

Producción sustentable de microfibrillas de celulosa a partir de fibras de agave mediante irradiación de microondas

Sustainable production of cellulose microfibrils from Agave fibers using Microwave Irradiation

Jhosseet Javier Rios Rios ^c, Rodolfo Immanol Velázquez Salinas ^b, Mónica Aimeé Cenicerós Reyes ^a, Ernesto Hernández Hernández ^b, Pablo Gonzales Morones ^{b, *}, Luis Manuel Palacios Pineda ^{c, *}

^a Coordinación del Laboratorio Central de Instrumentación Analítica, Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Blvd. Enrique Reyna Hermsillo #140, San José de los Cerritos, C.P. 25294, Saltillo, Coahuila, México.

^b Departamento de Materiales Avanzados, Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA), Blvd. Enrique Reyna Hermsillo #140, San José de los Cerritos, C.P. 25294, Saltillo, Coahuila, México

^c Tecnológico Nacional de México / Instituto Tecnológico de Pachuca, Carr. México-Pachuca Km 87.5, 42080, Pachuca, Hgo., México

Resumen

El presente trabajo es un proceso novedoso para la obtención de microfibrillas de celulosa (MFCs) a partir de residuos agroindustriales de fibras de agave (FA), mediante un proceso de microondas. La FA fue pretratada mediante su trituración/tamizado, lavado acuoso y secado; después, se trató por microondas en etilenglicol a 250 °C, 600 rpm, 1700 W/s y 45 min. Finalmente, las MFCs, se filtraron, lavaron y secaron. Las MFCs se caracterizaron por: XRD, FTIR, OM, SEM, TGA y DSC; y se encontró que tienen un 88.3% en peso de celulosa, diámetro promedio de 19.9 µm, índice de cristalinidad de 89.5 % y estabilidad térmica de 366 °C. Estos resultados demostraron que se obtuvieron MFCs, sin un medio reactivo (soluciones alcalinas/ácidas). Además, el tiempo de procesamiento se redujo de 4-72 h a 45 min en comparación con métodos convencionales. Debido a estas reducciones, se considera que el presente proceso, cumple con algunos de los 12 principios de la química verde.

Palabras Clave:

Fibras Naturales, Microfibrillas, Nanocristales, Celulosa, Microondas.

Abstract

The present work proposes a novel process for obtaining cellulose microfibrils (CMFs) from agro-industrial agave fiber (AF) residues through a microwave-assisted method. The AF was pretreated by crushing/sieving, aqueous washing, and drying; subsequently, it was treated with microwaves in ethylene glycol at 250 °C, 600 rpm, 1700 W, and 45 min. Finally, CMFs were filtered, washed, and dried. The CMFs were characterized by XRD, FTIR, OM, SEM, TGA, and DSC, and were found to contain 88.3 wt% cellulose, with an average diameter of 19.9 µm, a crystallinity index of 89.5 %, and thermal stability of 366 °C. These results demonstrated that CMFs were successfully obtained without the use of reactive media (alkaline/acidic solutions). In addition, the processing time was reduced from 4–72 h to 45 min compared to conventional methods. Owing to these reductions, it is considered that the present process complies with some of the 12 principles of green chemistry.

Keywords:

Natural Fiber, Microfibril, Nanocrystal, Cellulose, Microwaves

1. Introducción

El uso masivo de polímeros sintéticos no biodegradables ha generado una creciente preocupación ambiental debido a su lenta degradación y acumulación en ecosistemas terrestres y acuáticos (Koshti et al., 2018). En respuesta, el desarrollo de materiales compuestos biodegradables ha cobrado relevancia como estrategia para reducir la huella ambiental de los productos plásticos (Zhao et al., 2020). Entre estos, los biocompuestos reforzados con celulosa, obtenida de fuentes naturales renovables, representan una alternativa prometedora por su bajo impacto ambiental, alta disponibilidad y propiedades mecánicas favorables (A. K. Mohanty, 2000).

La celulosa se considera el compuesto orgánico más abundante derivado de la biomasa. Se estima que la producción mundial de este biopolímero es de entre 10¹⁰ y 10¹¹ toneladas por año (Lavoine et al., 2012). Presenta cuatro polimorfos (I, II, III y IV), siendo la celulosa I, la forma natural, aparece en dos alomorfos, Ia e Ib (Lavoine et al., 2012). Se sintetiza en forma de biopelículas en algas y bacterias, y como microfibrillas en las plantas (A. Balaji, 2015). Se trata de un biopolímero semicristalino, incoloro, inodoro, hidrófilo e insoluble en disolventes orgánicos, cuya degradación térmica ocurre entre 250 – 350 °C (Vaisanen et al., 2016). En años recientes ha despertado un creciente interés en el campo de los compuestos poliméricos, utilizándose en forma de

*Pablo Gonzales Morones: Autor para la correspondencia: pablo.gonzalez@ciqa.edu.mx

Correo electrónico: m23201305@pachuca.tecnm.mx (Jhosseet Javier Rios Rios), 118201045@pachuca.tecnm.mx (Rodolfo Immanol Velázquez Salinas), monica.ceniceros@ciqa.edu.mx (Mónica Aimeé Cenicerós Reyes), ernesto.hernandez@ciqa.edu.mx (Ernesto Hernández Hernández), pablo.gonzalez@ciqa.edu.mx (Pablo Gonzales Morones), luis.pp@pachuca.tecnm.mx (Luis Manuel Palacios Pineda).

fibras, microfibrillas y nanocristales con una amplia variedad de aplicaciones, destacando como relleno y refuerzo en distintos biocompuestos (A. K. Mohanty, 2000).

La celulosa microfibrilada, también denominada microfibrilla de celulosa (MFC) fue producida por primera vez en 1983, utilizando pulpa de madera y un homogeneizador de alta presión, el cual desintegró las fibras de celulosa en fibrillas subestructurales y microfibrillas con longitudes en la escala de micras, y anchos desde diez a cientos de nanómetros (Turbak et al., 1983). Inicialmente las MFC se emplearon como aditivos en alimentos, pinturas, cosméticos y productos médicos, gracias a sus propiedades como espesantes y emulsionantes. Sin embargo, avances posteriores en el estudio de las propiedades de la MFC, ha permitido que este material se emplee como material de refuerzo en compuestos contribuyendo a reducir el uso de polímeros sintéticos.

El aprovechamiento de cargas naturales en biocompuestos depende de sus propiedades intrínsecas y su viabilidad económica. Entre sus ventajas se encuentran la disponibilidad inmediata, bajo costo, no toxicidad, biodegradabilidad y biocompatibilidad. Los refuerzos naturales más utilizados son el polvo de madera y las fibras vegetales (compuestas principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina), que pueden obtenerse de cultivos específicos (primarios) o de residuos agroindustriales (secundarios). En este contexto, la fibra de agave, un residuo abundante de la industria tequilera el cual se destina a la alimentación animal con escaso valor nutricional, se ha propuesto como materia prima para la obtención de microfibrillas (MFCs). (La Mantia & Morreale, 2011; Menossi et al., 2021). Sin embargo, los métodos convencionales de extracción suelen implicar el uso intensivo de productos químicos agresivos y largos tiempos de procesamiento, lo que limita su sustentabilidad.

Las principales desventajas de las fibras naturales como elemento de refuerzo son baja resistencia al impacto, la descomposición térmica a temperatura mayor a 200 °C y mala dispersión y adhesión entre las partículas (relleno) y la matriz polimérica. Las MFCs no están exentas de estas últimas dos características, por lo que se ha investigado la modificación de la superficie de relleno y su dispersión, pues, con la simple adición de cargas naturales orgánicas a la matriz biodegradable se obtienen propiedades mecánicas deficientes a comparación del polímero solo (La Mantia & Morreale, 2011; Rubio-López et al., 2015)). La modificación se puede realizar con el injerto de grupos químicos capaces de mejorar las interacciones interfaciales entre las partículas de relleno y la matriz polimérica, mediante técnicas físicas y químicas como el tratamiento alcalino, la acetilación y los tratamientos con silano o anhídrido maleico, pero tienen como inconveniente el aumento en el costo y la complejidad de la producción (en algunos casos se pierden propiedades mecánicas) por lo que su aplicación industrial no es viable (La Mantia & Morreale, 2011).

Considerando que es necesario desarrollar procesos óptimos, amigables con el medio ambiente y alineados con los principios de química verde; en este trabajo se presenta una metodología sustentable para la obtención de MFCs a partir de fibra de agave, mediante el uso de radiación de microondas, un tratamiento térmico dieléctrico que acelera la ruptura de enlaces lignocelulósicos y mejorar la eficiencia del proceso. Se describe la secuencia de tratamientos físicos y químicos aplicados a la fibra de agave, así como las técnicas empleadas para su caracterización estructural, térmica y morfológica. La metodología propuesta busca minimizar el uso de sustancias tóxicas y reducir el consumo

energético, contribuyendo al aprovechamiento de residuos agroindustriales como fuente de refuerzos funcionales en materiales biodegradables de próxima generación.

2. Desarrollo experimental

2.1. Materiales

La materia prima utilizada fue Fibra de agave tequilana weber variedad azul, obtenida como desecho de la industria del tequila, del estado de Guadalajara Jalisco. Los reactivos utilizados incluyeron Etilenglicol al 99 % de la marca Meyer, hidróxido de sodio (NaOH) grado reactivo de la marca Analytyka ®; hipoclorito de sodio (NaClO) marca Cloralex ® con concentración de 17 % y un pH de 5 (Cárdenas Bahena & Baires Vázquez, 2012). Se emplearon como disolventes; agua destilada a temperaturas de 120 a 150 ° C, en una caldera con capacidad a nivel planta piloto; agua potable; acetona al 99.5 %, de la marca Jalmeq; y alcohol etílico absoluto, de la marca Anlytyka.

2.2. Caracterización de las MFCs y FA

Las FA lavadas y las MFCs fueron caracterizadas mediante las siguientes técnicas:

- **Microscopía electrónica de barrido (SEM):** Se realizaron microscopías de SEM para; la FA con dos lavados de agua, las MFCs posteriores al tratamiento por microondas y las MFCs blanqueadas en un microscopio electrónico de barrido portátil JEOL. Se utilizó el detector SEI a un voltaje de 15.0 kV y aumentos de 27X, 150X, 500X y 850X para observar la morfología de las fibras.
- **Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR):** Se utilizó un espectrómetro infrarrojo Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR, con punta de gadolinio o diamante para los estudios ATR. Se realizaron estudios con 100s de escáner y una resolución de 16 cm, para identificar grupos funcionales presentes en la celulosa y confirmar la eliminación de lignina y hemicelulosa.
- **Análisis termogravimétrico (TGA):** Se utilizó un equipo TGA Analizador Termogravimétrico Serie Discovery para analizar la estabilidad térmica de las muestras bajo las siguientes condiciones: intervalo de temperatura de 30 a 600 °C en atmósfera de N₂, con un flujo continuo de 50 mL/min y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. A partir de los 600 °C y hasta los 700 °C se introdujo O₂ para promover la oxidación de la materia orgánica residual.
- **Calorimetría diferencial de barrido (DSC):** El equipo utilizado para esta técnica fue el DSC2500 serie Discovery de la Marca TA Instruments, las condiciones de operación del análisis fueron: Velocidad de calentamiento de 10 °C/min, con una atmósfera de N₂ de ultra alta pureza y un flujo continuo de N₂ de 50 mL/min, para evaluar el flujo térmico a través de las fibras.
- **Difracción de rayos X (XRD):** Los estudios de difracción de rayos X se realizaron en un equipo Siemens D5000 usando una radiación de Cu de 1.54 Å.

Las condiciones de análisis fueron: voltaje de 20 kV, intensidad de filamento de 25 mA, rango de análisis de 5 – 40 ° en 20 y una velocidad de barrido de 0.05 °/min para determinar el índice de cristalinidad de las MFCs.

- **Microscopía Óptica (OM):** Se realizaron capturas con un microscopio óptico Keyence VHX-5000, con el que se tomaron imágenes con aumentos de 20X, 30X, 50X, 100X, 150X y 200X, realizando dos capturas por cada aumento de las fibras y MFCs.

2.3. Producción de microfibrillas de celulosa a partir de desechos de la industria del tequila

Para producir las MFCs a partir de la FA, el proceso consistió en las siguientes etapas: a) Trituración de la FA, b) tamizado de las fibras trituradas, c) lavado y secado de la fibra tamizada, d) tratamiento con microondas de las fibras lavadas, e) filtrado de MFCs y f) blanqueado y secado de MFCs. Las condiciones a las cuales se realizaron cada una de estas etapas se describen a continuación:

Trituración de fibra de agave

Se trituraron 2.75 kg de FA sin tratamiento previo en un molino de cuchillas Brabender® TYP 510/9 con malla 2x2 in² durante 3 h. La fibra molida se almacenó en bolsas de plástico. La Figura 1 muestra el molino utilizado y las fibras trituradas.



Figura 1 Trituración de FA: A) Molino de cuchillas marca Brabender® y B) FA molida.

Tamizado

La FA triturada se tamizó en un equipo Tyler Ro-Tap modelo RX-29, se utilizaron mallas # 20 (850 µm), #30 (600 µm), #50 (300 µm), #70 (210 µm) y #100 (150 µm) durante ciclos de 30 min. Cuyo proceso muestra en la Figura 2. Se recolectaron únicamente las fibras correspondientes a las mallas #30 y #70; recolectando un total de 810 g de FA.

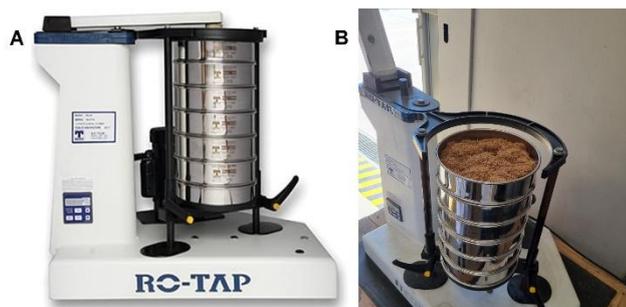


Figura 2 Tamizado de FA: A) Tamizador Tyler Ro-Tap, RX-29, B) Llenado del tamiz.

Lavado y secado de la fibra tamizada

La FA tamizada se sometió a un proceso lavado con agua destilada a 80 °C y agitación constante (300 rpm) durante 1 h, como se muestra en la Figura 3. Después del lavado las FA de malla 30, se filtraron empleando un sistema de filtración al vacío con embudo Bücher, para el cual se utilizó un matraz Kitasato, un embudo tipo Büchner, un filtro de celulosa de poro cerrado y una bomba de vacío Felisa modelo FE-1405. Se aplicó un enjuague con acetona a las fibras obtenidas para facilitar el secado y con ayuda de dos coladores se filtró para remover impurezas como tierra y azúcares residuales. Este proceso de lavado se realizó dos veces.

Para la FA malla 70, después del proceso de lavado en agua destilada a 80 °C durante 1 h, la fibra se dejó precipitar en los vasos, posteriormente, se extrajo la mayor cantidad de agua por decantación; después se utilizó el mismo sistema de filtración al vacío con embudo Bücher descrito para las FA de malla 30. La FA lavada se filtró y lavó con acetona, para facilitar el secado; este proceso de lavado, también se realizó por duplicado. Después del proceso de secado con acetona la FA malla 30 y 70 se secaron en una estufa al vacío BRINDER, a una temperatura de 80°C durante 24 h.

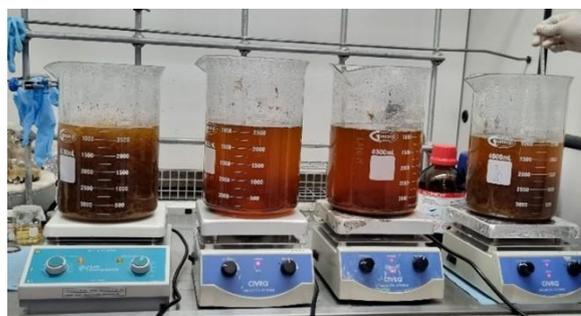


Figura 3 Proceso de lavado de fibra tamizada.

Tratamiento con microondas de la fibra lavada

Para la obtención de las microfibras de celulosa se utilizó un reactor de microondas Masterwave BTR marca Anton Paar® mostrado en la Figura 4, que consta de un vial de reacción de politetrafluoroetileno (PTFE) con una capacidad de 1 L, equipado con un agitador de propelas y con un sensor interno de presión y temperatura Pt100. Se proceso una mezcla de 16 g de FA lavadas con 500 mL de etilenglicol dentro del vial de reacción. Posteriormente se le insertó el sistema de agitación que consta de un aspa acoplado en la parte superior del vial de reacción. Después el vial se cerró y selló con su tapa a presión para introducirlo en el reactor de microondas. El tratamiento de las FA lavadas se realizó programando el reactor en tres pasos: el primer paso consistió en calentar la mezcla de reacción a una temperatura de tratamiento de 250 °C, en una modalidad de irradiación de microondas de “calienta tan rápido como sea posible”, esto implica que el reactor de microondas irradió a la mezcla de reacción 1700 Watts/s hasta que alcanzar la temperatura programada; el segundo paso consistió en programar el tiempo de reacción del experimento, manteniendo la temperatura de reacción durante 45 min; y el tercer paso consiste en enfriar la mezcla de reacción a una temperatura de 50 °C. Cada uno de estos pasos, se realizó con una agitación constante de 600 rpm. Al terminar, se extrajo el vial de reacción y la mezcla de etilenglicol/FA.



Figura 4 Microondas MasterWave BTR de la marca Anton Paar®.

Filtrado de microfibrillas de celulosa

La fibra resultante del tratamiento por microondas se separó de los residuos de etilenglicol mediante el sistema de filtración al vacío tipo Bücher. La mezcla del etilenglicol y fibra se vertió en el embudo con el filtro y después de que se extrajo toda la fibra, se lavó con acetona en exceso, hasta que el líquido filtrado salió de un tono claro o traslucido. Una vez filtrada la fibra se extrajo del embudo y se secó en la estufa de vacío a 80 °C durante 1 h. Posteriormente la FA se almacenaron en bolsas previamente etiquetadas. En esta fase del procedimiento a esta FA que se trató por microondas, se le considera como microfibrilla de celulosa (MFCs).

Blanqueado y secado de microfibrillas de celulosa

A las MFCs obtenidas por microondas, se les aplicó un proceso de blanqueado, este consistió en realizar un lavado alcalino, con una disolución de NaOH al 3% de concentración. La disolución de NaOH se preparó con un volumen de 1.5 L al 3%, equivalente a 45 g de NaOH, el vaso se colocó sobre una parrilla con agitación magnética constante hasta lograr una mezcla homogénea. Más tarde la solución de 1.5 L de NaOH se vertió en un vaso de precipitado de 4 L y calentó a 80 °C con agitación constante, posteriormente se agregaron 30 g de MFCs, y se trataron durante 1h. Después de este tiempo, la mezcla se filtró empleando una tela o mantilla. Posteriormente, estas MFCs se lavaron con 1.5 L de agua destilada, a una temperatura de 80 °C, durante 1 h y con agitación constante; después de este tiempo, las MFCs se filtraron nuevamente con la mantilla. Después de este lavado con agua destilada, se realizó un segundo lavado alcalino bajo las mismas condiciones que el primer lavado; seguido de un nuevo lavado de las MFCs con 1.5 L de agua destilada, a una temperatura de 80 °C, durante 1 h y con agitación constante. Al término de este tiempo, se neutralizó el pH de esta solución que fue de 14 a 7; utilizando una disolución de 150 mL de hipoclorito de sodio (NaClO) al 17%, la cual se agregó lentamente y sin calentamiento. Se observó que la tonalidad de la dispersión de las MFCs cambio, de una tonalidad marrón a una blanca como se muestra en la Figura 5. Posteriormente se continuó agitando la mezcla durante 30 min. Por último, la mezcla se filtró con una tela o mantilla, y se lavó con acetona para remover la mayor cantidad de agua y facilitar su secado, a una temperatura de 40° C. El proceso para obtener las MFCs se realizó para la FA malla 30 y 70 bajo las mismas condiciones de operación, utilizando los mismos equipos, reactivos y disolventes.



Figura 5 Blanqueamiento de las MFCs.

3. Resultados y Discusión

3.1. Preparación de la fibra de agave

Las FNs presentan en su estructura diferentes sustancias orgánicas mayormente celulosa, hemicelulosa, lignina, bajas concentraciones de pectinas y grasas. La FA presenta la misma composición química; considerando que tienen una procedencia agroindustrial, como un subproducto después de un proceso de destilación, es probable que contenga otros compuestos o contaminantes como tierra, alcoholes, aceites, entre otros. Es por ello que antes de utilizar la FA para producir las MFCs, es necesario tratarlas mediante un proceso de cortado y lavado.

La FA fue lavada con agua destilada para eliminar impurezas superficiales, secada al sol durante 72 horas, y posteriormente molida hasta obtener un tamaño de partícula entre 250–500 μm . El material fue tamizado y almacenado en bolsas herméticas hasta su uso.

Se realizó la caracterización de las fibras de agave lavadas (FA-LV) y de las MFCs, para comprobar su composición química y características térmicas con el objetivo de determinar los cambios presentes entre sí, y calcular la concentración de celulosa que se obtuvo.

3.2. Análisis de la composición química de las FA producidas por el proceso de lavado

Las fibras de agave nativas (FA-NT) y lavadas (FA-LV) se analizaron empleando espectroscopía de Infrarrojo por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR ATR), con la finalidad de identificar sus grupos funcionales y las modificaciones que se presentaron después de que fueron lavadas con agua. En la Figura 6 se muestra el espectro del análisis de la FA-NT y lavada, en donde se presentan dos regiones principales de absorbancia, de derecha a izquierda, una región que va desde 500 a 1800 cm^{-1} considerada como la huella química de los compuestos orgánicos y otra de 2700 a 3700 cm^{-1} aproximadamente, que se refiere a los múltiplos de las bandas de la huella química. Se observan picos de absorbancia en 3333 cm^{-1} causados por las vibraciones de estiramiento del grupo O-H; también en 2926 y 2855 cm^{-1} generado por la vibración de flexión del C-H₂ y C-H, los tres grupos pertenecientes a la lignina, hemicelulosa y celulosa: en 1736 cm^{-1} debido al C=O atribuido a los enlaces éster de la hemicelulosa o los enlaces carboxilo de la

lignina; un pico en 1618 cm^{-1} correspondiente al $\text{C}=\text{C}$ conjugado de un anillo aromático de la lignina y la señal del grupo $\text{O}-\text{H}$ de agua absorbida (unida por puente de hidrógeno); en 1437 cm^{-1} generado por CH_2C que está asociada con la estructura cristalina proveniente de la celulosa; en 1226 cm^{-1} formado por estiramiento de $\text{C}-\text{O}$ perteneciente a un aromático (fenol) de la lignina; la banda en 1155 cm^{-1} por el estiramiento de la vibración de $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ del enlace β -glucosídico característico de la celulosa y hemicelulosa; en 1026 cm^{-1} causado por la vibración de estiramiento del $\text{C}-\text{O}$ perteneciente a la celulosa y hemicelulosa; en 896 cm^{-1} debido al estiramiento de $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ de la celulosa, en su parte amorfa; y para finalizar en 656 cm^{-1} que es característico de la banda de vibración torsional $\text{C}-\text{O}-\text{H}$ de la celulosa; estas bandas son características para las FA. (Cichosz & Masek, 2020; El Oudiani et al., 2017; Johar et al., 2012; Kim, 2016; Morán, 2008; Puglia, 2020; Romero-Zúñiga et al., 2023; Sifuentes-Nieves & Vega, 2023; Yang, 2007; Zhu, 2015). Después de los lavados con agua (FA-LV), se observó un cambio en la intensidad de las bandas, para la señal de $\text{C}=\text{C}$ en 1618 cm^{-1} , presentaron una disminución; pero para las señales de OH en 3333 cm^{-1} , $\text{C}=\text{O}$ en 1736 cm^{-1} , CO en 1226 y 1026 cm^{-1} aumentaron. Estos resultados indican que, durante los procesos de lavado, se extrajeron componentes orgánicos de las FA-NTs; esto también se observó en el agua que se extrajo de estos lavados, ya que se registró un cambio en la tonalidad del agua extraída, de cristalino a marrón/café intenso; como se muestra en la Figura 7. Para comprobar la extracción de estos compuestos orgánicos durante el proceso de lavado, se realizaron los estudios de TGA, como se muestra a continuación.

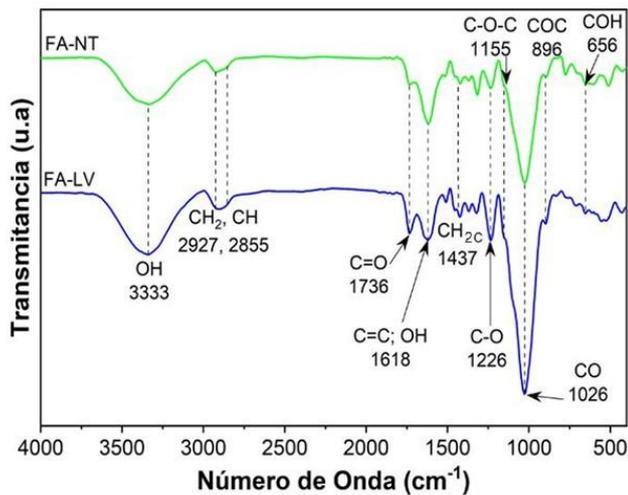


Figura 6 Espectro FTIR-ATR de FA-NT y FA-LV.



Figura 7 Agua del proceso de lavado de las FA-NT.

3.3. Análisis térmico de las FA producidas por el proceso de lavado

Las FA están constituidas por diferentes compuestos orgánicos con diferentes estructuras químicas como la hemicelulosa, celulosa y lignina; cada una de estas presentan una descomposición o estabilidad térmica distinta o característica para cada compuesto orgánico; lo que permite diferenciarlas y evaluar su contenido en la fibra. La información para la degradación térmica de materiales lignocelulósicos reportada en la literatura presenta seis diferentes pérdidas de peso en el análisis por TGA de las FA: el primero debajo de los $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ proveniente de la evaporación de la humedad presente en la fibra (I), la segunda pérdida que va de 81 a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ debido a la volatilización de grasas y ceras (II), la tercera de 160 a $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ indicando la presencia de pectinas en la superficie de la fibra (III), la cuarta pérdida característica de la hemicelulosa entre 221 a $310\text{ }^{\circ}\text{C}$ (IV), la quinta pertenece a la celulosa entre 311 y $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ (V), y la última pérdida que ocurre de 470 a $510\text{ }^{\circ}\text{C}$ relacionada con la presencia de lignina (VI). (Romero-Zúñiga et al., 2023) En la Figura 8, se muestran los termogramas obtenidos por TGA de las FA-NT y FA-LVs, para la pérdida de peso en porcentaje (A) y su derivada (B). En la Figura 8 A se observa que ambas muestras FA-NT y FA-LV, presentan las seis pérdidas de peso características para las fibras de agave: humedad; volátiles, grasas y ceras; pectinas; hemicelulosa; celulosa y lignina. Sin embargo, el comportamiento térmico es diferente si se comparan ambas muestras. Con los intervalos indicados en la Figura 8 A, se calculó la concentración de los componentes orgánicos de cada fibra.

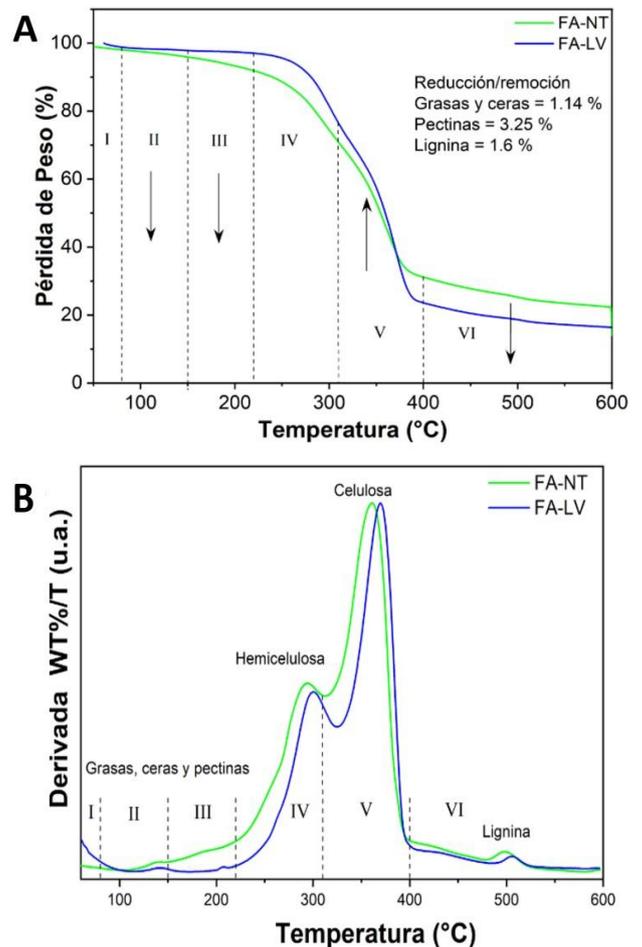


Figura 8 Termograma para la pérdida de peso (A) y su derivada (B) de FA-NT y FA-LV.

En la Tabla 1 se observa que después del lavado, la FA-LV tiene una reducción en la concentración de grasas y ceras, pectinas, y ligninas; pero en el caso de la celulosa, su concentración aumento un 13.04% en peso.

Tabla 1 Porcentaje de la composición química para FA, Nativa - Lavada

Muestra	Humedad (%)	Grasas y Ceras (%)	Pectinas (%)	Hemicelulosa (%)	Celulosa (%)	Lignina (%)
FA-NT	1.96	2.13	4.02	20.93	39.77	8.85
FA-LV	1.2	0.99	0.77	20.62	52.81	7.25
Diferencia	0.76	1.14	3.25	0.31	-13.04	1.6

Complementando los resultados de TGA, con los análisis de DSC mostrados en la Figura 9, se encontró una endoterma a 91 °C atribuida a la evaporación de agua absorbida para ambas muestras; también se visualizó otra endoterma, en 175 °C para la FA-LV y en 191 °C para la FA-NT correspondiente a la deshidratación parcial de los grupos primarios O-H provenientes de los azúcares y carbohidratos; por otro lado se obtuvo una exoterma en 300 y 305 °C para la FA-NT y FA-LV respectivamente, esta correspondiente a la degradación de los enlaces de hemicelulosa y glucósidos de la celulosa; finalmente se presentó una última endoterma en 366 y 360 °C que se le da a la descomposición de la celulosa principal y lignina (Bharath, 2020; García-Méndez, 2022; Kambli, 2017; Pereira et al., 2017; Selmi et al., 2021; Subramanya, 2017).

Específicamente, en la última endoterma, que está relacionada con la degradación de la celulosa, se observa un incremento en su intensidad, ya que la entalpia de FA-NT es de 6.6 J/g, mientras que para la FA-LV aumenta hasta los 59.3 J/G. Estos resultados indican que la FA-LV tiene una mayor concentración de celulosa que la FA-NT (8 veces más).

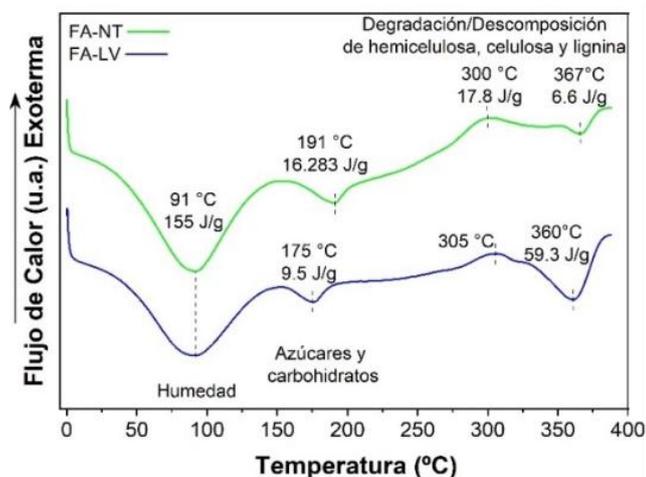


Figura 9 Termograma de análisis DSC de FA-NT y FA-LV.

3.4. Análisis de la morfología por el proceso de lavado

Los cambios morfológicos generados por el lavado con agua en las FA (FA-NT y FA-LV) se analizaron por difracción de rayos X (XRD) y microscopía óptica (OM); los resultados obtenidos por XRD indican cambios en la intensidad y amplitud de los picos de difracción; como se aprecia en la Figura 10. Para la FA-LV en $2\theta = 22^\circ$ se presentó un incremento en la intensidad de pico con respecto a la FA-NT, que corresponde al plano 200 de la celulosa tipo I, indicando que en la celulosa presente en la fibra lavada aumentó su parte cristalina (French, 2013). Por otro lado los picos presentes en $2\theta = 13^\circ, 14.72^\circ, 24.19^\circ$ y 29.86° pertenecen a las sales de calcio insolubles y compuestos minerales adheridos a las paredes celulares de las FNs (Romero-Zúñiga et al., 2023). Después del lavado, estos picos aumentaron considerablemente su intensidad; debido a que el lavado extrajo material amorfo de la superficie de la FA, lo que incremento su concentración de sales cristalinas.

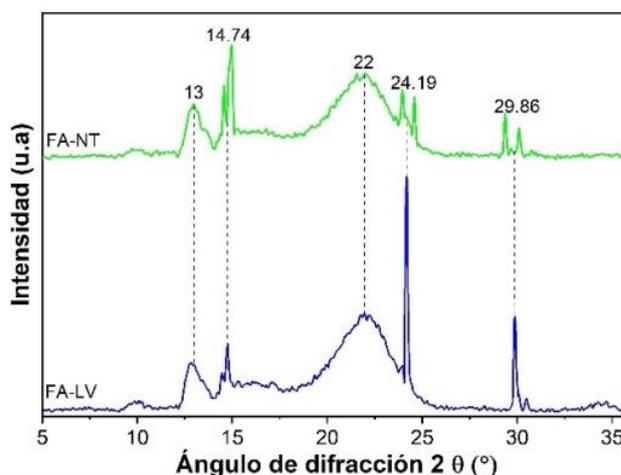


Figura 10 Difractograma de Rayos X para FA-NT y FA-LV.

Considerando lo anterior, se ha demostrado que el lavado de las FA remueve los componentes amorfos no celulósicos (ceras, grasas, hemicelulosa y lignina), y aumentar la concentración de celulosa presente, esto debe de aumentar la parte cristalina de las FA. Para comprobar esto, se calculó el índice de cristalinidad (IC) a partir de la ecuación de Segal (Ecuación 1) donde I_{200} es la intensidad máxima total en el pico $2\theta = 22^\circ$ (plano 200), y I_a es la intensidad mínima del valle entre los picos en 2θ de 15° y 22° aproximadamente (Johar et al., 2012; Morán, 2008; Park et al., 2010; Romero-Zúñiga et al., 2023).

$$IC(\%) = \frac{I_{200} - I_a}{I_{200}} \times 100 \quad (1)$$

En la Tabla 2 se muestra el aumento del IC de la fibra FA-NT respecto a la FA-LV, representando un 4.038%; esto significa que el proceso de lavado afecta en menor grado la cristalinidad de las FA, ya que el agua caliente solo remueve impurezas en la superficie de las fibras naturales.

Tabla 2 Índice de cristalinidad de FA nativa y lavada

Muestra	I ₂₀₀	I _a	IC (%)
FA-NT	1610.33	397.767	75.299
FA-LV	1869.89	386.364	79.337

Esto se confirma con el análisis por microscopía óptica (OM) de las FA-NT y FA-LV mostrado en la Figura 11 llevado a cabo con aumentos a 50, 100, 150 y 200 X. En este estudio se observó que la FA-NT presenta una coloración café y un recubrimiento en su superficie, que se aprecia mejor en mayores aumentos (200 X); mientras que para la FA-LV se aprecia una menor intensidad en dicha coloración marrón y una disminución del recubrimiento remanente, lo que les da una apariencia más limpia a las FA-LV. Esto concuerda con los estudios de XRD, ya que el material orgánico que se extrae se encuentra principalmente en la superficie de las FA.

**Figura 11** Micrografías de la fibra de agave nativa y lavada (FA-NT y FA-LV).

De acuerdo con los resultados obtenidos de las distintas técnicas de caracterización de las FA-LV a partir de FTIR, TGA, DSC, XRD y OM, se concluye que el procedimiento de lavado de agua en las FA contribuye a la extracción material no celulósico orgánico, como grasas y ceras, pectinas, hemicelulosa y lignina; que preferentemente se encuentran en la parte externa de la superficie de las FA. Lo cual favorece su procesamiento por medio de irradiación por microondas.

3.5. Procesamiento de las MFCs por microondas

Las MFCs son microtúbulos de celulosa compuestos por regiones cristalinas y amorfas, y están ubicados en la estructura interna de la FA; para la producción de éstas se utilizaron las fibras lavadas mencionadas en el proceso anterior y fueron tratadas por microondas con la finalidad de retirar en mayor concentración de los materiales no celulósicos como son grasas, ceras, pectinas, hemicelulosa y lignina; también se implementó un lavado alcalino y de hipoclorito de sodio para poder quitar el remanente de la superficie de las MFCs. Como se explica a continuación las microfibrillas de celulosa obtenidas de las FNs de agave (MFC-A), contienen una alta pureza de celulosa, además de presentar buena estabilidad térmica y un alto índice de cristalinidad (del 80 al 90%).

3.6. Caracterización química y térmica de las MFCs

Las fibras de agave lavadas (FA-LV) y las MFC-As se analizaron empleando el método FTIR ATR, con la finalidad de identificar

sus grupos funcionales y las modificaciones que estos presentaron una vez tratadas por microondas. En la Figura 12 se muestran los espectros de FTIR, en donde se observa que para las FA-LV se presentan dos regiones principales de absorbancia, vistas anteriormente en el tratamiento de las FA. De forma más detallada, se observan picos de absorción en 3334 cm^{-1} causado por las vibraciones de estiramiento del grupo O-H; también en 2890 cm^{-1} generado por la vibración de flexión del C-H, ambos grupos presentes en la estructura de la lignina, hemicelulosa y celulosa; en 1733 cm^{-1} debido al C=O atribuido a los enlaces éster de la hemicelulosa o los enlaces carboxilo de la lignina; un pico en 1627 cm^{-1} correspondiente al C=C conjugado de un anillo aromático de la lignina y la señal del grupo O-H de agua absorbida (unida por puente de hidrógeno); en 1443 cm^{-1} generado por el grupo CH₂ que está asociada con la estructura cristalina proveniente de la celulosa (CH_{2c}); en 1233 cm^{-1} formado por estiramiento de C-O perteneciente a un aromático (fenol) de la lignina; la banda en 1157 cm^{-1} por el estiramiento de la vibración de C-O-C del enlace β-glucosídico característico de la celulosa y hemicelulosa; en 1029 cm^{-1} causado por la vibración de estiramiento del C-O perteneciente a la celulosa y hemicelulosa; en 894 cm^{-1} debido al estiramiento de C-O-C de la celulosa, en su parte amorfa; y para finalizar en 657 cm^{-1} que es característico de la banda de vibración torsional C-O-H de la celulosa; estas bandas son características para las FA (Cichosz & Masek, 2020; El Oudiani et al., 2017; Johar et al., 2012; Morán, 2008; Puglia, 2020; Romero-Zúñiga et al., 2023; Sifuentes-Nieves & Vega, 2023; Yang, 2007; Zhu, 2015).

Después del tratamiento por microondas y después del lavado alcalino/hipoclorito de sodio; en el espectro de las MFC-As se observa un cambio en la intensidad de las bandas o picos en su intensidad; por ejemplo, de los picos presentes en 1733 cm^{-1} para el C=O, 1627 cm^{-1} para los enlaces C=C y OH y 1233 cm^{-1} para el grupo C-O de la lignina disminuyen considerablemente o desaparecen por completo; mientras que las bandas representativas de la celulosa aumentan significativamente como: 3334 , 2890 , 1443 , 1157 , 1029 , 894 y 657 cm^{-1} . Estos resultados indican que el tratamiento por microondas extrajo una concentración considerable de compuestos orgánicos como lignina y hemicelulosa de las FA-LVs, dando como resultado el aumento en la concentración del material celulósico presente en las MFC-As; por otro lado, el proceso ayudó a desfibrar las FA y se obtuvieron las MFC-As de apariencia blanca, como se muestra en la Figura 13.

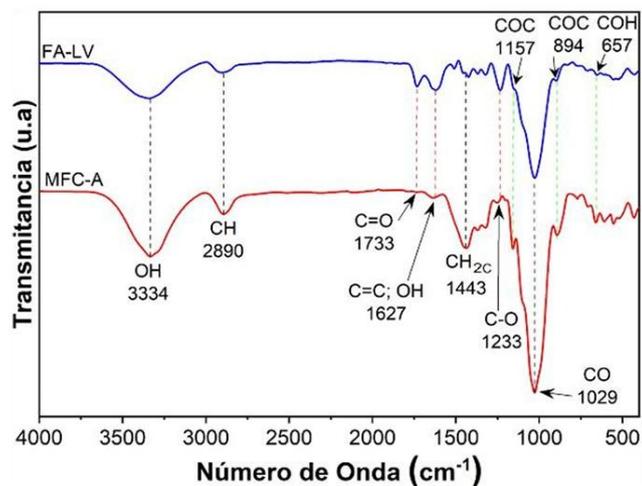


Figura 12 Espectro de FTIR-ATR de FA-LV y MFC-As.



Figura 13 Imagen de las MFC-As con lavado alcalino/Hipoclorito de sodio.

Estos resultados se comprobaron mediante los análisis de TGA los cuales se muestran a continuación. Como se mencionó anteriormente, las FA contienen diferentes compuestos orgánicos con diferentes estructuras químicas, y presentan una descomposición o estabilidad térmica distintas entre sí. Siguiendo la información para la degradación térmica de materiales lignocelulósicos reportada en la literatura (Romero-Zúñiga et al., 2023) donde se presentan seis diferentes pérdidas de peso: (I) pérdida de humedad por debajo de los 80 °C , (II) grasas y ceras entre 81 a 150 °C , (III) pectinas desde 160 a 220 °C , (IV) hemicelulosa ocurriendo entre 221 a 310 °C , (V) celulosa de 470

a 510 °C y (VI) lignina entre 470 a 510 °C . En la Figura 14 se muestran los termogramas obtenidos por análisis de TGA de las FA-LV y MFC-As para la pérdida de peso en porcentaje (A) y su derivada (B). En la Figura 14 A se aprecia que ambas muestras presentan las seis pérdidas de peso, sin embargo, su comportamiento térmico es diferente en las pérdidas de peso relacionadas con la hemicelulosa, celulosa y lignina. Con los intervalos de temperatura de cada componente indicado en la Figura 14 A se calculó la concentración de los componentes orgánicos de ambas muestras (FA-LV y MFC-As), como se muestra en la Tabla 3.

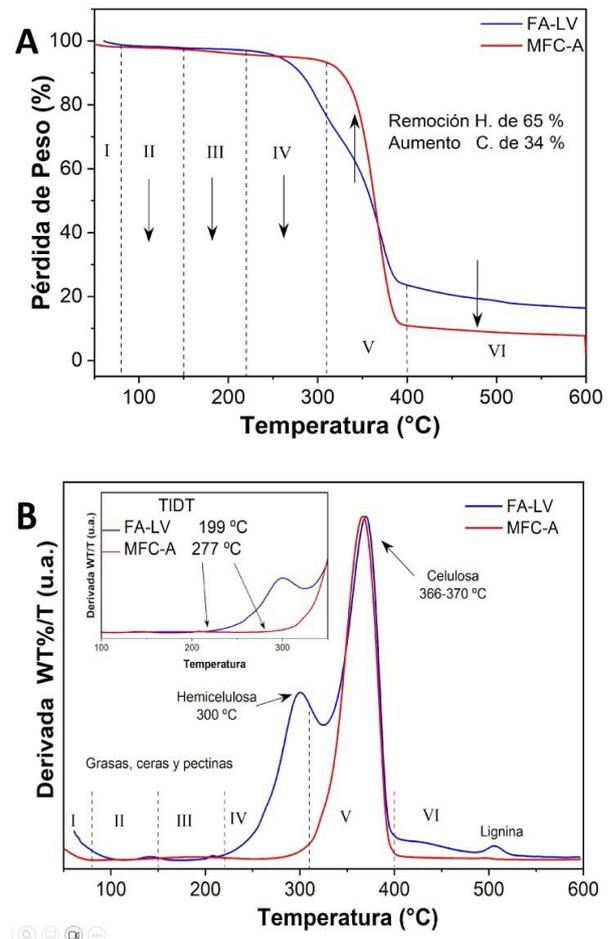


Figura 14 Termogramas para la pérdida de peso (A) y su derivada (B) de FA-LV y MFC-As.

En la Tabla 3 se observa que después del tratamiento por microondas las MFC-As presentan una reducción en la concentración de todos compuestos orgánico no celulósico, pero en mayor cantidad la hemicelulosa, que se redujo en un 80% a comparación de su concentración inicial; pero en el caso de la celulosa, su concentración aumento un 67% a comparación de su concentración inicial. En la Figura 14 B, se observa que la derivada de $d\%Wt/dT$, muestra principalmente la desaparición del pico de la hemicelulosa en 300 °C , y de lignina de 400 a 600 °C . Otro aspecto significativo que se observa en la derivada es un incremento muy importante de la temperatura inicial de degradación térmica (TIDT), que para la FA-LV fue de 199 y aumento a 277 °C para MFC-A; este aumento en la estabilidad térmica se debe a la purificación y extracción de los compuestos orgánicos no celulósicos que se producen durante el tratamiento por microondas y su posterior lavado.

Tabla 3 Porcentaje de la composición química para FA-LV y MFC-A.

Muestra	Humedad (%)	Grasas y Ceras (%)	Pectinas (%)	Hemicelulosa (%)	Celulosa (%)	Lignina (%)
FA-LV	1.16	1	0.77	20.55	52.87	7.25
MFC - A	1.19	0.74	1.62	2.48	88.36	3.2
Diferencia	-0.03	0.26	-0.85	18.07	-35.49	4.05

Complementando los resultados TGA, en la Figura 15 se muestran los termogramas por DSC de las FA-LV y MFC-A; inicialmente, antes del tratamiento por microondas se observa que la FA-LV muestra tres endotermas y una exoterma: i) una endoterma a 91 °C, de la evaporación de humedad absorbida por ambas fibra; ii) en 175 °C la endoterma relacionada a la degradación térmica/descomposición de azúcares y carbohidratos, iii) una exoterma en 305 °C correspondiente a la degradación de la hemicelulosa y enlaces glucósidos de la celulosa; estas dos últimas transiciones energéticas solo las presenta la Fa-LV; y iv) una endoterma entre 336 y 360 °C característica de la descomposición de la celulosa principal, en ambas muestras (FA-LV y MFC-A). Considerando lo anterior: la desaparición de la endoterma y la exoterma (175 y 305 °C); y el incremento en la intensidad de la última endoterma (336-360 °C), que para la FA-LV tiene una entalpía de 59.3 J/g y aumenta hasta 114.88 J/g para MFC-A; estos resultados indican que el tratamiento por microondas extrae los materiales no celulósicos como lignina, azúcares y hemicelulosa, dejando en mayor concentración a la celulosa (Bharath, 2020) (García-Méndez, 2022) (Kambli, 2017) (Pereira, 2014) (Selmi et al., 2021) (Subramanya, 2017). Estos cambios observados en la composición química después del tratamiento indican la purificación de las MFC-A, pero para analizar su morfología, se realizaron estudios de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X, los cuales se muestran en la siguiente sección.

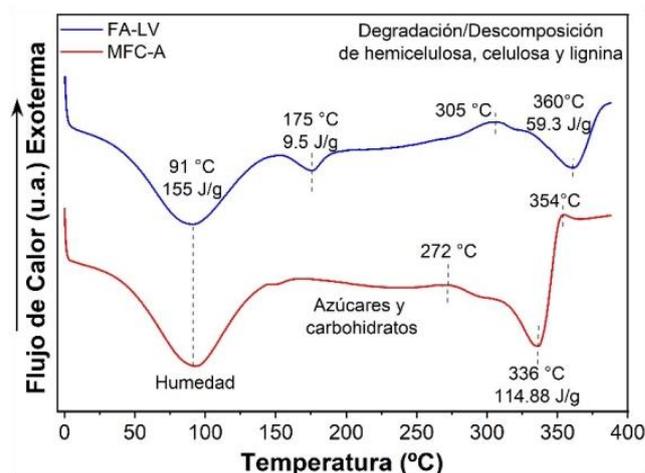


Figura 15 Termograma de análisis de DSC de FA-LV y MFC-A.

3.7. Análisis morfológico de las MFCs

La evaluación morfológica de las MFC-A se realizó por OM, SEM y XRD; las imágenes obtenidas mediante OM de las FA-LV y MFC-A se presentan en la Figura 16, estas fueron adquiridas con aumentos a 50, 100, 150 y 200 X respectivamente. La FA-LV tiene una coloración marrón clara y en los aumentos de 150 y 200 X, se observa que están conformadas por otras estructuras tubulares; también se observa algunas partículas de color negro, que pueden ser material remanente del proceso de cocción de la piña del agave y que no pudo ser eliminado por el lavado con agua; además presentan un diámetro promedio de 144.42 μm. Después del tratamiento por microondas, se observan dos cambios significativos, el primero consiste en que las FA-LV se desfilbran en microfibras más pequeñas (MFC-A), cuyo diámetro no es fácilmente medible con las imágenes del microscopio óptico; el segundo cambio se refiere a su coloración, que pasa de un color marro a un color blanco traslucido.

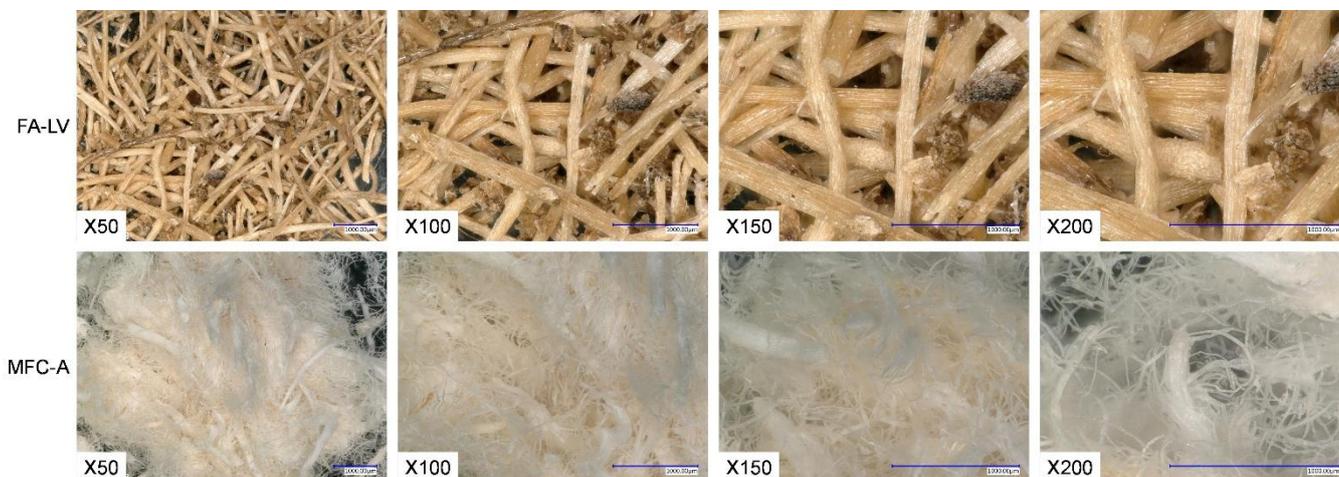


Figura 16 Micrografías de la fibra de agave lavada y microfibrillas de celulosa (FA-LV y MFC-A).

A pesar de que se observan algunas microfibras que no se desfibraron por completo, son pocas a comparación de las que, si se desfibraron, además de que no presentan una coloración marrón. Por lo tanto, con estas imágenes, es posible considerar que dicha coloración la producen los materiales no celulósicos presentes en las FA-LV, este material se extrae y retira con el proceso de microondas y su posterior lavado químico dándoles una apariencia más clara. Para evaluar y cuantificar la reducción en diámetro de las FA-LV, se llevó a cabo el análisis por SEM de las FA-LV y MFC-A (Figura 17), en donde se adquirieron imágenes a varios aumentos 27, 150 y 500 X para ambos casos. Las micrografías de las FA-LV indican con mayor claridad que en la superficie se encuentran recubiertas con material orgánico que le da un aspecto rugoso y quebradizo en unas secciones y en otras

tiene una textura lisa; además se observa que están conformadas por otras estructuras cilíndricas con diámetro promedio de 19.3 μm . Esto demuestra como las fibras de agave están conformadas por una serie de microtúbulos paralelos que se encuentran unidos por material no celulósico, denominado como MFCs. Después del tratamiento por microondas y el lavado químico se observan cambios significativos en su morfología. En la micrografía a 27 y 150 aumentos de las MFC-A se aprecian algunas fibras de agave que no lograron desfibrarse por completo, pero a mayores aumentos 150 y 500 X se observan las MFC-A separadas completamente, lo que demuestra que se obtuvo aproximadamente el 90% de conversión a MFCs. Su diámetro promedio es de 19.9 micras, aproximado al valor de las estructuras cilíndricas que conforman las FA-LV

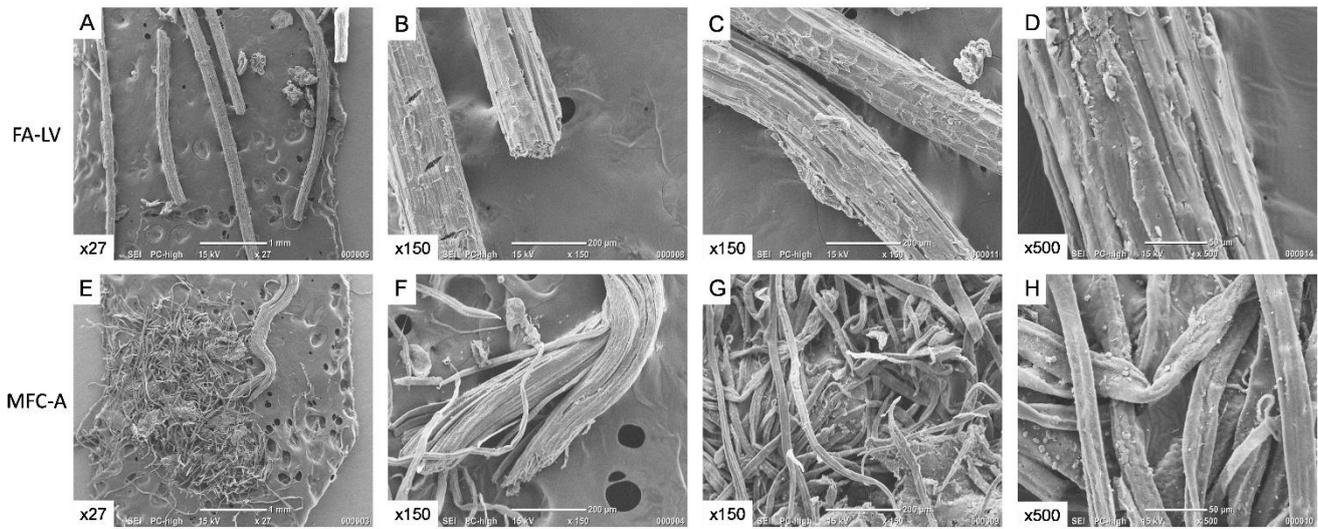


Figura 17 Micrografías SEM de la fibra de agave lavada y microfibrilla de celulosa (FA-LV y MFC-A).

Comparando el diámetro inicial de las FA-LV de 144.42 μm con el diámetro promedio de las MFC-A de 19.9 μm , esto representa una reducción del 86.2% de su diámetro inicial. Estos cambios tan importantes en la morfología de las fibras de agave también deben de reflejarse en su cristalinidad, ya que los materiales no celulósicos representan mayormente la parte amorfa de las fibras naturales. Los difractogramas de XRD se muestran en la Figura 18, en donde se observa que las FA-LV presenta varios picos muy definidos y estrechos en $2\theta = 12.8, 14.54, 24.27$ y 29.89 , que son originados por los cristales de sales de oxalatos presentes en las fibras naturales (Romero-Zúñiga et al., 2023). Los otros picos están relacionados con la celulosa, el pico en 22.1 en 2θ , representa el plano cristalino 200 de la celulosa tipo I (C_1). Después del tratamiento por microondas y el lavado químico, el difractograma presenta varios cambios importantes: i) desaparecen todos los picos relacionados con los cristales de las sales minerales como CaC_2O_4 , SiO_2 , $\text{Ca}(1-x)$ y $\text{Mg}(x)\text{CO}_3$, esto se origina por el desfibrado de las FA-LV, y el rastro de sales que aún estaban presente después del tratamiento por microondas, se quedaron expuestas al lavado químico de las MFC-A; ii) se incrementan la intensidad de los picos relacionados con la celulosa, como es pico en 22.1 en 2θ y a parecen nuevos picos como el de 29.6, 16.1 y 15 en 2θ , que pertenecen a los planos cristalinos (10-3), (010) y (100) de la C_1 . (French, 2013)

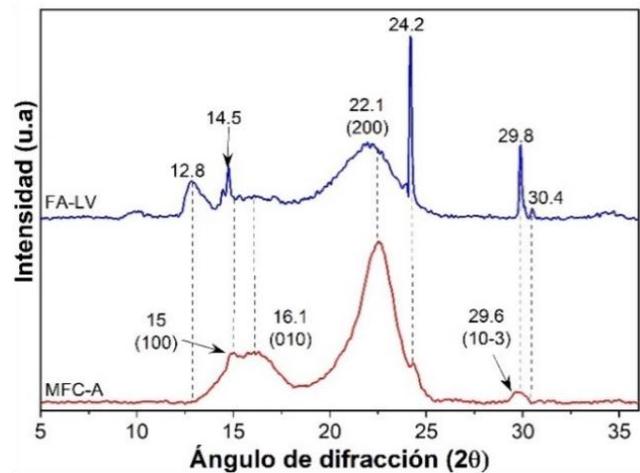


Figura 18 Difractograma de Rayos X para FA-LV y MFC-A.

Considerando la información anterior, se concluye que los tratamientos remueven componentes amorfos no celulósicos (hemicelulosa y lignina), y aumentan la concentración de celulosa acrecentando la parte cristalina. Para comprobar lo anterior se utilizó la Ecuación (1) para calcular el IC. En la Tabla 4 se presenta el aumento del IC de las MFCs (FA-FL) respecto la FA-LV, representando un 10.1703% comprobando la remoción de todo material no celulósico orgánico dentro y fuera de las microfibras, aumentando la parte ordenada y reduciendo la amorfa.

Tabla 4 Índice de cristalinidad de FA-LV y MFC-A.

Muestra	I ₂₀₀	I _a	IC (%)
FA-LV	1869.892	386.364	79.3376
MFC-A	3922.39	411.54	89.5079

4. Conclusiones

Con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación se concluyó que mediante el tratamiento por microondas fue posible obtener MFC-A, con características fisicoquímicas únicas que superan a las obtenidas mediante procesos convencionales, como los tratamientos químicos con hidrólisis ácida o alcalina y los métodos mecánicos de desfibrado prolongado. Estas MFC-A presentan: longitudes del orden de milímetros, diámetro promedio de 19.9 μm , índice de cristalinidad de 89.5 %, una concentración de celulosa de 88.3 % en peso y una estabilidad térmica entre 277 a 400 °C. Estas propiedades reflejan un material de alta pureza y desempeño, con potencial para aplicaciones de valor agregado. El proceso implementado en el presente trabajo de investigación se caracteriza por llevarse a cabo en un medio no reactivo con etilenglicol, y durante un tiempo menor de una hora (45 min), frente a los 4 a 72 h que requieren los métodos convencionales. Bajo estas condiciones, el tratamiento por microondas facilita la degradación térmica selectiva de la hemicelulosa, promoviendo la separación de las microfibrillas sin dañar la celulosa. Mientras que el etilenglicol al ser polar, permite la disolución de los restos de hemicelulosa y lignina, lo que facilita su extracción y purificación de las MFC-A. De esta forma el presente método puede considerarse como sustentable al reducir la generación de residuos químicos, como soluciones alcalinas o ácidas, además de aprovechar un desecho agroindustrial como materia prima para producir MFCs de valor agregado. Sin embargo, el presente proceso aún debe probarse en otras condiciones para considerarse 100 % sustentable; se presentan limitaciones asociadas a su escalabilidad y reproducibilidad experimental. Si bien existen reactores de microondas con volúmenes de hasta 200 L, es necesario optimizar variables de procesamiento (tiempo, potencia, agitación y atmósfera de reacción) en reactores de mayor capacidad. También, está pendiente sustituir la presencia de un proceso de blanqueado con bajas concentraciones de NaOH (3 %), que no compromete la integridad de las MFCs, con un lavado con agua desionizada a 90 °C.

Para trabajos futuros se recomienda: evaluar la reproducibilidad experimental mediante un diseño y estudio estadístico del proceso; aplicar la metodología a otras fibras naturales con diferentes concentraciones de celulosa; realizar caracterizaciones

físico-mecánicas y físico-químicas de las MFCs como: densidad, porosidad, relación de aspecto L/D, área superficial y absorción de humedad o gases; y explorar su potencial en aplicaciones textiles y materiales compuestos.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer el apoyo y soporte técnico del Laboratorio Nacional en Innovación y Desarrollo de Materiales Ligeros para la Industria Automotriz (LANIAUTO) y a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (SECIHTI) por medio del Proyecto 321156-LANIAUTO. Se agradece la beca otorgada por la SECIHTI bajo CVU No. 1318845. Asimismo, se agradece el uso de las instalaciones y equipos del Centro de Investigación de Química Aplicada (CIQA), donde se llevaron a cabo las caracterizaciones y análisis experimentales.

Conflicto de intereses

Los autores declaran que no existen conflictos de intereses.

Referencias

- A. K. Mohanty, M. M., G. Hinrichsen. (2000). Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, 276-277(1), 1-24. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)14392054\(20000301\)276:1%3c1::AID-MAME1%3e3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)14392054(20000301)276:1%3c1::AID-MAME1%3e3.0.CO;2-W)
- A. Balaji, B. K., and C. Sundar Raj. (2015). Bagasse Fiber – The Future Biocomposite Material: A Review. *International Journal of ChemTech Research*, 7, 223 - 233.
- Bharath, K. N., Madhu, P., Gowda, T. G. Y., Sanjay, M. R., Kushvaha, V., & Siengchin, S. (2020). Alkaline Effect on Characterization of Discarded Waste of Moringa oleifera Fiber as a Potential Eco-friendly Reinforcement for Biocomposites. *Journal of Polymers and the Environment*, 28(11), 2823-2836. <https://doi.org/doi.org/10.1007/s10924-020-01818-4>
- Cárdenas Bahena, Á., Sánchez García, S., Tinajero Morales, C., González Rodríguez, V. M., & Baires Vázquez, L. (2012). Use of sodium Hypochlorite in root canal irrigation. Opinion survey and concentration in commercial products. *Revista Odontológica Mexicana Órgano Oficial de la Facultad de Odontología UNAM*, 16(4). <https://doi.org/https://www.revistas.unam.mx/index.php/rom/articloe/view/34169>
- Cichosz, S., & Masek, A. (2020). IR Study on Cellulose with the Varied Moisture Contents: Insight into the Supramolecular Structure. *Materials (Basel)*, 13(20). <https://doi.org/10.3390/ma13204573>
- El Oudiani, A., Msahli, S., & Sakli, F. (2017). In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, 164, 242-248. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.01.091>
- French, A. D. (2013). Idealized powder diffraction patterns for cellulose polymorphs. *Cellulose*, 21(2), 885-896. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0030-4>
- García-Méndez, R. F., Cortés-Martínez, C. I., & Almendárez-Camarillo, A. (2022). Thermochemical and Tensile Mechanical Properties of Fibers Mechanically Extracted from Leaves of Agave angustifolia Haw. *Journal of Natural Fibers*, 19, 3171 - 3185. <https://doi.org/doi.org/10.1080/15440478.2020.1840480>

- Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. (2012). Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 93-99. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.12.016>
- Kambli, N., Vellaichamy, M., Patil, P., Saxena, S., & Deshmukh, R. (2017). Synthesis and characterization of microcrystalline cellulose powder from corn husk fibres using biochemical route. *Cellulose*, 24. <https://doi.org/doi.org/10.1007/s10570-017-1522-4>
- Kim, D.-Y., Lee, B.-M., Koo, D. H., Kang, P.-H., & Jeun, J.-P. (2016). Preparation of nanocellulose from a kenaf core using E-beam irradiation and acid hydrolysis. *Cellulose*, 23(5), 3039-3049. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s10570-016-1037-4>
- Koshti, R., Mehta, L., & Samarth, N. (2018). Biological Recycling of Polyethylene Terephthalate: A Mini-Review. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(8), 3520-3529. <https://doi.org/10.1007/s10924-018-1214-7>
- La Mantia, F. P., & Morreale, M. (2011). Green composites: A brief review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(6), 579-588. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.01.017>
- Lavoine, N., Desloges, I., Dufresne, A., & Bras, J. (2012). Microfibrillated cellulose - its barrier properties and applications in cellulosic materials: a review. *Carbohydr Polym*, 90(2), 735-764. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.05.026>
- Menossi, M., Cisneros, M., Alvarez, V. A., & Casalagué, C. (2021). Current and emerging biodegradable mulch films based on polysaccharide biocomposites. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 41(4). <https://doi.org/10.1007/s13593-021-00685-0>
- Morán, J. I., Alvarez, V. A., Cyras, V. P., & Vázquez, A. (2008). Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose*, 15(1), 149-159. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s10570-007-9145-9>
- Park, S., Baker, J. O., Himmel, M. E., Parilla, P. A., & Johnson, D. K. (2010). Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulose performance. *Biotechnol Biofuels*, 3(1), 10. <https://doi.org/10.1186/1754-6834-3-10>
- Pereira, A. L. S., do Nascimento, D. M., Souza, M. S. M., Cassales. (2014). Banana (*Musa sp. cv. Pacovan*) pseudostem fibers are composed of varying lignocellulosic composition throughout the diameter. *BioResources*, 9. <https://doi.org/doi.org/10.15376/biores.9.4.7749-7763>
- Pereira, G. B., Pereira, G. C., Lima, M., De Jesus, B. J. S., De Andrade Silva, E., Carvalho Benini, K. C., Bandeira, C. F., & Montoro, S. R. (2017). Featuring High Impact Polystyrene Composites Strengthened with Green Coconut Fiber Developed for Automotive Industry Application. *Journal of Research Updates in Polymer Science*, 6(1), 17-20. <https://doi.org/10.6000/1929-5995.2017.06.01.3>
- Puglia, D., Luzi, F., Lilli, M., Sbardella, F., Pauselli, M., Torre, L., & Benincasa, P. (2020). Straw fibres from barley hybrid lines and their reinforcement effect in polypropylene based composites. *Industrial Crops and Products*, 154. <https://doi.org/https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112736>
- Romero-Zúñiga, G. Y., Sánchez-Valdés, S., Ceniceros-Reyes, M. A., Sifuentes-Nieves, I., Gallardo-Vega, C. A., Solís-Rosales, S. G., González-Morones, P., & Hernández-Hernández, E. (2023). A one-step process to produce high-crystallinity cellulose microfibrils from microwave irradiation of natural fiber waste. *Cellulose*, 30(16), 10067-10082. <https://doi.org/10.1007/s10570-023-05493-1>
- Rubio-López, A., Olmedo, A., Díaz-Álvarez, A., & Santiuste, C. (2015). Manufacture of compression moulded PLA based biocomposites: A parametric study. *Composite Structures*, 131, 995-1000. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.06.066>
- Selmi, T., Enaime, G., Kesraoui, A., Bacaoui, A., & Seffen, M. (2021). Dye removal by activated carbon produced from *Agave americana* fibers: stochastic isotherm and fractal kinetic studies. *Environ Sci Pollut Res Int*, 28(34), 46580-46591. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-10768-2>
- Sifuentes-Nieves, I., Yáñez-Macías, R., Flores-Silva, P. C., Gonzalez-Morones, P., Gallardo, & Vega, C. A., Ramírez-Vargas, E., & Hernández-Hernández, E. (2023). Ultrasound/Plasma-Modified *Agave* Fibers as Alternative Eco-sustainable Raw Material to Reinforce Starch-Based Films. *Journal of Polymers and the Environment*, 31(2), 595 - 607. <https://doi.org/doi.org/10.1007/s10924-022-02645-5>
- Subramanya, R., Satyanarayana K. G. Shetty Pilar B. (2017). Evaluation of Structural, Tensile and Thermal Properties of Banana Fibers. *Journal of Natural Fibers*, 14(4), 485-497. <https://doi.org/doi.org/10.1080/15440478.2016.1212771>
- Turbak, A. F., Snyder, F. W., & Sandberg, K. R. (1983). *Microfibrillated cellulose, a new cellulose product: properties, uses, and commercial potential* Journal Name: J. Appl. Polym. Sci.: Appl. Polym. Symp.; (United States); Journal Volume: 37; Conference: 9. cellulose conference, Syracuse, NY, USA, 24 May 1982, United States. <https://www.osti.gov/biblio/5062478>
- Vaisanen, T., Haapala, A., Lappalainen, R., & Tomppio, L. (2016). Utilization of agricultural and forest industry waste and residues in natural fiber-polymer composites: A review. *Waste Manag*, 54, 62-73. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.04.037>
- Yang, H., Yan, R., Chen, H., Lee, D. H., & Zheng, C. (2007). Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel Processing Technology*, 86(12), 1781-1788. <https://doi.org/doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>
- Zhao, X., Cornish, K., & Vodovotz, Y. (2020). Narrowing the Gap for Bioplastic Use in Food Packaging: An Update. *Environmental Science and Technology*, 54(8), 4712-4732. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b03755>
- Zhu, Z., Toor, S. S., Rosendahl, L., Yu, D., & Chen, G. (2015). Influence of alkali catalyst on product yield and properties via hydrothermal liquefaction of barley straw. *Energy and Fuels*, 80, 284 - 292. <https://doi.org/doi.org/https://doi.org/10.1016/j.energy.2014.11.071>