

EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE VASOS DE CAFÉ

EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF CELLULOSE FROM COFFEE CUPS

Delgado-Ramos K. L.¹, Moreno-Covarrubias D.², Juárez-Méndez M. E.¹, Hernández- Leal R.¹, Brachetti-Sibaja S. B.¹, Palma-Ramírez D.^{3,4}.

¹TecNM-IT de Ciudad Madero, Av. 1o. de Mayo esq. Sor Juana Inés de la Cruz s/n Col. Los Mangos C.P.89440, Cd. Madero, Tamps.

²Estudiante del TecNM-IT de Altamira, Carr. Tampico-Mante km. 24.5, C.P. 89602, Altamira, Tamps.

³Instituto Politécnico Nacional, CMP+L, Av. Acueducto S/N, Ticomán, Gustavo A. Madero, C.P. 07340 Ciudad de México, CDMX.

⁴Instituto Politécnico Nacional, UPIIH, Carr. Pachuca - Actopan km 1+500, C.P. 42162 Hgo. silvia.bs@cdmadero.tecnm.mx, dpalmar@ipn.mx.

RESUMEN

Desde la mitad del siglo pasado, los polímeros han reemplazado materiales como el vidrio, cerámicos, metales, entre otros, debido al mejoramiento de sus propiedades. Sin embargo, el uso excesivo de estos ha provocado una contaminación especial debido a la incorrecta disposición de sus desechos y al tiempo que transcurre de su total descomposición. Un caso en específico son los vasos de café usados, menos del 1% son reciclados, debido a la dificultad para separar sus componentes, como la fibra de celulosa (95%) del polietileno (5%). Normalmente estos son quemados o llegan a vertederos, desintegrándose lentamente, convirtiéndose en microplásticos que quedan atrapados en

el suelo o son arrastrados a cuerpos de agua hasta llegar al mar, generando efectos negativos en el medio ambiente. Actualmente ha surgido una alternativa sostenible para reutilizar la fibra de celulosa obtenida de vasos desechables de café. Este trabajo presenta los resultados de la identificación de la estructura química de la fibra, mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), incluyendo el estudio del tratamiento para obtener celulosa cristalina. Inicialmente, se realizó un tratamiento amigable con el medio ambiente libre de cloro, de NaOH/H₂O₂ para obtener la condición óptima de blanqueamiento, así como eliminar la hemicelulosa y lignina. Posteriormente, la celulosa obtenida fue tratada mediante

hidrólisis con H₂SO₄ al 64% volumen por 10 min, el producto fue caracterizado a través de FTIR, corroborando una disminución de la intensidad de los grupos funcionales de hemicelulosa y lignina; dispersión dinámica de luz (DLS), determinando el tamaño de partícula, identificándose partículas de tamaño nanométrico.

PALABRAS CLAVE: Blanqueamiento; medio ambiente, nanocelulosa, sostenible.

ABSTRACT

Since the middle of the last century, polymers have replaced materials such as glass, ceramics, metals, among others, due to the improvement of their properties. However, the excessive use of these has caused a special contamination due to the incorrect disposal of their waste and the time that elapses of its total decomposition. A specific case is used coffee cups, less than 1% are recycled, due to the difficulty of separating its components, such as cellulose fiber (95%) from polyolefin (5%). Normally, these are burned or deposited in landfills, slowly disintegrating, becoming microplastics, remaining trapped in the ground or dragging into bodies of water until they

reach the sea, producing negative effects on the environment. Currently, a sustainable alternative has emerged to reuse the cellulose fiber extracted from disposable coffee cups. A specific case is used coffee cups, less than 1% are recycled, due to the difficulty in separating their components, such as cellulose fiber (95%) from polyethylene (5%). Normally these are burned or reach landfills, slowly disintegrating, becoming microplastics that are trapped in the soil or are dragged into bodies of water until they reach the sea, generating negative effects on the environment. Currently, a sustainable alternative has emerged to reuse cellulose fiber obtained from disposable coffee cups. This work presents the results of the identification of the chemical structure of the fiber, by means of Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), including the study of the treatment to obtain crystalline cellulose. Initially, an environmentally friendly treatment free of chlorine, NaOH / H₂O₂ was carried out to obtain the optimal bleaching condition, as well as eliminate hemicellulose and lignin. Subsequently, the cellulose obtained was treated by hydrolysis with H₂SO₄ at 64% volume for 10 min, the product was characterized through FTIR, corroborating a decrease in

the intensity of the functional groups of hemicellulose and lignin, dynamic light scattering (DLS), determining the particle size, identifying nano-sized particles.

Keywords: Environment, nanocellulose, sustainable, bleaching.

INTRODUCCIÓN

Actualmente se busca el desarrollo de productos sostenibles para disminuir la contaminación a nivel mundial, la cual ha ido incrementando, debido al uso y consumo de plásticos derivados del petróleo que a lo largo del tiempo han remplazado a otros materiales, algunos ejemplos son el vidrio, la madera, el metal, entre otros [1]; sin embargo, la mayoría de estos plásticos no se degradan con facilidad, por lo cual la mayoría de las compañías suelen enviarlos a vertederos, provocando al paso de los años la formación de microplásticos secundarios, lo cual se genera debido a la degradación del plástico [2], dentro de los diferentes tipos de plástico, están el polietileno (PE), polipropileno (PP), poliestireno (PS), policarbonato (PC), tereftalato de polietileno (PET), cloruro de polivinilo (PVC), poliuretano (PU), entre otros. El polietileno es uno de los materiales plásticos de fabricación más económica y

simple, por lo que se generan aproximadamente unos 80 millones de toneladas anuales en el mundo entero. Los plásticos son utilizados para la fabricación de productos de uso cotidiano, tales como envases de bebidas, desechables, productos para construcción y protección, automóviles, juguetes y muebles entre otros; sin embargo, la magnitud del consumo de plásticos en nuestras sociedades da como resultado una alta huella de carbono relacionada con la producción, grandes volúmenes de desechos, contaminación persistente, daños a la vida silvestre y al ecosistema. De la misma manera suelen ser enviados directamente a la quema para la producción de energía, formando gases como metano y etileno que provocan efectos negativos para el entorno en el que se vive. En este trabajo se presenta una alternativa de sostenibilidad enfocada en vasos de café, compuestos de celulosa y polietileno, el cual sirve de revestimiento para retener el calor y repeler líquidos, debido a su resistencia térmica, este producto es utilizado y desechado diariamente, generando un problema ambiental por amplio uso, se requiere darle tratamiento adecuado a este tipo de producto de uso común. Por esta misma

razón, la finalidad de este proyecto es determinar las propiedades óptimas para la recuperación de celulosa y nanocelulosa utilizando como materia prima los vasos desechables, y así, ofrecerles una aplicación mediante el aprovechamiento de redes interpenetradas y posteriormente ser utilizadas para el reforzamiento de propiedades mecánicas de polímeros que permitan darle un aprovechamiento en diversas industrias como las de transporte, obteniendo productos con valor agregado, mejores propiedades, sostenible, además, su utilización contribuirá a mejorar la calidad del medio ambiente.

METODOLOGÍA

Los vasos de café son obtenidos después de ser usados en diversos establecimientos, cafeterías, centros comerciales, expendios entre otros, posteriormente se lavan para eliminar residuos de la bebida que contenían.

Separación de la película de polietileno.

Se caracterizó mediante espectroscopia FTIR una muestra de un vaso de café nuevo, usado y lavado con agua caliente, empleando un espectrofotómetro marca Perkin Elmer, modelo Spectrum 100, para

conocer los grupos funcionales presentes. Posteriormente, se redujo el tamaño de las muestras, cortándolos en trozos de aproximadamente 4 cm. Se realizó un tratamiento con agua caliente para separar la fibra del recubrimiento. Se secó y procesó en un molino (malla de 5 mm) para disminuir su tamaño de partícula.

Posteriormente, se realizó una serie de tratamientos para la eliminación de las tintas de color, de los sellos impresos en los vasos de café, así como la hemicelulosa y lignina, presente en las fibras obtenidas, **Tabla 1**, con la finalidad de obtener un tratamiento óptimo para la eliminación de estos compuestos.

Tabla 1. Tratamientos utilizados para eliminar, tintas, hemicelulosa y lignina.

| Tratamiento | NaClO ₂ | H ₂ O ₂ 30% | H ₂ O ₂ 50% | C ₂ H ₅ O H/H ₂ O | NaOH/ C ₂ H ₅ OH 30% | NaOH/ C ₂ H ₅ OH 50% |
|-------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---|--|--|
| T1 | | X | | X | | |
| T2 | X | | | | | |
| T3 | X | | | X | X | |
| T4 | | X | | X | X | |
| T5 | | | X | X | | X |

Eliminación de tintas, hemicelulosa y lignina.

Después del tratamiento de eliminación de la película de polietileno, se tomaron 5 g de fibra para cada uno de los tratamientos propuestos en la Tabla 1. Después, en un vaso de precipitado se colocó la fibra y las soluciones mezcladas de cada tratamiento (T1, T2, T3, T4 y T5), con un tiempo de reacción de 2 h, una

temperatura de 60 °C con agitación magnética, pasado este tiempo la muestra se filtra y neutraliza con una mezcla de etanol/agua destilada en agitación durante 1 h. Este proceso se repite dos veces, finalmente se introduce en un horno de secado durante 2 h. Las muestras se caracterizan mediante FTIR para identificar sus grupos funcionales.

Se realizó un tratamiento simultáneo en el cual se prepararon dos soluciones en un matraz de 100 mL; una de hidróxido de sodio (NaOH) al 10% y otra a partir de una solución de peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 50%, se preparó H₂O₂ al 15% para 5 g de fibra. Posteriormente, en un vaso precipitado se colocó la fibra y las soluciones mezcladas, colocándolo en agitación magnética durante 2 h a una temperatura de 60 °C, se filtró y neutralizó con una mezcla de etanol/agua destilada bajo agitación durante 1 h. Se repitió el proceso dos veces, finalmente se introdujo en un horno de secado durante 2 h. La muestra fue caracterizada mediante FTIR para identificar sus grupos funcionales.

Hidrólisis de ácido sulfúrico al 64%. Se procedió a realizar la hidrólisis ácida para la obtención de nanopartículas de celulosa (NC) con ácido sulfúrico (AS) al 64%. Se procesó 5 g de la muestra de fibra de

celulosa con una solución en AS al 64%, bajo agitación a 10 min, terminado este proceso, se centrifugó a 6000 rpm durante 15 min y se colocó en un baño ultrasónico durante 10 min. Se filtró y se realizó una diálisis hasta alcanzar un pH de 5, con la finalidad de separar los compuestos de bajo peso molecular. De la misma manera, dichas muestras fueron analizadas mediante FTIR para conocer sus grupos funcionales y corroborar la presencia de celulosa y eliminación de componentes no deseados.

Dispersión dinámica de luz (DLS). La preparación de las muestras posterior a la hidrólisis se realizó dispersando 10 mg de la muestra en 100 mL de agua inyectable, las cuales fueron asistidas mediante un baño ultrasónico de marca Crest Ultrasonic, modelo 1200D durante 10 min. Posteriormente, las muestras fueron filtradas usando un filtro de 250 µm. Se realizó las mediciones en un analizador de partículas marca Anton Paar, modelo TM 500.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Eliminación de tintas, hemicelulosa y lignina. Los resultados obtenidos durante el proceso de remoción de tintas, hemicelulosa y lignina, muestran a simple

vista que los tratamientos T1, T2 y T3, no son eficientes, ya que se observan pigmentos de color rojo, característicos de la tinta del sello impreso de la marca en los vasos de café, los tratamientos T4 y T5 permiten visualizar fibras de vasos de café sin tintas color rojo, con el T4 se observa una coloración beige y en el tratamiento T5 el resultado final de las fibras es de una coloración blanca en su totalidad, como se muestra en la **Figura 1**.



Figura 1. Fibras obtenidas después de los diferentes tratamientos.

Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR). En la **Figura 2a**, se pueden observar los espectros de FTIR, en la cual se realizó una comparación de los espectros del interior de un vaso desechable; uno nuevo (V.N.), uno contaminado (V.C.), también otro contaminado y posteriormente lavado (V.L.), con la finalidad de confirmar si ambas capas contienen polietileno (PE), así como la remoción de los grupos

funcionales del producto (café). Los tratamientos de T4 y T5, muestran disminución del color al aumentar la concentración de peróxido de hidrógeno del 30 al 50%. Se observó el T5 utilizando peróxido al 50% que elimina por completo el colorante, a diferencia de los demás tratamientos. Los espectros FTIR de las fibras obtenidas después de los tratamientos para la eliminación de tintas se observan en la **Figura 2b**, las identificaciones de cada banda; se incluye el vaso de café (V.D.N.) para poder realizar la comparación. En los espectros se observó la disminución de intensidad o eliminación de las señales en 1400 [3], 1247, 870 y 716 [4] cm^{-1} , con el fin de confirmar la eliminación o disminución de señales de hemicelulosa y lignina residual, así como la disminución y eliminación de la banda ubicada en 2919 cm^{-1} del grupo funcional CH_2 atribuido a las tintas o colorantes de los sellos de impresión de las marcas en los vasos.

En la **Figura 3a** se puede observar el espectro con los resultados obtenidos con esta técnica, donde se realiza la comparación con el tratamiento óptimo de los tratamientos (T5), para la muestra a) celulosa con polietileno, se logró detectar la presencia de la fibra de celulosa en

1023 cm^{-1} [4]. Se observa la contribución de los grupos funcionales orgánicos tanto como el polietileno de baja densidad en 1273 cm^{-1} , presente en el interior del vaso de café el cual ayuda a evitar que los líquidos se filtren.

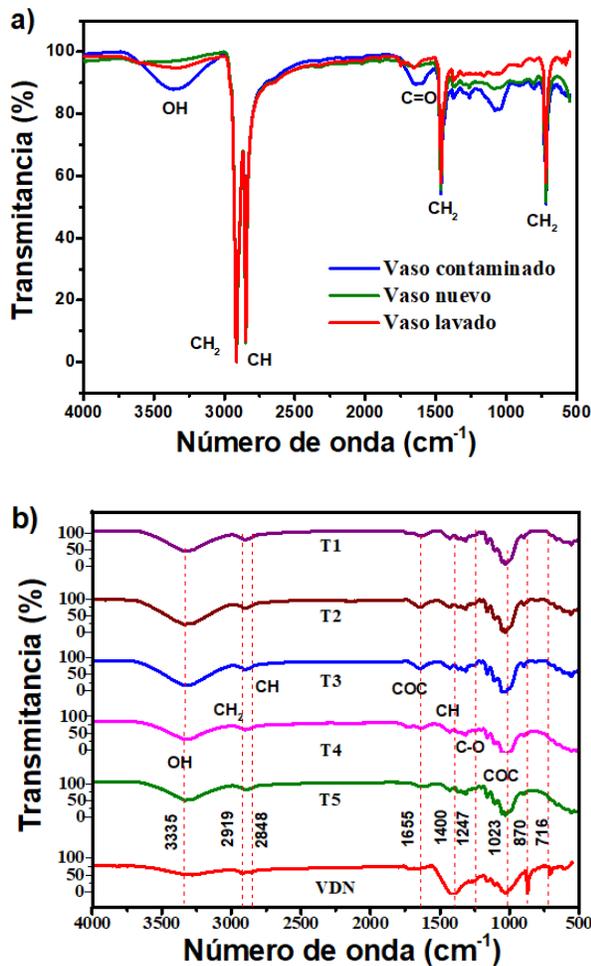


Figura 2. Asignación de grupos funcionales en los espectros de FTIR de a) un vaso de café contaminado, nuevo y lavado; b) los tratamientos realizados y del vaso desechable nuevo.

Para la celulosa blanqueada, se detectaron las vibraciones de estiramiento de los grupos OH en 3318 cm^{-1} [5], mientras que el estiramiento del enlace

carbono-hidrógeno se localiza en 2981 y 2808 cm^{-1} [5]. Del mismo modo, se observó la presencia del polietileno a partir de sus grupos funcionales característicos CH₂, donde se observaron las bandas a distintos números de onda, en 1330 cm^{-1} , el enlace glucosídico C-O-C en 1023 cm^{-1} [4] y la deformación de CCC en celulosa en 555 cm^{-1} .

En los resultados para la nanocelulosa, podemos identificar en los espectros la banda en 3002–3687 cm^{-1} que corresponde a una tensión de O-H, como sabemos, esta banda es típica de los alcoholes, esto se da principalmente, por los puentes de hidrógeno presentes, también puede ser atribuida a las moléculas de agua [5]. De nuevo, se encuentra presente el grupo metilo en la señal a 2893 cm^{-1} . El segmento de la huella dactilar está ubicado en el intervalo entre 1500 y 550 cm^{-1} , presenta una serie de señales intensas, pero que difieren en posición al hacer una comparación entre ellas. Se puede ver en la señal más intensa la flexión de C-H y O-H, lo que representa la molécula de la glucosa que contiene el polisacárido.

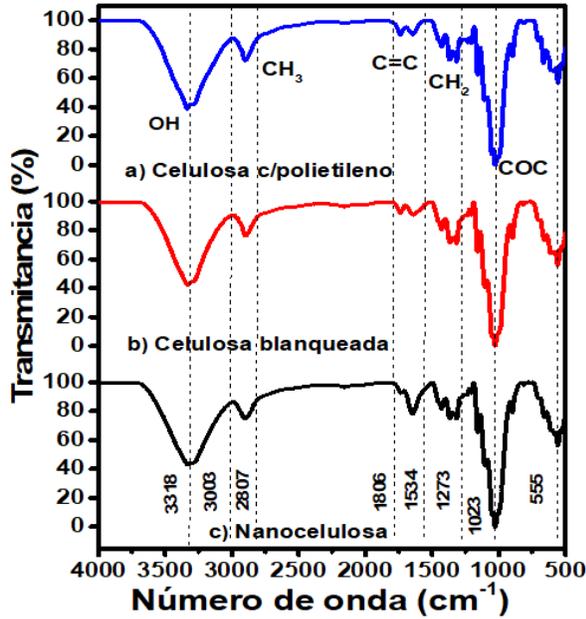


Figura 3. Espectros de FTIR obtenidos de a) celulosa c/polietileno, b) celulosa blanqueada y c) nanocelulosa.

Tabla 1. Asignación de grupos funcionales en las bandas de absorción del FTIR de las fibras obtenidas.

| Número de onda (cm ⁻¹) | Grupos funcionales |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| 3318-3303 | Estiramiento asimétrico del grupo OH |
| 2893 | Estiramiento CH ₃ |
| 1643 | Estiramiento de vibración C=C |
| 1338 | Flexión de CH ₂ |
| 1023 | Flexión de C-O-C |
| 555 | Deformación de C-C-C |

Dispersión dinámica de luz (DLS).

Después de los diversos tratamientos para la extracción de celulosa y obtener cristales de nanocelulosa mediante una hidrólisis ácida con H₂SO₄, la muestra se analizó mediante la técnica de DLS, la cual permite conocer el diámetro hidrodinámico de las partículas de celulosa extraída de

los vasos de café, estas partículas fueron dispersadas dentro de un baño ultrasónico y posteriormente se diluyeron en agua, para volverse a dispersar y su posterior lectura; en la **Figura 4** se observa que se pueden obtener partículas menores a 100 nm después de la hidrólisis ácida.

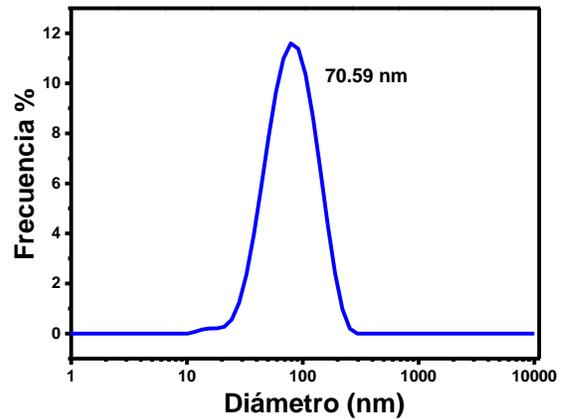


Figura 4. Dispersión de las partículas de nanocelulosa.

CONCLUSIONES

Después de los diversos tratamientos para la extracción de celulosa y obtener cristales de nanocelulosa mediante una hidrólisis ácida con H₂SO₄, se analizaron grupos funcionales en los distintos espectros de un vaso nuevo, vaso contaminado y vaso lavado, de la parte interior en donde se visualizó la presencia del polietileno debido al recubrimiento interior que presenta el vaso. Se logró obtener la condición óptima con el tratamiento T5, de las diferentes

propuestas, el cual permitió obtener un mejor blanqueamiento de las fibras de celulosa y nanocelulosa obtenidas de los vasos de café, que incluye la tinta de los colorantes impresos en la superficie externa del mismo. Para ello, es importante el uso de un tratamiento amigable con el medio ambiente libre de cloro, simultáneo con H₂O₂ al 50% y NaOH/H₂O₂ al 50%. Asimismo, se logró corroborar la disminución de los grupos funcionales de hemicelulosa y lignina para la obtención de celulosa. Por DLS, se comprobó la extracción de nanocelulosa.

REFERENCIAS

- [1] D. Klemm, B. Heublein, H. Peter Fink, A. Bohn. (2005) Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material, *Angewandte Chemie - International Edition*, 44 (22), 3358–3393.
- [2] M. M. Mortula, S. Atabay, K. P. Fattah, A. Madbuly (2021) Leachability of microplastic from different plastic materials, *J Environ Manage*, 294. 0301-4797.
- [3] K. Kavkler, A. Demšar. (2011) Examination of cellulose textile fibres in historical objects by micro-Raman spectroscopy, *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 78, 740–746.
- [4] R. Alimohammadzadeh, A. A. Rafi, L. Goclik, C. W. Tai, A. Cordova, (2022) Direct organocatalytic thioglycolic acid esterification of cellulose nanocrystals: A simple entry to click chemistry on the surface of nanocellulose, *Carbohydrate Polymer Technol. Appl.*, 3. 100205.
- [5] A. Macías-Almazán, J.A. Lois Correa, M.A. Domínguez Crespo, A.B. López Oyama, A.M. Torres Huerta, S.B. Brachetti Sibaja, A.E. Rodríguez Salazar (2020) Influence of operating conditions on proton conductivity of nanocellulose films using two agroindustrial wastes: Sugarcane bagasse and pinewood sawdust, *Carbohydr Polym*, 238, 116171

