se estima que solo una pequeña fracción de la celulosa se encuentra en la fase líquida. Sin embargo a temperaturas que superan la transición de fase, la lignina puede pasar a estado líquido durante el tratamiento ácido, pero se reconstituye en las superficies residuales al enfriar la reacción, y su degradación se da en el tratamiento básico por la influencia que tienen los

grupos funcionales como hidroxilo en la reactividad de la lignina, ya que la degradaran la y la liberan de los hidratos de carbono.

- Al evaluar la metodología de los tratamientos ácido – base, mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), se permite evidenciar los cambios fisicoquímicos que tiene el bagazo de caña después de cada tratamiento. En donde, se determina que las bandas típicas características de la hemicelulosa y lignina no se encuentran en la posición correspondiente a sus vibraciones, evidenciando el espectro típico de la celulosa con los enlaces  $O - H$ ,  $C - H$ ,  $CH_2$ ,  $C - C$ ,  $C - O - C$  y los enlaces  $\beta$ -glucosídicos a 3334, 2899, 1368, 1316, 1029 y 896  $cm^{-1}$ , que son característicos de la misma.

- En la comparación de los espectros IR de la celulosa obtenida por el método fisicoquímico a partir del bagazo de caña de azúcar y la celulosa microcristalina de 50nm (99.9%) Sigma Aldrich, no se encuentran diferencias significativas, porque los dos espectros presentan vibraciones características típicas en el rango de 4000 a 600  $cm^{-1}$ .

- Mediante el tratamiento hidrotérmico fue posible la conversión de celulosa a ácido láctico, obteniendo un rendimiento de 84.25%, que es superior al rendimiento de ácido láctico obtenido por fermentación reportado por Datta y Henry. Estos resultados se deben al efecto cooperativo que tiene la autohidrólisis del agua a condiciones subcríticas y la coordinación que tienen los iones metálicos de Erblio con los grupos hidroxilo de los oligómeros solubles en la producción de ácido láctico.

- Mediante el análisis estadístico se determinó una expresión matemática de segundo orden con un alto grado de correlación que se acopla a la variable de respuesta  $R^2 =$

99.3764% (determinado) y un  $R^2 = 98.254\%$  (ajustado). Como resultado se obtuvieron las condiciones óptimas para mejorar el rendimiento de ácido láctico siendo estas 240°C de temperatura, 0.66 g de catalizador y 0.67g de celulosa para un rendimiento aproximado del 96.10%.

- Se determinaron los efectos de las variables independientes, que influyen en el rendimiento de ácido láctico obtenido a partir de celulosa de bagazo de caña de azúcar, evidenciando en el diagrama de Pareto del diseño experimental que el efecto de la temperatura es el más influyente, seguido de la masa de catalizador y por último la masa de celulosa. Esto se debe a que el pK del agua se incrementa de forma directamente proporcional con la temperatura, factor que está relacionado en la despolimerización de la celulosa a oligómeros solubles precursores del ácido láctico.

- La cuantificación de ácido láctico fue realizada utilizando espectrofotometría UV-Vis, que según Borshchevskaya, la diferencia de los resultados del metodo, comparado con los resultados de HPLC no excede el 1% de soluciones acuosas de ácido láctico. Por lo tanto, este metodo es considerado util y confiable para la cuantificacion de ácido láctico mediante ruta catalítica.

## 5.2. Recomendaciones

- Se propone realizar una caracterización mediante HPLC del hidrolizado del bagazo de caña obtenido, para caracterizar y cuantificar el contenido de los componentes que pueden ser utilizados como intermediarios en la producción de ácido láctico y otros precursores de productos petroquímicos de alto valor agregado mediante otras rutas catalíticas.
- Se recomienda realizar un análisis de DSC y TGA de la celulosa obtenida del bagazo de caña de azúcar, para determinar el comportamiento del polisacárido en función de la temperatura o tiempo y tener más datos comparativos con la celulosa comercial.
- Se propone realizar un estudio sobre la reacción de conversión de bagazo de caña a ácido láctico, variando las condiciones de reacción y el tipo de catalizador para tener mejores resultados en el rendimiento de ácido.
- Se plantea la posibilidad de implementar un reactor con agitación continua en las instalaciones de los laboratorios de la planta piloto de la universidad, debido a que el control automático que posee la misma permite el dominio de variables tan importantes como la temperatura y la presión de reacción, este tipo de reactor sería de mucha utilidad para más procesos de investigación.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Agüero, A. C., Pisa, J. R., Agüero, C. J., & Bugeau, A. T. (2012). *Poder Calorífico del Bagazo de Caña de Azúcar* Recuperado: 18/05/2018 Obtenido de: [https://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/37100917/VCS\\_bagazo\\_cana.pdf?AWSAccessKeyId=AKIAIWOWYYGZ2Y53UL3A&Expires=1515728522&Signature=ys0Du78J8AiP9P898HC5zKEDkkU%3D&response-content-disposition=inline%3B%20filename%3DExtension\\_Poder\\_Calorifico\\_del](https://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/37100917/VCS_bagazo_cana.pdf?AWSAccessKeyId=AKIAIWOWYYGZ2Y53UL3A&Expires=1515728522&Signature=ys0Du78J8AiP9P898HC5zKEDkkU%3D&response-content-disposition=inline%3B%20filename%3DExtension_Poder_Calorifico_del)
- Aguilar., R. G. (2002). Kinetic study of the acid hydrolysis of sugar cane bagasse. *ELSEVIER*, 309–318.
- Alarcón, G., Sanchez, C., Gómez, E., & Cortez, L. (2006). Caracterización del bagazo de la caña de azúcar. Parte I: características físicas. *SCIELO*.
- Analisis. (29 de 01 de 2018). *Espectroscopia UV Visible*. Recuperado: 15/04/2018 Obtenido de: <https://mieseptiembrerojo.wordpress.com//espectroscopia-uv-visible-uv-vis/>
- Arroyo, Y., Carrasco, M., & Bueno, A. (2008). Obtención y caracterización fisicoquímica y funcional de las fibras dietéticas del níspero común. *Sociedad Química*, 269-281.
- Arvela, P. M., Simakova, I. L., Salmi, T., & Murzin, D. Y. (2013). Production of Acid Lactic/Lactates from biomass and their catalytic transformations to Commodities. *Chemical Reviews*, 1909-1968.

- Bermello, A., Díaz, D., Martínez, R., & Leal, J. (2008). Estudio de un material compuesto por fibras de bagazo de caña y matriz de polietileno mediante espectrometría FTIR. *Red de Revistas Científicas de América Latina y el Caribe, España y Portugal*, 106-11.
- Biopolimeros. (2017). *Ácido Láctico*. Obtenido: 11/04/2018 [http://www.eis.uva.es/~biopolimeros/alberto/acido\\_lactico.htm](http://www.eis.uva.es/~biopolimeros/alberto/acido_lactico.htm)
- Borshchevskaya, Gordeeva, Kalinina, & Sineokii. (2016). Spectrophotometric Determination of Lactic Acid. *Journal of Analytical Chemistry*, 755-758.
- Canilha, Santos, Rocha, Almeida, & Silva. (2011). A study on the pretreatment of a sugarcane bagasse sample with dilute sulfuric acid. *J Ind Microbiol Biotechnol-Springer*, 1467–1475. doi: 10.1007/s10295-010-0931-2
- Chambon, F., Rataboul, F., & Pinel, C. (2011). Cellulose hydrothermal conversion promoted by heterogeneous Brønsted and Lewis acids. *ELSEVIER*, 171-181.
- Cuervo, L. (2009). *Lignocelulosa Como Fuente de Azúcares Para la Producción de Etanol*. Cuernavaca-México.
- Datta, R., & Henry, M. (2006). Lactic acid: recent advances in products, processes and technologies. *Chemical Technology and Biotechnology*, 1119-1129.
- Elizalde, F. (2015). *Mejoramiento de la rentabilidad con diversificación de sub-productos de la caña de azúcar, en chaguarpamba. Loja . Machala*.



- F. Ysambertt, T. G. (2009). Propiedades tensoactivas de la lignina extraída del “licor negro” modificada por reacciones asistidas por microondas. *Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal*, 65-75.
- García, López, Fernández, & Cordero. (2006). CELULOSA MICROCRISTALINA. *Red de Revistas Científicas de América Latina*, 115-116.
- Gaviria, E., Benítez, R., & Lenis, L. (2015). Optimization of enzymatic hydrolysis of proteins present in seeds of guandul. *SCIELO*.
- Guadix, Páez, Gonzáles, & Camacho. (2000). Technological processes and methods of control in the hydrolysis of proteins. *Ars Pharmaceutica*, 79-89.
- Guarnizo, A., Martinez, P., & H. A. (2009). Biomass and cellulose pretreatments for saccharification. *Scientia et Technica*, 284-289.
- Haris, & Chapman. (1995). The conformational analysis of peptides using fourier transform IR spectroscopy. . *Biopolymers*, 251–263.
- Harris, D. C. (1991). *Análisis Químico Cuantitativo*. Grupo Editorial Iberoamericana.
- INEC. (2010). *Censo de población y vivienda* . Recuperado: 11/04/2018 Obtenido: [http://app.sni.gob.ec/snmlink/sni/Portal%20SNI%202014/FICHAS%20F/0503\\_PANGUA\\_COTOPAXI.pdf](http://app.sni.gob.ec/snmlink/sni/Portal%20SNI%202014/FICHAS%20F/0503_PANGUA_COTOPAXI.pdf)

- INER, I. N. (Diciembre de 2014). *BIOMASA*. Recuperado: 15/03/2018 Obtenido de: [http://www.iner.gob.ec/wpcontent/uploads/downloads/2014/12/BIOMASA\\_DOSSIER.pdf](http://www.iner.gob.ec/wpcontent/uploads/downloads/2014/12/BIOMASA_DOSSIER.pdf)
- Jacobsen, S. E., & Wyman, C. E. (2002). Xylose Monomer and Oligomer Yields for Uncatalyzed Hydrolysis of Sugarcane Bagasse Hemicellulose at Varying Solids Concentration. *American Chemical Society*, 1454-1461.
- Jin, F. (2004). Conversion Mechanism of Cellulosic Biomass to Lactic Acid in Subcritical Water and Acid–base Catalytic Effect of Subcritical Water. *Chemistry Letters*, 126-124.
- Joelmy, Z., Yegres, F., & Vargas, N. (2017). Empleo de la Espectroscopia Infrarroja (FT-IR-ATR) como herramienta para la Caracterización del bagazo de caña proveniente de la Sierra Falconiana. *Química Viva*, 18-23.
- Kong, L., Li, G., Wang, H., & Ling, W. H. (2008). Hydrothermal catalytic conversion of biomass for lactic acid production. *J Chem Technol Biotechnol*, 383-388.
- Lantanidos. (2016 de Junio de 2005). *TEXTOS CIENTIFICOS*. Obtenido: 17/04/2018 <https://www.textoscientificos.com/quimica/lantanidos>
- Larissa, V. T., Santos, G., Rocha, J., & Almeida, M. (2011). A study on the pretreatment of a sugarcane bagasse sample with dilute sulfuric acid. *J Ind Microbiol Biotechnol*, 1467–1475.

- Luque, & Priego. (2010). Soxhlet extraction: Past and present panacea. *ELSEVIER*, 2383–2389.
- Minitab. (2018). *Diseño Box Behnken*. Recuperado: 15/06/2018 Obtenido de: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/supporting-topics/response-surface-designs/response-surface-central-composite-and-box-behnken-designs/>
- Minitab. *Gráficas de efectos para Analizar diseño de superficie de respuesta*. Recuperado: 23/07/2018 Obtenido de: <https://support.minitab.com/es-mx/minitab/18/help-and-how-to/modeling-statistics/doe/how-to/response-surface/analyze-response-surface-design/interpret-the-results/all-statistics-and-graphs/effects-plots/#normal-plot-of-the-effects>
- Montgomery, D. Y. (2004). Diseños experimentales para ajustar superficies de respuesta. En Montgomery, *Diseño y análisis de experimentos* (Segunda ed., págs. 455-489).
- Morales, S. (2015). *Hidrólisis ácida de celulosa y biomasa lignocelulósica asistida con líquidos iónicos*. Madrid.
- Olea, F. (2016). *Técnicas estadísticas*. Recuperado: 07/03/2018 Obtenido de: <https://www.ugr.es/~fmocan/MATERIALES%20DOCTORADO/testt2016.pdf>
- Peárandá, C., & Vizhco, A. (Febrero de 2016). Aplicación del diseño experimental para el análisis de la estanqueidad del conjunto cilindro pistón de un motor Hynday. . Cuenca, Ecuador.

- Pereira, J. (2015). *Estudio de factibilidad para la industrialización del aguardiente de caña, de los microproductores, en la parroquia de moraspungo, cantón Pangua*. QUITO.
- Pino, F. (2017). *Características del Erbio*. Recuperado: 11/02/2018 Obtenido de: <https://www.vix.com/es/btg/curiosidades/4978/caracteristicas-del-erbio>
- Piqué, T., & Vázquez, A. (2012). Uso de espectrofotometría con transformada de Fourier (FTIR). *Investigación y desarrollo*, 62-71.
- Prinsen, P. (2010). *Composición química de diversos materiales lignocelulósicos de interés industrial y análisis estructural de sus ligninas*. Sevilla.
- Sasaki, M., Adschiri, T., & Arai, K. (2003). Fractionation of sugarcane bagasse by hydrothermal treatment. *ELSEVIER*, 301-304.
- Smith, B. (2018). El enlace C = O, Parte III: Ácidos carboxílicos. *SPECTROSCOPY solutions for analysis*, 14-20.
- Sun, Sun, Zhaoa, & Sun. (2004). Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse. *ELSEVIER*, 331-339.
- Taylor., F. (2013). Pretreatment of cane bagasse with alkaline hydrogen peroxide for enzymatic hydrolysis of cellulose and ethanol fermentation. *Journal of Environmental Science and Health, Part B: Pesticides, Food Contaminants, and Agricultural Wastes*, 37-41 .
- Torres Mantilla, J. (2012). *Hidrólisis ácida del bagazo de caña de azúcar*. Quito.

- Transmerquim. (2014). *Hoja de datos de Seguridad (MSDS)*. Guatemala: Medio Ambiente Salud y Seguridad.
- Vicéns, J., Herrante, A., & Medina, E. (2005). *Análisis de la varianza*. México.
- Yan, L., & Qi, X. (2014). Degradation of Cellulose to Organics Acids in its Homogeneous Alkaline Aqueous Solution. *Sustainable Chemistry Engineering*, 897-901.
- Wang, Liu, Li, Liu, Chun, Yang, & Dong. (2015). Conversion of cellulose to lactic acid catalyzed by erbium-exchanged montmorillonite K10†. *ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY*, 1-9.
- Wang, Lui, & Dong. (2014). Highly efficient production of lactic acid from cellulosen using lanthanide catalysts. *R. S. Chemistry*.
- Zhang, Jin, Hu, & Huo. (2001). Conversión hidrotérmica de celulosa en ácido láctico. *Bioresour Technol*, 1998-2003.

# **ANEXOS**



**ESPE**  
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS  
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**  
**CARRERA DE INGENIERÍA EN PETROQUÍMICA**

**CERTIFICACIÓN**

Se certifica que el presente trabajo fue desarrollado por la señorita: Karla Anabel Ruiz Solis.

En la ciudad de Latacunga a los 03 días del mes de Diciembre de 2018.

Aprobado por:

-----  
MSc. Eduardo D. Luna  
**DIRECTOR DEL PROYECTO**

-----  
PhD. Roman Rodriguez  
**DIRECTOR DE CARRERA**



Certificado por:

-----  
Abg. Darwin Albán.  
**SECRETARIO ACADÉMICO**



