

Extracción y Caracterización de la fibra de la hoja de la Lengua de Suegra (*Sansevieria trifasciata*)

Omar Bonilla, Hilda Trujillo, Santiago Guerra, Victor Hugo Guevara y Carolina López

Departamento de Ingeniería Química (D.I.Q.)

omar.bonilla@epn.edu.ec

Resumen

El primer resultado de la investigación fue la determinación que la planta de estudio, no se trataba de la tradicional "lengua de suegra", sino de una planta de apariencia similar, pero de una familia diferente, denominada *Phormium tenax*, la cual posee fibras largas y paralelas con características interesantes para el sector textil. El método tradicional de extracción de esta fibra es mediante raspado, pero este método resultaba muy demorado e ineficiente, por lo que se ensayaron otros métodos de extracción alternos, unos tradicionales que se aplican a otras fibras, como el enriado y descortezado, y métodos químicos. El enriado se realizó con machacado previo de la hoja y sin machacado; observándose cierta mejora respecto al método de desfibrado por raspado. Sin embargo, el mejor método de extracción tradicional alternativo fue a través de un descortezado, utilizando una desfibradora de cabuya a la cual se le realizaron varias adaptaciones, lográndose un desfibrado rápido, con fibras más limpias y lustrosas. Los métodos de extracción química consistieron en someter a la hoja a diferentes baños químicos, por determinado periodo de tiempo, luego de lo cual se procedía a un desfibrado por raspado; así se ensayaron baños compuestos por hidróxido de sodio, una mezcla sulfito de sodio/carbonato de sodio y una solución de peróxido de hidrógeno en medio ácido. El mejor método de extracción química fue aquel en el que se realizó un baño de inmersión de 60 minutos, con 37,5 % en peso de peróxido de hidrógeno 50 % w/w, igual concentración de ácido acético glacial, con una relación licor de 4:1, a temperatura de ebullición; obteniéndose fibras con mayor facilidad, más sueltas, limpias y blancas que con los otros procesos. Se realizaron además caracterizaciones físicas y químicas de las fibras obtenidas con el proceso por raspado y los mejorados, determinándose que el método de extracción química disminuye las propiedades tensiles en aproximadamente un 30 %, mientras que su composición química no se afecta en forma significativa.

Palabras claves: Formio, enriado, desfibrado, extracción química de fibras naturales, caracterización de fibras.

Abstract

The first result of this investigation was the determination that the study plant, was not the traditional "mother-in-law tongue", but of a plant of similar appearance, but of a different family, denominated *Phormium tenax*, which has long and parallel fibers with interesting characteristics for the textile sector. The traditional method of extraction of this fiber is by means of scraped, but this method was very delayed and inefficient, reason why other alternating traditional methods of extraction, that are applied to other fibers, like retting and decortivating, and chemical methods were tried. Retting was made with previous crushed and non crushed leaves; being observed certain improvement with respect to the scraped method of fiber extraction. Nevertheless, the best method of alternative traditional extraction was through decortivating, using a cabuya decortivating machine, to which several adaptations were made, being obtained faster fiber extraction, with cleaner and bright fibers. The methods of chemical extraction consisted of exposing leaves to different chemical baths, by certain period of time, after which it was come to scraped by. For this purpose, baths of extraction composed by sodium hydroxide, a sodium sulphite / sodium carbonate mixture and a solution of hydrogen peroxide, were used. The best method of chemical extraction was that in which a bath of immersion of 60 minutes was made, with 37.5 % in weight of hydrogen peroxide 50 % w/w, same glacial acetic acid concentration, with a bath ratio of 4:1, to boiling temperature; obtaining fibers with greater facility, looser, clean and white that with the other processes. Physical and chemical characterizations were made in addition to fibers obtained with the process by scraped and the improved ones, determining that the method of chemical extraction diminishes the tensiles properties in a 30 % approximately, whereas its chemical composition is not significant affected.

Keywords: Phormium, retting, fiber extraction, chemical extraction of natural fibers, characterization of fibers

1 Introducción

El formio (*Phormium tenax*) es una planta perenne común de la costa y de los márgenes de las carreteras de Nueva Zelanda, la cual se caracteriza por poseer tallos cortos y robustos, con hojas ensiformes de color verde oscuro, aplanadas hacia el ápice, terminadas en agudas puntas y plegadas hacia la base. La superficie es lisa, mientras que el nervio medio es engrosado y prominente en el envés y de color rojo, al igual que los márgenes. Estas hojas se caracterizan por ser erectas y rígidas, se disponen en forma de abanico sobre un rizoma horizontal corto, grueso y carnoso que se ramifica, formando en pocos años densos matorrales [2], [1], [4]. Por lo anterior, estas plantas se han utilizado como ornamento en parques y jardines en la ciudad de Quito, e incluso como cercas naturales, por ejemplo, en la provincia de Imbabura.

Las fibras de esta planta eran utilizadas ampliamente por los nativos maorí de Nueva Zelanda hasta las primeras décadas del siglo XX; pero no existe estudio sobre la extracción y uso de esta fibra en el Ecuador. Las fibras de la hoja del formio son paralelas y largas, por lo que una extracción adecuada permitiría la obtención de filamentos ordenados, que simplificarían procesos posteriores de hilatura. Por lo tanto, en el presente proyecto se planteó la extracción de la fibra por métodos diversos, tratando que la fibra se libere con el menor daño posible, además se propuso caracterizar la fibra, con el fin de conocer sus propiedades físicas, mecánicas y químicas.

2 Material y Métodos

2.1 Material

Para la ejecución del presente proyecto se utilizaron hojas de formio, obtenidas de parques y jardines del Distrito Metropolitano de Quito, como materia prima para la extracción de las fibras en ellas contenidas. Para la extracción por raspado y enriado, se utilizó una cardadora manual, mientras que la extracción por decortinado se realizó en una descortezadora de cabuya, misma a la que se realizaron algunas modificaciones. La extracción química utilizó los siguientes reactivos: Sulfito de sodio, Carbonato de sodio y Ácido acético glacial, marca J.T. Baker, mientras que el peróxido de hidrógeno, 180 volúmenes utilizado, procedió de la Casa de los Químicos. El equipo utilizado para la extracción fue un Launder O Meter de agua, marca Atlas.

Para determinar las propiedades mecánicas de las fibras obtenidas, por los métodos a indicarse a continuación, se utilizó una máquina de ensayos universales, marca Lloyd, modelo 1000S, con una celda de carga de 20 N. En el estudio de las propiedades físicas se utilizó un microscopio óptico Zeiss, una regleta graduada Shirley (para medir la longitud de las fibras previo a la determinación del título o densidad lineal), y una balanza analítica Kern ABS 220-4.

En la caracterización química se utilizaron: equipo

Soxhlet, equipo de extracción de solventes al vacío (rotavapor), marca Büchi, una estufa MMM Venticell 55, y planchas de calentamiento.

Finalmente el ordenamiento y almacenamiento de los datos recopilados se realizó con ayuda del programa de Microsoft EXCEL. Mientras que el análisis estadístico y análisis de varianzas se ejecutó con Statgraphics 5.1 Plus para Windows.

2.2 Métodos

Se estudió la extracción de las fibras contenidas en las hojas de formio, mediante métodos mecánicos y químicos. En el primer caso, se realizaron tres métodos de extracción: Extracción manual, Extracción por enriado y Extracción por descortezado de las hojas. Los métodos de extracción química consistieron en un tratamiento previo a las hojas, mediante inmersión en un baño químico, que consistió en soluciones a concentraciones diversas de hidróxido de sodio, mezcla sulfito de sodio/carbonato de sodio y soluciones de peróxido de hidrógeno en medio ácido. Previamente, las hojas fueron cosechadas, limpiadas, medidas y pesadas con la finalidad de determinar el rendimiento en peso del proceso de extracción de las fibras.

2.2.1 Métodos de extracción mecánica

Método de extracción manual

En primer lugar las hojas fueron cosechadas siguiendo los procedimientos descritos por Warwick [1] y Brescia [2]: se cortaron las tres hojas centrales del abanico, de abajo hacia arriba y de adentro hacia afuera. Posteriormente, se procedió a la remoción de la quilla (nervio central) de cada hoja a 5 mm de ancho, y esta fue descartada al igual que la base y los bordes.

A continuación, las fracciones fueron cepilladas con una cardadora metálica, y con ello se produjo la separación de las fibras del resto de materiales. El raspado de las hojas con la cardadora fue realizado en forma ordenada y secuencial, iniciando en la parte superior de la hoja, raspando y peinando hasta alcanzar una buena liberación de las fibras. Al terminar con la totalidad de la hoja, las fibras fueron sometidas a un proceso de limpieza manual para tratar de retirar el material de soporte adherido a las fibras. Finalmente, las fibras fueron colgadas para su secado.

Método de extracción por enriado

En este proceso de extracción las hojas son sumergidas en agua, simulando un enriado en estanque. Este tipo de extracción fue dividido en dos procesos diferentes, en el primero de ellos las hojas fueron lavadas, pesadas e introducidas en un baño de agua sin un tratamiento

previo y se le dio la denominación de enriado sin machacado previo (ESM). En el segundo proceso, las hojas una vez lavadas y pesadas, fueron golpeadas o machacadas para después ser introducidas en un baño de agua en forma similar al primer proceso, a este se lo denominó enriado con machacado previo (EM). El tiempo de permanencia de las hojas en el baño de agua fue establecido en base a procesos similares encontrados en bibliografía. Para el primer proceso, las hojas se empezaron a sacar a partir del día 13 y para el segundo proceso a partir del día 5. Las fibras fueron entonces extraídas con ayuda de la cardadora manual en forma similar a la extracción manual, teniendo como variante la limpieza de las fibras, en ambos procesos la limpieza se realizó golpeando las fibras contra un pedazo de madera después de haberlas sometido a un lavado con agua corriente. Finalmente las fibras fueron colgadas para su secado.

Método de extracción por descortezado

Para la extracción de las fibras por este método se utilizó una descortezadora de cabuya modificada. Con este proceso, la extracción de las fibras se realizó en poco tiempo, siendo posible procesar varias hojas en pocos minutos. La limpieza de las fibras obtenidas por este método, fueron sometidas a un proceso de lavado, con agua corriente, inmediatamente después de haber pasado por la descortezadora para finalmente ser puestas a secar al ambiente en forma similar a los procesos anteriores. Una vez que las fibras se encontraban secas, éstas fueron cardadas.

2.2.2 Métodos de extracción química

La cosecha y el corte de las hojas previo a la extracción fueron realizados de la misma manera que en la extracción manual, para este y para todos los procesos químicos al que las hojas fueron sometidas.

Extracción con hidróxido de sodio

Una vez que las hojas fueron cortadas se procedió a realizar inmersiones en 2 baños distintos, la primera en un baño de impregnación y la segunda en un baño de deslignificación. Para estos baños se trabajó con relaciones licor (litros de solución/g de material seco) de 2:1 para el baño de impregnación y 6:1 para el baño de deslignificación. Estos baños consistieron en soluciones acuosas de hidróxido de sodio de concentración 25, 31 o 50 g/l. El tiempo de inmersión del baño de deslignificación fue variado para ver su influencia en el proceso. Se trabajó en el rango de 10 a 30 minutos en intervalos de 10 minutos, mientras que los tiempos de inmersión en el baño de impregnación fueron de 10 y 20 minutos.

Paralelamente se realizaron ensayos a las mismas condiciones antes descritas, con la inclusión de un proceso de machacado de las hojas previo a la inmersión en el baño de absorción, el cual se realizó para remover una

pequeña parte del material no fibroso, y de esta manera facilitar el ingreso del reactivo al interior de la estructura de la hoja.

Después de cada inmersión, se procedió al lavado y neutralización de las hojas, el cual se realizó agregando ácido acético al 3% hasta alcanzar un pH cercano a 7. Posteriormente se realizó el cardado y lavado de las fibras extraídas, para luego secarlas.

Extracción con sulfito de sodio

Para este caso el baño consistió en soluciones acuosas de sulfito de sodio de concentración 15, 30 y 50% sobre peso de material seco. Para la extracción de las fibras es muy importante la regulación del pH de la mezcla, en lo cual se utilizó carbonato de sodio sólido que fue colocado en las soluciones, de tal forma que se alcanzara un pH de entre 9 y 12. Este proceso fue realizado a temperatura de ebullición. El tiempo de inmersión del baño de deslignificación fue variado para ver su influencia en el proceso, así se trabajó a 60, 120, 180 y 240 minutos. En cuanto a la relación licor se trabajó con dos valores 4:1 y 20:1.

En este caso también se efectuó un proceso de machacado de las hojas previo a la inmersión en el baño de deslignificación, los cuales se realizaron únicamente con un licor de 4:1. Los procesos posteriores a la inmersión fueron los mismos, que aquellos realizados para la inmersión en hidróxido de sodio.

Extracción con peróxido de hidrógeno

Este baño consistió en soluciones de peróxido de hidrógeno en ácido acético; las concentraciones de peróxido y ácido fueron análogas e iguales a 25, 37.5 y 50% en peso del total de la solución. Se realizaron ensayos a temperatura ambiente, 50 °C y a temperatura de ebullición. El tiempo de inmersión del baño de deslignificación fue de 60, 120, 180 y 240 minutos. En cuanto a la relación licor, se trabajó con una relación constante e igual a 4:1.

Después de cada inmersión se procedió al cardado y lavado de las fibras extraídas con abundante agua, para luego secarlas a temperatura ambiente y obtener el producto final.

Determinación de la efectividad de los métodos químicos

Para la determinación de la efectividad de cada reactivo se realizó un análisis cualitativo de la facilidad de extracción, liberación y blancura de las fibras, el cual se efectuó en base a escalas con valores ascendentes entre 1 y 5. Se usaron también valores intermedios en la evaluación de las características antes descritas. Los criterios aplicados se muestran en las Tablas 1, 2, 3.

Valor asignado a la variable	Criterio para la asignación
1	Fibras casi completamente cubiertas de material no fibroso
2	Fibras con mucha cantidad de material fibroso sobre ellas
3	Fibras con cantidad apreciable de material de desecho sobre ellas
4	Fibras con poca cantidad de material fibroso cubriéndolas
5	Fibras sin rastro de material no fibroso

Tabla 1. Escala cualitativa para la evaluación de la liberación de las fibras extraídas.

Valor asignado a la variable	Criterio para la asignación
1	Fibras de color verde intenso
2	Fibras de color verde pálido
3	Fibras de color amarillo intenso
4	Fibras de color amarillo pálido
5	Fibras de color blanco brillante

Tabla 2. Escala cualitativa para la evaluación de la blancura de las fibras extraídas.

Valor asignado a la variable	Criterio para la asignación
1	Existe gran dificultad al momento de extraer las fibras
2	Existe mucha dificultad al momento de extraer las fibras
3	Existe dificultad moderada al momento de extraer las fibras
4	Existe poca dificultad al momento de extraer las fibras
5	Existe prácticamente una dificultad nula al momento de extraer las fibras

Tabla 3. Escala cualitativa para la evaluación de la facilidad de extracción de las fibras.

Optimización del método químico seleccionado

La optimización consistió en la realización de más ensayos de extracción con el fin de encontrar fibras con mejores propiedades de blancura, liberación y facilidad de extracción que las obtenidas hasta ese momento. Para este efecto se varió el tiempo de inmersión, la temperatura del baño, la concentración del reactivo deslignificante y la relación entre el peso de la hoja y peso del baño de inmersión, con el objeto de encontrar las condiciones de proceso que produzcan fibras más blancas, libres y que se extraigan con mayor facilidad de todas las procesadas hasta ese momento de la investigación.

2.2.3 Caracterización física

Determinación del título

Para este efecto se seleccionaron al azar alrededor de fibras extraídas, ya sea mecánicamente o con el proceso químico óptimo, las cuales fueron cortadas en segmentos de 30 cm de largo e identificadas individualmente. Posteriormente, fueron pesadas en una balanza de precisión de 4 dígitos. Entonces se determinó el título de las fibras con la siguiente fórmula:

$$Tex = \frac{m}{L} \times 1000.$$

Donde m es la masa de cada fibra en gramos y L es su longitud en metros.

En el caso del método de descortezado, se cortaron muestras de 40 cm de longitud debido a que las fibras obtenidas por este método son bastante finas, en consecuencia no fue posible registrar el peso de muestras de 20 cm en la balanza analítica.

Determinación de la forma de la sección transversal

Para la determinación de la forma de la sección transversal de las fibras, se cortaron y seleccionaron 10 fibras independientes, las cuales fueron empaquetadas y colocadas en una placa metálica junto con fibras de abacá coloreadas que sirvieron como contraste para una mejor observación. Se observó la sección transversal en un microscopio con varios lentes de aumento.

2.2.4 Caracterización mecánica

Los ensayos para determinar propiedades mecánicas se realizaron bajo los lineamientos de la norma ASTM D 3822-96, *Standard Test Method Tensile Properties of Single Textile Fiber*, en una máquina de ensayos universales, Lloyd S1000, con una celda de carga de 20 N. La velocidad de ensayo fue de 2 mm/min y la separación inicial entre mordazas de 20 mm. Se registraron valores de fuerza máxima, elongación a fuerza máxima y se determinaron tenacidad a fuerza máxima, porcentaje de elongación a fuerza máxima.

2.2.5 Caracterización química

La composición química de las fibras fue determinada bajo los lineamientos establecidos en las normas TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry). La caracterización se inició con la extracción de *resinas, ceras y grasas* para lo que se tomaron muestras de 3 g aproximadamente, molida y tamizada en mallas 40 y 60. Las muestras fueron sometidas a un proceso de extracción en un aparato Soxhlet, por un periodo de 8 horas, con una mezcla alcohol-benceno. Una vez alcanzado el tiempo requerido, se extrae el solvente con ayuda de un extractor de solventes (rotavapor). Enseguida los balones son llevados a la estufa por un periodo de tres horas a 105 ± 5 °C, una vez concluido el secado los balones se colocaron en un desecador para que se enfríen y finalmente son pesados para determinar la cantidad de resinas, ceras y grasas presente en las fibras con ayuda de la ecuación:

$$\%Grasas = \frac{PB_f - PB_i}{P_m(1 - H)} \times 100.$$

En donde:

- PB_f : Peso final del balón
- PB_i : Peso inicial del balón
- P_m : Peso de la muestra
- H : Humedad presente en la muestra.

Celulosa, se tomaron 2 g de muestra previamente tratada con una mezcla alcohol-benceno y secada al ambiente. Se agregó 50 ml de solución de hipoclorito de sodio 10 % y se dejó reposar por 8 horas. Se filtró en un crisol poroso previamente tarado y pesado, se realiza un lavado secuencial con agua, solución de dióxido de azufre 3 %, agua y solución de sulfito de sodio 2 %. Se colocó en un vaso con 115 ml de solución de sulfito de sodio 2 % y se dejó reposar por 30 min. Se filtró y lavó con 250 ml de agua, finalmente se secó en estufa a 105 ± 5 °C por tres horas, se dejó enfriar y se pesó, la cantidad de celulosa se determina con ayuda de la ecuación:

$$\%Celulosa = \frac{PC_f - PC_i}{P_m} \times 100$$

En donde:

- PC_f : Peso final del crisol poroso
- PC_i : Peso inicial del crisol poroso
- P_m : Peso de la muestra

Lignina, se tomó 1 g aproximadamente de la muestra tarada con alcohol-benceno. Se colocó 15 ml de ácido sulfúrico 72 % y se mantuvo con agitación por 2 horas, enseguida se pasa a un balón de 1000 ml y se agregaron 560 ml de agua, se sometió a reflujo por 4 horas, se dejó enfriar y sedimentar, enseguida se filtró en crisoles porosos tarados, finalmente se lavó con 500 ml de agua caliente, se secó y pesó. La cantidad de lignina presente se determinó con la ecuación:

$$\%Lignina = \frac{PC_f - PC_i}{P_m} \times 100$$

En donde:

- PC_f : Peso final del crisol poroso
- PC_i : Peso inicial del crisol poroso
- P_m : Peso de la muestra

Para evaluar el ataque de hongos o solubilidad en sosa 1 % se pesaron 2 g aproximadamente de fibra molida y tamizada, se coloca junto con solución de hidróxido de sodio al 1 % y núcleos de ebullición en un matraz erlenmeyer de 125 ml. Se tapó y se introdujo en un baño de agua en ebullición por una hora. Se debe agitar vigorosamente a los 10, 15 y 25 minutos. Se filtró en un crisol poroso, previamente tarado, enseguida se lavó con agua caliente, ácido acético al 10 % y agua caliente. Finalmente, se secó en la estufa a 105 ± 5 °C por tres horas, se esperó que se enfríe y se pesó, para determinar el porcentaje de solubilidad en sosa se usó la siguiente ecuación:

$$\%Sol.NaOH = 100 - \left(\frac{PC_f - PC_i}{P_m(1 - H)} \times 100 \right)$$

En donde:

- PC_f : Peso final del crisol poroso
- PC_i : Peso inicial del crisol poroso
- P_m : Peso de la muestra
- H : Humedad presente en la muestra

Solubilidad en agua caliente, se colocaron 2 g aproximadamente de las fibras molidas y tamizadas en un matraz de destilación con refrigerante a reflujo, se mantuvo en ebullición a reflujo por 3 horas, se filtró en crisol poroso y se lavó con agua caliente. Se secó en la estufa a 105 ± 5 °C por tres horas, finalmente se enfría en un desecador y se pesa. Para determinar la solubilidad en agua caliente se usó la siguiente ecuación:

$$\%Sol. = 100 - \left(\frac{PC_f - PC_i}{P_m(1 - H)} \times 100 \right)$$

En donde:

- PC_f : Peso final del crisol poroso
- PC_i : Peso inicial del crisol poroso
- P_m : Peso de la muestra
- H : Humedad presente en la muestra

Pentosanas, se pesó 1 g aproximadamente del material tamizado y retenido en malla 60, se colocó en un matraz de destilación con ácido clorhídrico 3.5 N, se sometió a ebullición para recoger el destilado a razón de 3ml por minuto, para compensar el destilado se fue agregando ácido con ayuda de un embudo de separación. Una vez recogidos los 300 ml, se agregaron 250 g de hielo y 50 ml de agua. Una vez que la mezcla llegó a 0 °C, se agregaron 20 ml de solución de bromuro bromato 0.2 N, se agitó por 5 minutos en un erlenmeyer tapado. Se agregaron 10 ml de yoduro de potasio al 10 % y unas gotas de almidón y finalmente se tituló con una solución de tiosulfato de sodio 0.1 N. Se preparó un blanco con 270 ml de ácido y 80 ml de agua, se procedió de manera similar al destilado y se tituló con tiosulfato de sodio 0.1 N.

El contenido de pentosanas se determinó con la siguiente ecuación:

$$\%Pentosanas = \frac{7.5 N(v_b - v_g)}{P_m} - 1 \%$$

En donde:

- N : Normalidad de la solución de tiosulfato
- P_m : Peso de la muestra
- v_b : Volumen de solución gastado con el blanco
- v_g : Volumen de solución gastado con la muestra

Contenido de humedad, se realizaron ensayos para determinar humedad de análisis y humedad inicial. Se tomaron 2 g de material tamizado y retenido en malla 60, para humedad de análisis, y 2 g de fibras cortadas a 3 cm de longitud, para humedad inicial. En ambos casos se llevó las muestras a la estufa por un periodo de 3 horas, tiempo en el que la humedad dejó de variar, a 105 ± 5 °C, se enfriaron en un desecador y se pesaron. Las humedades fueron determinadas con la ecuación:

$$\%Humedad = \frac{Pm_i - Pm_f}{Pm_i} \times 100$$

En donde:

- Pm_i : Peso inicial de la muestra
- Pm_f : Peso final de la muestra

Contenido de Cenizas, se tomó 1 g aproximadamente de material tamizado y seco, se realizó una carbonización sobre un mechero y se llevó las muestras a una mufla para ser calcinadas a 585 ± 15 °C por 4 horas, las muestras fueron estabilizadas en un desecador para finalmente ser pesadas. El contenido de cenizas fue determinado con la ecuación:

$$\%Cenizas = \frac{Pm_f}{Pm_i} \times 100$$

En donde:

- Pm_i : Peso inicial de la muestra
- Pm_f : Peso final de la muestra

2.2.6 Pruebas de capacidad de tisaje

Mediante una carda e hiladora manual adquiridas con el proyecto ejecutado, se realizaron pruebas de cardado e hilatura artesanal de la fibra obtenida con la decortadora de cabuya.

3 Análisis

3.1 Extracción de las fibras por métodos mecánicos

3.1.1 Extracción manual

Se logró establecer que la extracción de las fibras se dificulta conforme avanza el tiempo de espera después de la cosecha de las hojas, estas pierden humedad lo que dificulta la extracción de las fibras, y también su limpieza,

razón por la que las fibras tienen una coloración verde por la presencia de material no fibroso. Se pudo observar la formación de una “capa protectora”, dificultando la separación de las fibras, tal como se observa en la Figura 1.

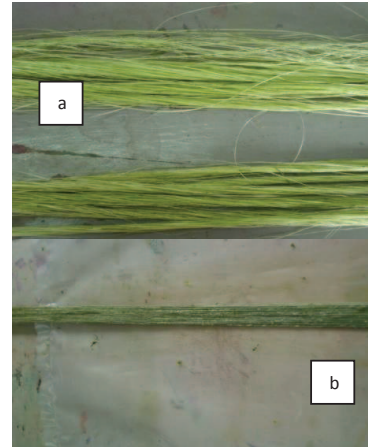


Figura 1. a) Fibras de formio extraídas por el método de extracción manual. b) Parte de una hoja de formio en la que se observa la presencia de la “capa protectora”.

En el análisis de las propiedades de las fibras obtenidas por este método se usaron las fibras extraídas en diferentes días luego de la cosecha de las hojas.

En cuanto al *Título*, se encontraron valores que oscilan entre 12 y 33 [Tex], debido principalmente a la cantidad de material no fibroso presente y a la pobre liberación que presentaron las fibras obtenidas por este proceso.

Al realizar el análisis de varianzas del título de las fibras obtenidas por este método se obtuvo que las medias presentan una variación estadísticamente significativa ($P < 0.05$), como se puede visualizar en la Figura 2.

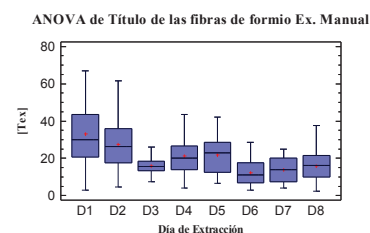


Figura 2. Gráfico obtenido del análisis de varianza del título de las fibras de formio extraídas por el método de extracción manual.

Tenacidad, se encontraron valores que oscilan entre 0,156 y 0,230 [N/Tex].

Gráficamente se puede apreciar la variación de las medias de los valores de tenacidad obtenidos para las fibras de formio, extraídas por extracción manual, en la Figura 3.

ANOVA de la tenacidad de las fibras de formio Ex. Manual

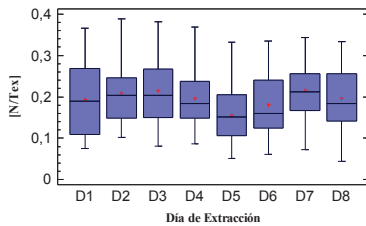


Figura 3. Gráfico obtenido del análisis de varianza de la tenacidad de las fibras de formio extraídas por el método de extracción manual.

Enriado, como se indicó en el apartado *Método de extracción por enriado*, este método presentó dos líneas de trabajo, teniendo como factor común, el proceso de enriado en estanque con un volumen de agua fijo y difiriendo en el tratamiento de las hojas antes de introducir las en el baño. En ambos casos conforme avanzaron los días la extracción de las fibras se tornó más fácil debido a la descomposición del material no fibroso, lo que permitió una mejor liberación de las fibras a pesar de no apreciarse una mejor soltura de éstas. Se obtuvieron los resultados que se presentan a continuación:

Enriado sin Machacar (ESM), no existe una influencia marcada del tiempo de permanencia en el baño de agua. La variación del título, entre las muestras, es de aproximadamente 8 [Tex] tanto para las muestras principales como para las paralelas (duplicada), variando para las muestras principales entre 10,7 y 19,0 [Tex].

Las muestras de los días 13, 15, 18, 22 y 25 no presentan diferencias significativas

3.2 Extracción de las fibras por métodos químicos

Los resultados que se obtuvieron con cada extracción permitieron seleccionar el método químico que cumpla de mejor manera con los requerimientos de facilidad de extracción, liberación y blancura de las fibras, para de esta manera poder optimizarlo.

3.2.1 Extracción con hidróxido de sodio

La aplicación de hidróxido de sodio no produce una variación en la facilidad de extracción, liberación y blancura de las fibras, independientemente de la concentración de hidróxido utilizada, de los tiempos de impregnación y extracción, de la temperatura del baño o de si las hojas fueron o no machacadas antes de ser sumergidas, las fibras presentando una gran cantidad de material no fibroso cubriéndolas, sigue siendo complicada su separación; y adicionalmente, se obtuvieron fibras de un color verde intenso, muy similares a las fibras extraídas exclusivamente de forma manual.

Estos se debe a que por más altas que sean las concentraciones de reactivo, o largos los tiempos de impregnación y deslignificación, no se produce una reacción favorable de entre la sosa cáustica y las fibras contenidas en las hojas, que produzca una separación de las fibras o una blanqueamiento de las mismas. Por otra parte, agregando un machacado inicial a las hojas a temperatura de ebullición, se ve que existió una disminución del color verde característico de las fibras extraídas exclusivamente de forma manual, aunque las fibras no se tornan blancas sino de un color marrón oscuro. Este color de fibras obtenido era esperado ya que según lo descrito por Casey [6], el hidróxido de sodio utilizado tradicionalmente en la remoción de lignina origina productos de color oscuro. Por lo tanto, no sería recomendable la inmersión en un baño previo de hidróxido de sodio, ya que para aplicaciones textiles las fibras blancas son mayormente apreciadas, por la disminución en los costos de producción que significa la eliminación del o los procesos de blanqueo.

3.2.2 Extracción con sulfito de sodio

Los resultados obtenidos con inmersión en un baño de sulfito de sodio y carbonato de sodio, fueron mejores que aquellos obtenidos con el hidróxido de sodio en cuanto a facilidad de extracción, liberación y color de las fibras. La remoción del material no fibroso resulta más fácil y se pudo observar que a mayor tiempo de inmersión, las fibras resultantes se encuentran más libres; por supuesto esto es posible solo hasta cierto nivel ya que si el tiempo de inmersión es demasiado alto, como aquellos en los cuales el tiempo es de 240 minutos, las hojas junto con las fibras se destruyen al momento del cardado, porque los reactivos deslignificantes además de atacar a la lignina y a la celulosa de las hojas, atacan a las fibras.

Adicionalmente, y contrario a lo que se obtuvo con el hidróxido de sodio, las fibras fueron blanqueadas en cierta forma con la aplicación del baño previo al cardado, aunque la blancura de las fibras no es alta, al menos se pudo observar una disminución del color verde característico y se obtuvieron filamentos con una tonalidad amarillenta pálida. De igual manera, el machacado previo de las hojas tuvo un buen efecto en la blancura de las fibras, esto sería debido a un mejor ingreso de los reactivos al interior de las hojas, por lo cual estos pudieron reaccionar con los grupos cromofóros de las fibras, y producir un efecto de blanqueo apreciable, aunque aún un tanto lejano del ideal deseado.

Con el machacado previo de las hojas, se obtuvieron los mejores resultados de facilidad de extracción, liberación y blancura de las fibras. Se pudo observar que el ensayo en el cual se utiliza 15% de sulfito de sodio, durante 120 minutos, a temperatura de ebullición es el proceso con mejores resultados, los cuales son más cercanos a aquellos buscados, y mejores a aquellos obtenidos con el hidróxido de sodio, lo cual sugiere que el sulfito de sodio es una mejor opción para separar las fibras contenidas en las hojas de formio.

3.2.3 Extracción con peróxido de hidrógeno

Los resultados obtenidos con la inmersión en un baño de peróxido de hidrógeno y ácido acético a temperatura ambiente y 50 °C no fueron los esperados. De hecho, no fue necesario ensayos con tiempos de inmersión menores a 240 minutos porque si a este tiempo no hubo una extracción adecuada, no era necesario efectuar pruebas a tiempos menores donde el resultado sería aún peor. Al parecer, la reacción entre el peróxido y los materiales no fibrosos de la hoja se efectúa de manera muy lenta, cuando esta se realiza a temperaturas inferiores a la de ebullición del agua. Por estas razones fue necesario realizar los siguientes ensayos a una temperatura de aproximadamente 91 °C (temperatura de ebullición del agua en Quito).

Los resultados de facilidad de extracción, liberación y color de fibras a temperatura de ebullición fueron variados; por un lado se pudo apreciar que sumergir las hojas por un tiempo superior a 60 minutos, transforma las hojas, y por ende las fibras contenidas en ellas, en una pulpa de color blanco brillante, lo cual es un resultado indeseable ya que el objetivo de este proyecto es separar las fibras, no volverlas pulpa; y por otra parte, en los procesos realizados con un tiempo de inmersión de

60 minutos no se destruyen los filamentos del interior, y por el contrario se facilita de gran manera la extracción de estos y produce fibras muy blancas y con poca cantidad de material no fibroso cubriéndolas, especialmente cuando la concentración de los reactivos es igual y cercana al 50 % del total del baño.

Considerando los resultados de todos los parámetros evaluados en conjunto, se considera el proceso en el cual la concentración de peróxido de hidrógeno es igual a la de ácido acético e igual al 37.5 % del peso del baño, y el tiempo de inmersión es de 60 minutos presenta resultados muy cercanos a los buscados.

3.2.4 Selección del proceso a optimizar

Para efectuar la selección del proceso a optimizar, se tomaron en cuenta los resultados de facilidad de extracción, liberación y color de fibra obtenidos para cada uno de los ensayos realizados, y sobre la base de estos se realizaron nuevas pruebas para mejorarlos y disminuir los costos operativos. En la Tabla 4 se exponen las condiciones de cada uno de los procesos bajo las cuales se obtuvieron los mejores resultados, mientras que la Figura 5 muestra los valores de liberación, blancura y facilidad de extracción obtenidos en cada uno de estos procesos.

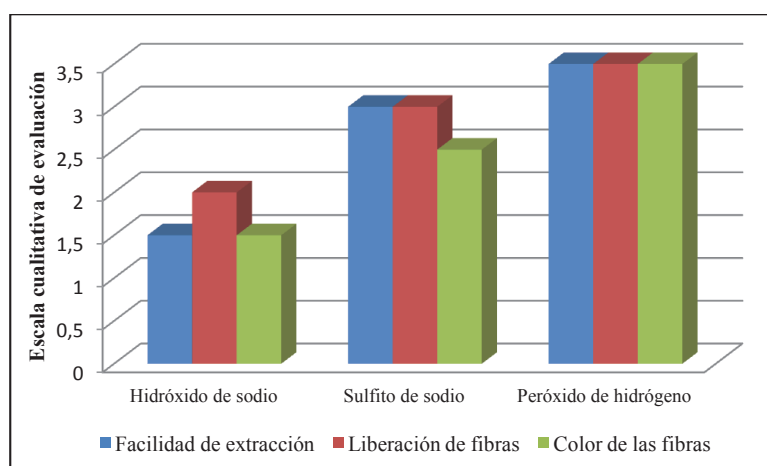


Figura 4. Resultados obtenidos con los mejores procesos para la selección del método a optimizar.

Proceso	Concentración del reactivo deslignificante	Temperatura (°C)	Tiempo de inmersión (min)	Relación peso de hojas/volumen del baño
Hidróxido de sodio	25,0 g NaOH /Isol	91 °C	20/20	2:1/6.1
Sulfito de sodio	15,0% del peso del material seco sumergido	91 °C	120	4:01
Peróxido de hidrógeno	37,5% W/W	91 °C	60	4:01

Tabla 4. Condiciones de proceso para la selección del método a optimizar.

Si se analiza en conjunto los cuatro parámetros de evaluación, se puede observar que el proceso con peróxido de hidrógeno es el más adecuado para su optimización por varias razones. En primer lugar, presenta las fibras más blancas y libres de todos los procesos debido al poder blanqueador del peróxido de hidrógeno, además de su capacidad para degradar la lignina. Adicionalmente, el proceso al peróxido ácido es el que más facilitó el paso de la carda para la separación de las fibras. Finalmente, el tiempo de inmersión del proceso con peróxido de hidrógeno, que presenta los mejores resultados, es menor en comparación con el proceso con sulfito, por lo que se puede prever un ahorro de recursos por la disminución de la cantidad de energía utilizada en el calentamiento.

3.2.5 Optimización del proceso seleccionado

Las hojas inmersas en un baño de deslignificación de concentración de peróxido de hidrógeno y ácido acético igual a 37.5% en peso, sumergidas durante 60 minutos y cuya relación masa de licor/masa de hoja es igual a 3, son aquellas que resultaron más fáciles de extraer.

Los intentos por encontrar un proceso que produzca mejores resultados en cuanto a facilidad de extracción, liberación y blancura de las fibras, y a la vez logre una disminución de los gastos energéticos y de reactivos fueron en cierta manera infructuosos, ya que la disminución de la relación de peso entre el licor y la hoja, la reducción de la concentración de ácido acético del baño o el descenso del tiempo de proceso, si bien disminuyen este consumo de reactivos o energía también dificultan mas la extracción de las fibras y producen fibras menos libres y blancas, lo cual se debe a que en estos procesos la cantidad de reactivo y/o el tiempo de inmersión, fueron menores a aquellos en los cuales la reacción entre el peróxido de hidrógeno y los materiales no fibrosos se da adecuadamente. Es así que en la Tabla 5 se pueden apreciar las condiciones de proceso que se seleccionó como óptimo.

En la Figura 5 se pueden apreciar las diferencias entre un grupo de fibras extraídas manualmente y otras extraídas con el método químico óptimo.

Parámetro	Valor
Relación peso de licor/peso de hoja	3:1
Tiempo de inmersión (min)	60
Temperatura de inmersión (°C)	91
Concentración de Peróxido de hidrógeno (%w/w)	37,5
Concentración de ácido acético (%w/w)	37,5

Tabla 5. Condiciones del proceso seleccionado como el químico óptimo.



Figura 5. Fibras de formio (a) extraídas manualmente (b) extraídas químicamente.

3.3 Caracterización química de las fibras

Los resultados de composición, tanto de aquellos filamentos extraídos en forma exclusivamente manual, como aquellos obtenidos por el método químico óptimo, servirán para inferir el efecto que el tratamiento químico tiene en la composición de las fibras. Estos resultados se pueden observar en la Figura 6.

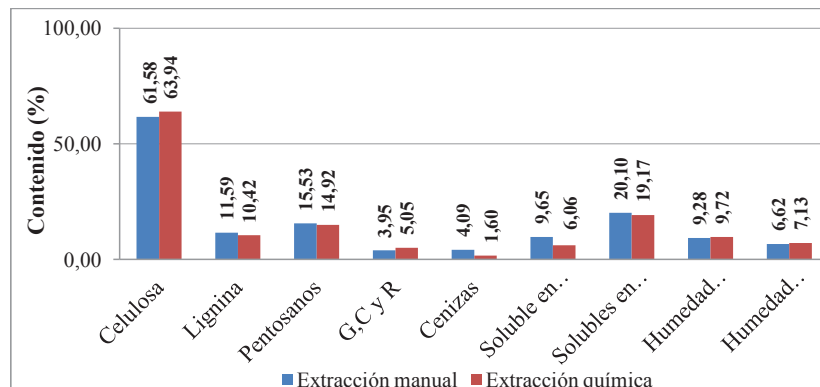


Figura 6. Fibras de formio (a) extraídas manualmente (b) extraídas químicamente.

Se pudo apreciar cierta diferencia el contenido de humedad, la cual se debe a que la cantidad de agua presente en las fibras depende de la humedad ambiental, y ya que las fibras fueron extraídas en días con condiciones ambientales diferentes, estas pudieron absorber diferente cantidad de agua, en comparación a la cantidad que absorbieron las otras fibras

Las diferencias entre el contenido de humedad inicial y de análisis son considerables, y esto se debe a que estas determinaciones se efectuaron con fibras de diferente tamaño de partícula, ya que mientras mayor es la superficie de fibra en contacto con el aire, mayor es la difusividad de humedad al ambiente, y por ende será menor el contenido de agua retenida en el interior de las fibras.

Existió una pequeña diferencia en el contenido de celulosa de las fibras, lo cual significa que el tiempo de inmersión de las hojas fue adecuado, debido a que los reactivos del baño de deslignificación no atacaron a la celulosa de las fibras, y por el contrario existe un aumento en dicho porcentaje. Por ende, y para fines de análisis de resultados se consideró que esta diferencia no fue parte del error típico, sino una real disparidad producida por una reacción de los componentes del baño previo con los demás compuestos de las fibras. Estos valores fueron cercanos al 63 %, valor encontrado en bibliografía, por lo cual se comprueba que estas determinaciones fueron realizadas de forma adecuada.

Se puede apreciar que el contenido de lignina se redujo, lo cual indicaría que los reactivos de extracción, a más de atacar los componentes de las hojas que cubrían las fibras, también atacaron a estas. La diferencia corresponde a aproximadamente un 1 %, lo cual afectaría la rigidez de las fibras, ya que esto significa que existió una disminución de aproximadamente el 10 % del contenido inicial de este componente, con lo cual se esperarían fibras menos resistentes a los esfuerzos de tracción y más flexibles, por la pérdida del apoyo mecánico que brinda este componente.

Se puede observar una cierta diferencia en el contenido de pentosanos, lo que significa que fueron atacados levemente por los reactivos de extracción. Esta reacción era esperada ya que estos compuestos pueden ser atacados por el peróxido de hidrógeno y degradarse en compuestos solubles.

Se pudo ver una diferencia en el contenido de grasas ceras y resinas, y aunque al parecer estos no fueron atacados por los reactivos del baño de deslignificación, existe un aumento porcentual como compensación a la disminución del resto de componentes tales como la lignina y los pentosanos.

El contenido de cenizas es el más afectado, ya que se pudo observar un descenso de casi 3 puntos porcentuales, lo que representa una pérdida del 61 % del contenido inicial. Esto se debería al alto poder oxidante del peróxido de hidrógeno, el cual reaccionó con los minerales de las fibras, y los oxidó a compuestos solubles en agua, que fueron desechados al momento del lavado.

Los resultados de solubles en hidróxido de sodio presentan concordancia con aquellos que muestran el con-

tenido de pentosanos, viéndose una ligera disminución del valor porcentual para las fibras extraídas químicamente, por lo cual las fibras químicas sí serían más resistentes al ataque de microorganismos.

El contenido de solubles en agua varió en gran medida para las fibras extraídas con el método químico óptimo, ya que la inmersión en el baño de deslignificación se realizó a condiciones de ebullición con agua en la solución, como vehículo de transporte de los reactivos, razón por la cual, se esperaba que cierta cantidad de materiales solubles hayan sido eliminados en la inmersión, y en el posterior lavado de las fibras

3.4 Caracterización física y mecánica de las fibras

El objetivo primordial fue el observar si la aplicación del baño de deslignificación tuvo algún efecto sobre la forma de la sección transversal, el título, la elongación a la ruptura y la tenacidad de las fibras.

Exceptuando la forma de la sección transversal, que al no arrojar datos numéricos no puede ser evaluada estadísticamente, todos los valores fueron sometidos a un análisis de varianza (ANOVA) y al proceso de diferencias menos significativas (LSD) de Fisher. Estos análisis se basan en el establecimiento de un nivel de confianza, el cual, y por tratarse de fibras con propiedades no uniformes, fue establecido en el 95 %, esto con la finalidad de obtener un rango de confianza amplio y a su vez incluir todos los datos analizados.

Se pudo apreciar que las fibras químicas no presentan un cambio apreciable en forma respecto a aquellas extraídas de forma exclusivamente manual; las fibras, que poseen formas diversas, están conformadas de gran cantidad de microfibrillas de forma aproximadamente circular, con un interior característico más oscuro y similar al lumen propio de las fibras de algodón, el cual podría haberse supuesto que se vería afectado por el ingreso de reactivo al interior de las fibras, lo cual aparentemente no ocurrió.

En cuanto a las otras propiedades físicas y mecánicas, las Tablas 6, 7 y 8 muestran las diferencias entre los valores obtenidos, tanto para el proceso manual, como para el proceso químico óptimo.

Método de extracción	Título (TEX)
Exclusivamente manual	14,31 ± 0,75
Químico óptimo	13,63 ± 0,67

Tabla 6. Título de las fibras extraídas manual y químicamente.

Se pudo observar que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre el título de las fibras extraídas manualmente y aquellas que fueron separadas con el método químico óptimo, a pesar de lo cual se pudo apreciar que el promedio de los títulos es ligeramente

diferente, de acuerdo con el método de extracción aplicado, lo cual puede deberse a un error típico de medición.

Método de extracción	Título (N/TEX)
Exclusivamente manual	47,99 ± 2,62
Químico óptimo	33,46 ± 2.13

Tabla 7. Tenacidad de las fibras extraídas manual y químicamente.

Se pudo determinar una disminución estadísticamente significativa de la tenacidad de las fibras, causada por la inmersión en el baño de deslignificación. Esta disminución de la resistencia a la tracción puede deberse a la disminución en la cantidad de lignina presente en las fibras. Esta disminución fue considerable y de aproximadamente el 30 %, por lo que se puede afirmar que el tratamiento químico previo disminuyó la resistencia de las fibras.

Método de extracción	Elongación a la ruptura (%)
Exclusivamente manual	5,13 ± 0,63
Químico óptimo	5,38 ± 0,65

Tabla 8. Elongación a la ruptura de las fibras extraídas manual y químicamente.

Después de la realización del correspondiente análisis estadístico, se pudo encontrar que la diferencia entre las medias de la elongación a la ruptura no era estadísticamente significativa, por lo que se puede afirmar que el proceso de enriado químico no produjo un efecto notorio en la distancia de estiramiento de las fibras antes de su ruptura.

Se pudo apreciar, que a pesar de existir una disminución en la tenacidad de aquellas fibras sometidas al baño químico óptimo, respecto a las fibras sin este proceso previo, no hubo afectación en la elongación a la ruptura de dichos filamentos, lo cual podría deberse, ya sea a la degradación completa de la lignina, o a una destrucción parcial de esta, lo cual disminuiría la resistencia de las fibras a los esfuerzos de tensión.

3.5 Capacidad de hilatura

Las fibras obtenidas mediante el método óptimo sugerido, esto es, con la máquina decortadora de cabuya, presentaron brillo, finura y blancura similares a las de la fibra de ramio (fibra textil de amplio consumo en China), por lo que se realizaron ensayos de hilatura artesanal con la fibra de ramio, realizando previamente un cardado manual. Sin embargo, la aspereza "natural" de

las fibras impide la cohesión entre ellas, lo que se refleja en la obtención de un hilo con bajas propiedades tensiles y poco uniforme. Es por ello, que se realizaron ensayos adicionales al proyecto, consistentes en procesos de descruce y blanqueo. Estos procesos no mejoraron la capacidad de hilatura de la fibra de formio, por lo que se sugiere realizar investigaciones para hilar fibra de formio en mezcla con otras fibras celulósicas, por ejemplo, con algodón.

4 Conclusiones

1. El método de extracción manual tradicional es extenso e involucra mucha mano de obra, además produce fibras poco liberadas, que requieren procesos adicionales de limpieza y con un color verdusco.
2. El proceso de enriado, aunque facilita la extracción posterior de las fibras, no produce resultados satisfactorios.
3. El proceso de extracción en descortezadora es el más adecuado de los procesos mecánicos, por su rapidez, limpieza y finura de la fibra obtenida.
4. El proceso de lavado en agua corriente de la fibra extraída por descortezado, mejora las propiedades de manipulación de la fibra.
5. El proceso de extracción con hidróxido de sodio no presentó resultados favorables, no existió mejoría en la facilidad de extracción, ni fibras más liberadas; adicionalmente, se obtuvieron fibras de color oscuro y no del color blanco deseado.
6. La inmersión en sulfito de sodio facilitó la extracción de las fibras de formio, cuando las hojas fueron sometidas a un proceso de machacado previo a esta inmersión, a diferencia de aquellas que no fueron sometidas a este proceso.
7. De los procesos químicos aplicados, el proceso con peróxido de hidrógeno y ácido acético produjo los mejores resultados, ya que con él se pudo obtener las fibras visiblemente más blancas, más libres y con la menor dificultad al momento del cardado; por lo cual fue el escogido para su optimización.
8. El proceso químico seleccionado como el óptimo fue aquel en el que el baño de deslignificación tuvo una concentración del 37,5 % en peso de peróxido de hidrógeno, igual concentración de ácido acético, con una relación 3:1 entre el peso del baño y el peso de las hojas sumergidas, a temperatura de ebullición y con un tiempo de inmersión de 60 minutos.
9. Los porcentajes de los componentes de las fibras, con el método químico, si bien sufrieron cierta variación, no cambiaron en gran medida, a excepción

de una marcada acción de los solventes químicos en el contenido mineral de las fibras, el cual se evidencia en un descenso del porcentaje de cenizas.

10. No existió una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de los valores de título y elongación a la ruptura obtenidos, tanto de las fibras manuales como de las químicas
11. El valor promedio de la tenacidad sí se vio afectado por la inmersión en el baño de peróxido y ácido acético, presentando una disminución de aproximadamente el 30%.
12. Las fibras de formio obtenidas no presentan buenas propiedades de facilidad de hilatura, aún después de procesos de descrude y blanqueo.

phormium-tenax-formio-fornio-lino-nueva-zelanda.htm, Julio 2010.

Referencias

- [1] Warwick H., 2000, *Extraction, content, strength, and extension of Phormium variety fibres prepared for traditional Maori weaving*, New Zealand journal of botany, (38), 469.
- [2] Brescia R., 1969, *Formio: No solo ornamental*, en Estéves R., *Almanaque del banco de seguros del estado*, Banco de seguros del estado, Montevideo, Uruguay, pp. 248-251.
- [3] Morales J., 2009, *Formio, Fornio, Lino de Nueva Zelanda, Cñamo de Nueva Zelanda*, <http://fichas.infojardin.com/arbustos/>
- [4] Wagner W., Herbst D. y Sohmer, S., 1999, *Manual of the Flowering Plants of Hawaii*, Honolulu, Hawaii, pp. 1356-1357.
- [5] Salazar S., 2010, *Caracterización de la fibra de Ramio (Boehmeria nivea) y estudio del tiempo de cosecha sobre sus propiedades mecánicas*, Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniera Agroindustrial, EPN, Quito, Ecuador, pp. 9-11.
- [6] Casey J., 1990, *Pulpa y Papel, Química y tecnología química*, Vol. 1, primera edición, Editorial Limusa, México D. F., México, pp. 209, 33-44, 49-55, 59-64, 87-92, 314-321, 358-368, 456-459, 801-802.
- [7] Bueno J., 1981, *Pulpa química y semiquímica al sulfato y al sulfito y pulpa mecánica de 53 especies forestales del Perú*, Universidad La Molina, Lima, Perú, p.3.
- [8] Hans A., 1996, *Cellulose, structure, accessibility and reactivity*, segunda edición, Editorial Gordon and Breach science, Ámsterdam, Holanda, pp. 6-21.
- [9] Skinkle J., 1949, *Textile testing: Physical, chemical and microscopical*, Chemical Publishing Co., New York, USA, pp. 39.