

Estudio termoanalítico y cinético de la valorización de derivados fenólicos provenientes de la biomasa del pseudotallo del plátano dominico-hartón (*Musa AAB Simmonds*)*

Paula Andrea Rojas García^a ■ Héctor Fabio Cortés Hernández^b ■ Johny R. Rodríguez Pérez^c ■ Nahury Yamile Castellanos-Blanco^d

Resumen: Colombia es un país con alta actividad agrícola, lo que genera grandes volúmenes de residuos, en su mayoría desaprovechados. En el cultivo de plátano solo se utiliza el fruto, el cual representa aproximadamente el 20 % de la planta; el resto —raíces, rizoma, cáscaras, pseudotallo, hojas, raquis y flor— es descartado. Entre las estrategias de valorización de biomasa, la Hidrogenación Catalítica por Transferencia (HCT) ha mostrado potencial. Sin embargo, existen pocos estudios que aborden la HCT de lignina del pseudotallo de plátano, integrando aspectos cinéticos y termoanalíticos. Esta investigación evalúa la valorización de compuestos fenólicos derivados de lignina extraída del pseudotallo de plátano dominico-hartón (*Musa AAB Simmonds*). La extracción siguió el método ASTM D1106, mediante extracción Soxhlet con etanol-tolueno, filtración, tratamiento con H₂SO₄ y calentamiento. La lignina fue caracterizada por FT-IR y sometida a HCT homogénea con 50,4 mg de lignina, 4,75 mg de NiCl₂·6H₂O como catalizador y mezcla etanol-agua (50 % v/v) como medio reductor. Se usó un diseño central rotatorio con temperatura (25–240 °C) y tiempo (1–8 h) como variables independientes y compuestos fenólicos totales (cft) como respuesta, evaluados por el método

* Artículo de Investigación.
Resultado de las actividades del Grupo de Investigación en Ciencias Ambientales, INCIAM, Química, Universidad del Quindío, Armenia, Colombia.

a Magister en Química. Docente catedrática auxiliar. Universidad del Quindío, Armenia, Colombia.
Correo electrónico: parojasg@uniquindio.edu.co.

b Doctor en Ciencias. Docente investigador en Química. Universidad del Tolima, Ibagué, Colombia.
Correo electrónico: hfcortesh@ut.edu.co; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7242-0192>

c Doctor en Ciencias. Docente investigador en Química. Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia.
Correo electrónico: johny.rodriguez@utp.edu.co; ORCID <https://orcid.org/0000-0002-5216-220X>

d Doctor en Ciencias. Docente investigador. Universidad Nacional Abierta y a Distancia- UNAD, Bogotá, Colombia.
Correo electrónico: nahury.castellanos@unad.edu.co; ORCID : <https://orcid.org/0000-0001-7167-3366>

Folin-Ciocalteu. Se realizaron 13 reacciones, y se encontraron condiciones óptimas a 25 °C y 4,8 h. El modelo cinético se ajustó a una reacción de pseudoorden primer orden. El análisis térmico por DSC y TGA arrojó una temperatura de transición vítrea de 150 °C, recristalización a 455 °C (630,4 J/g°C) y fusión a 718 °C (8602,42 J/g°C).

Palabras clave: biomasa; catálisis; cinética; extracción; fenoles; hidrogenación

Recibido: 24/06/2025 **Aceptado:** 11/04/2025 **Disponible en línea:** 30/12/2025

Cómo citar: P. A. Rojas García, H. F. Cortés Hernández, J. R. Rodríguez Pérez, y N. Y. Castellanos-Blanco, «Estudio termoanalítico y cinético de la valorización de derivados fenólicos provenientes de la biomasa del pseudotallo del plátano dominicohartón (*Musa AAB Simmonds*)», Rev. Fac. Cienc. Básicas, vol. 19, n.º 2, pp. 47–73, dic. 2025.

*Thermoanalytical and Kinetic Study of the Valorization of Phenolic Derivatives from the Biomass of the Pseudostem of the Plantain Dominico-Hartón (*Musa AAB Simmonds*)*

Abstract: Colombia is a country with significant agricultural activity, which generates large amounts of waste, most of which is not utilized. In banana cultivation, only the fruit is used, accounting for about 20 % of the plant; the remaining 80 %—roots, rhizome, peels, pseudostem, leaves, rachis, and flower—is discarded. Biomass valorization methods such as Catalytic Transfer Hydrogenation (CTH) offer promising alternatives. However, studies on the CTH of lignin from banana pseudostem integrating kinetic and thermodynamic aspects are scarce. This research evaluates the valorization of phenolic compounds derived from lignin extracted from the pseudostem of dominico-hartón banana (*Musa AAB Simmonds*). Lignin was extracted using the ASTM D1106 method, which includes Soxhlet extraction with ethanol-toluene, filtration, sulfuric acid treatment, and heating. FT-IR analysis confirmed the presence of phenolic compounds, which were obtained through homogeneous CTH using 50.4 mg of lignin, 4.75 mg of $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ as catalyst precursor, and a 50 % v/v ethanol-water mixture as hydrogen donor and solvent. A central composite design was applied, with temperature (25–240 °C) and reaction time (1–8 h) as independent variables, and total phenolic compounds (TPC), measured via the Folin-Ciocalteu method, as the response. Thirteen randomized reactions were performed, with optimal conditions found at 25 °C and 4.8 h. Kinetic modeling indicated a pseudo-first-order reaction. Thermal analysis by DSC and TGA showed a glass transition temperature of 150 °C, recrystallization at 455 °C (630.4 J/g°C), and melting at 718 °C (8602.42 J/g°C).

Keywords: Biomass; Catalysis; Kinetics; Extraction; Phenols; Hydrogenation

*Estudo termoanalítico e cinético da valorização de derivados fenólicos da biomassa do pseudocaule da bananeira-dominica (*Musa AAB Simmonds*)*

Resumo: A Colômbia é um país com alta atividade agrícola, que gera grandes volumes de resíduos, a maioria dos quais não é aproveitada. No cultivo da banana, apenas o fruto é utilizado, representando aproximadamente 20% da planta; o restante — raízes, rizoma, cascas, pseudocaule, folhas, ráquis e flores — é descartado. Dentre as estratégias de valorização da biomassa, a Hidrogenação Catalítica por Transferência (HCT) tem demonstrado potencial. No entanto, poucos estudos abordam

a HCT da lignina do pseudocaule da banana, integrando aspectos cinéticos e termoanalíticos. Esta pesquisa avalia a valorização de compostos fenólicos derivados da lignina extraída do pseudocaule da variedade de banana-da-terra *Musa AAB* Simmonds. A extração seguiu o método ASTM D1106, utilizando extração Soxhlet com etanol-tolueno, filtração, tratamento com H_2SO_4 e aquecimento. A lignina foi caracterizada por FT-IR e submetida a HCT homogênea com 50,4 mg de lignina, 4,75 mg de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ como catalisador e uma mistura de etanol-água (50% v/v) como meio redutor. Um planejamento experimental descritivo central rotacional foi utilizado com temperatura (25–240 °C) e tempo (1–8 h) como variáveis independentes e compostos fenólicos totais (TPC) como variável dependente, avaliados pelo método de Folin-Ciocalteu. Treze reações foram realizadas e as condições ótimas foram encontradas a 25 °C e 4,8 h. O modelo cinético foi ajustado a uma reação de pseudo-primeira ordem. A análise térmica por DSC e TGA resultou em uma temperatura de transição vítrea de 150°C, recristalização a 455°C (630,4J/g°C) e fusão a 718°C (8602,42J/g°C).

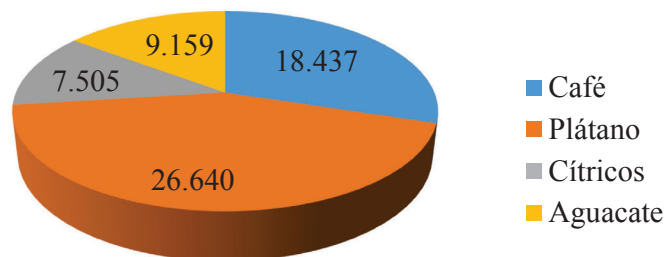
Palavras-chave: biomassa; catálise; cinética; extração; fenóis; hidrogenação

Introducción

La biomasa es un recurso renovable, abundante, carbono-neutro, con diversas propiedades, respetuoso con el medio ambiente, de fácil obtención y bajo costo. Puede ser utilizada para la producción de energía y una amplia variedad de productos químicos, lo que representa una alternativa viable al uso continuo de fuentes fósiles. Su aprovechamiento contribuye a mitigar los problemas asociados con la contaminación ambiental y la emisión de gases de efecto invernadero. En la actualidad, la búsqueda de fuentes renovables y sostenibles que reemplacen a los recursos tradicionales es una necesidad urgente [1].

Según datos reportados por la Cámara de Comercio del departamento del Quindío, la principal actividad económica de la región es la agricultura, siendo esta la que genera mayores ingresos. La producción agrícola del departamento se concentra principalmente en cultivos como plátano, café, aguacate y cítricos. De acuerdo con el informe Umatas [2] elaborado por las secretarías de Agricultura, Desarrollo Económico, Desarrollo Productivo y las oficinas de Desarrollo Agropecuario Municipales, el cultivo de plátano representó la mayor participación en el área sembrada del departamento del Quindío, como se muestra en la Figura 1.

Figura 1. Área sembrada en hectáreas, de los principales cultivos permanentes en el departamento del Quindío, año 2024



Fuente: Plan de Desarrollo Departamental 2024-2027 [2].

Durante la cosecha del racimo de plátano, aproximadamente el 80 % de la planta es descartado, incluyendo raíces, rizoma, cáscaras, pseudotallo, hojas, raquis y flor [3]. Actualmente, esta biomasa residual se emplea principalmente como abono para el siguiente ciclo de cultivo, debido al limitado conocimiento por parte de los agricultores sobre alternativas de aprovechamiento que generen valor agregado e ingresos adicionales. Esta situación se agrava por la volatilidad del mercado platanero, que afecta negativamente la economía de los productores. Además, durante la temporada de lluvias, la biomasa dispuesta en el campo puede convertirse en un problema ambiental, puesto que deteriora la calidad del cultivo, afectando las condiciones del suelo y favoreciendo la proliferación de plagas [2].

La biomasa lignocelulósica está compuesta principalmente por celulosa, hemicelulosa y

lignina. Esta última tiene un alto potencial como fuente renovable para la producción sostenible de combustibles y productos químicos. Su conversión mediante procesos de reducción permite obtener compuestos aromáticos simples, como derivados fenólicos, de gran interés industrial [4].

En este sentido, la hidrogenación catalítica por transferencia (HCT) es una técnica prometedora para la reducción de lignina, destacada por su alta eficiencia atómica, seguridad operativa y viabilidad económica, dado que emplea alcoholes como donadores de hidrógeno, los cuales son fácilmente accesibles y manejables [4]. En cuanto al catalizador, ha aumentado el interés en el desarrollo de sistemas económicos y abundantes basados en metales de transición como hierro (Fe), cobalto (Co) y, más recientemente, níquel (Ni), este último con resultados prometedores en procesos de HCT [5]. Pese a su potencial, son escasos los estudios que

aborden la HCT de lignina extraída del pseudotallo del plátano, incluyendo análisis conjuntos de parámetros cinéticos y termoanalíticos, los cuales son fundamentales para evaluar la viabilidad técnica y eficiencia de estos procesos de valorización.

En este contexto, se hace necesaria la generación de conocimiento orientado a la obtención de compuestos fenólicos de alto valor energético a partir del pseudotallo de plátano. Esta fracción de la biomasa podría constituirse en una fuente relevante de precursores para la síntesis de moléculas de interés industrial, como eugenol, catecol, guaiaicol, vainillina y ácido ferúlico [6], compuestos que actualmente se obtienen mayoritariamente a partir de fuentes sintéticas.

Con base en lo anterior, el objetivo de esta investigación fue estudiar la caracterización termoanalítica y las propiedades cinéticas de la valorización de lignina extraída del pseudotallo de plátano dominico-hartón (*Musa AAB Simmonds*) mediante hidrogenación catalítica por transferencia, con el fin de obtener compuestos fenólicos de alto valor agregado. En este trabajo se presentan los resultados de la extracción de lignina utilizando el método ASTM D1106, así como su caracterización mediante espectroscopía FT-IR. Posteriormente, se reportan los resultados de 13 reacciones de hct empleando etanol como donador de hidrógeno y $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ como precursor catalítico, bajo diferentes condiciones de temperatura y tiempo. La variable de respuesta fueron los compuestos fenólicos totales (CFT), determinados mediante el método de Folin-Ciocalteu. A partir del análisis estadístico se determinaron las condiciones óptimas de reacción. Para confirmar la presencia de compuestos fenólicos, se realizó un análisis comparativo por FT-IR entre la lignina pura y el producto de la hct en condiciones óptimas. Finalmente, se presenta el estudio cinético

de la reacción óptima mediante el método gráfico, determinando el orden de reacción, así como el análisis térmico por DSC/TGA, donde se reporta el estudio termoanalítico y los cambios másicos asociados a la degradación térmica del material tratado.

Materiales y métodos

Para los análisis de espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR), se empleó el equipo Jasco FT-IR 4700 (número de serie D049361788), utilizando la técnica de reflectancia total atenuada (ATR). La resolución se fijó en 4 cm^{-1} y la velocidad de escaneo en 2 mm/s , aplicando el método de bromuro de potasio (KBr). El detector operó en un rango espectral de 400 a 4000 cm^{-1} .

Las lecturas espectrofotométricas para los análisis de *fouling* se realizaron con el equipo Genesys 10 UV-VIS Scanning (número de serie 335906, ThermoScientific, USA) a una longitud de onda de 760 nm .

Para la caracterización térmica de las muestras, se utilizó el equipo de análisis térmico simultáneo DSC/ TGA SDT-650, operado mediante el *software* TRIOS. Las muestras se sometieron a un tratamiento térmico desde 18 °C hasta 1000 °C , con una tasa de calentamiento de 25 °C/min .

Toma de muestra

La toma de muestra de los pseudotallos provenientes de la biomasa generada de los cultivos de plátano, se realizará en la finca Jerusalén vereda Golconda municipio de Armenia, coordenadas $4^{\circ} 27' 13''$ norte y $75^{\circ} 44' 13''$ oeste a 1220 m.s.n.m. perteneciente a la empresa AXM GREEN SAS, como se presenta en la Figura 2. La caracterización de la planta fue realizada por el herbario de la Universidad Tecnológica de Pereira.

Adecuación de la biomasa

Esta etapa del estudio comprendió la selección, limpieza, corte, secado y almacenamiento de las muestras de pseudotallo provenientes de la biomasa del plátano. A continuación, se describe cada uno de los procesos realizados.

Selección de los pseudotallos

Los pseudotallos fueron seleccionados el mismo día de la cosecha. Estos se cortaron a un metro del nivel del suelo, y se utilizaron secciones de aproximadamente 30 cm de largo. Posteriormente, se empacaron en bolsas plásticas negras de uso comercial y se trasladaron al laboratorio de la

Universidad Nacional Abierta y a Distancia, donde continuó el tratamiento de las muestras. El proceso de selección se presenta en la Figura 3.

Limpieza y cortado

En el laboratorio, el mismo día de la selección, se retiró la corteza externa de los troncos de pseudotallo y se redujo aproximadamente un 30 % de su diámetro. Posteriormente, se realizaron cortes transversales de forma manual, de aproximadamente 1 cm de grosor. Las secciones obtenidas fueron pesadas y esparcidas en bandejas cubiertas con papel aluminio, como se muestra en la Figura 4.

Figura 3. Selección de los pseudotallos de plátano



Fuente: elaboración propia.

Figura 4. Limpieza y cortado de los pseudotallos de plátano



Fuente: elaboración propia.

Secado y almacenamiento

El pseudotallo cortado fue sometido a un proceso de secado por lotes a 70 °C durante 24 horas, en el cual se eliminó aproximadamente el 95 % de su peso. Una vez finalizado el secado, el material fue pesado y almacenado en bolsas con doble sellado

hermético, para su posterior uso en el proceso de deslignificación.

Proceso de extracción de la lignina

Una vez completada la adecuación de la biomasa, se procedió a la extracción de la lignina siguiendo

la metodología ASTM D1106 [7]. Este procedimiento consistió en una extracción Soxhlet utilizando una mezcla etanol-tolueno, seguida de procesos de secado, lavado de la muestra, filtraciones al vacío y tratamientos con soluciones concentradas y diluidas de H_2SO_4 , incluyendo calentamiento hasta ebullición. La lignina recuperada fue caracterizada mediante espectroscopía infrarroja (FT-IR) utilizando un espectrofotómetro Jasco FT-IR 4700.

Diseño experimental

El diseño experimental aplicado a la extracción de lignina consistió en un estudio de exactitud y precisión, donde la variable de respuesta fue la cantidad de lignina extraída. Se realizó la extracción en tres muestras por triplicado, calculando el promedio, la desviación estándar, el error estándar y el coeficiente de variación.

Reacciones de hidrogenación catalítica (HC)

Las reacciones de hidrogenación catalítica (HC) se llevaron a cabo considerando como variables el tiempo de reacción (entre 1 y 8 horas) y la temperatura (entre 25 °C y 240 °C). Estos parámetros fueron definidos a partir de una revisión bibliográfica en la que se consultaron diversas fuentes para identificar condiciones iniciales aplicables al tratamiento de lignina mediante hidrogenación por transferencia [4], [8-10].

A partir de esta revisión, se establecieron los siguientes parámetros experimentales: se emplearon 50,5 mg (0,1 mmol) de lignina como sustrato y cloruro de níquel hexahidratado ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) como

precursor catalítico. La cantidad de catalizador fue del 20 % molar respecto al sustrato, equivalente a 4,75 mg (0,02 mmol). Como disolventes y agentes donadores de hidrógeno se utilizaron 30 mL (29,91 g; 1661,7 mmol) de agua y 30 mL (23,68 g; 514 mmol) de etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), en proporción volumétrica 1:1.

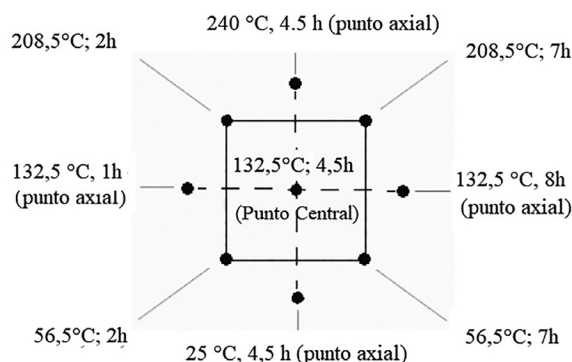
Las reacciones se realizaron en balones de fondo plano de 100 mL (pírex), equipados con condensadores en la parte superior y sellados herméticamente para evitar la pérdida de compuestos volátiles. La temperatura de reacción se controló mediante planchas de calentamiento con agitación, utilizando baños de aceite de silicona en recipientes refractarios.

Diseño experimental reacciones de HC

Para el diseño experimental se aplicó un diseño central compuesto de superficie de respuesta con dos factores: tiempo de reacción (1-8 h) y temperatura (25-240 °C). Este diseño incluyó un total de 13 experimentos y presentó propiedades de rotabilidad y ortogonalidad en bloques.

Los datos experimentales se cargaron en el *software* Minitab, donde se estableció el número de tratamientos y se definieron las condiciones iniciales de reacción, como se muestra en la Figura 5 y la Tabla 1.

La variable de respuesta optimizada fue el contenido de compuestos fenólicos totales (CFT), determinados mediante el método de Folin-Ciocalteu, con el objetivo de evaluar la influencia del tiempo (t) y la temperatura (T) sobre su concentración. Se aplicaron regresiones de superficie de respuesta y pruebas de significancia estadística.

Figura 5. Puntos de diseño para las reacciones de HC

Fuente: elaboración propia.

Tabla 1. Tratamientos a desarrollar de acuerdo con el diseño experimental - orden aleatorio

Orden	Tratamiento	Temperatura °C	Tiempo (h)
1	3	56,5	2
2	9	208,5	2
3	11	56,5	7
4	13	208,5	7
5	10	25	4,5
6	12	240	4,5
7	6	132,5	1
8	1	132,5	8
9	4	132,5	4,5
10	7	132,5	4,5
11	8	132,5	4,5
12	5	132,5	4,5
13	2	132,5	4,5

Fuente: número de tratamientos y condiciones iniciales de reacción definidas mediante *software* Minitab.

Una vez finalizado el tiempo de reacción y alcanzada la temperatura ambiente, las muestras fueron almacenadas en tubos de ensayo sellados, con el fin de evitar su descomposición y preservar su integridad para el tratamiento posterior, como se indica a continuación.

Además de la determinación del contenido de compuestos fenólicos mediante el método de Folin-Ciocalteu (descrito en la siguiente sección), se realizaron análisis espectroscópicos por FTIR

utilizando un espectrofotómetro Jasco FT-IR 4700. Los espectros obtenidos permitieron identificar los grupos funcionales y los enlaces característicos presentes en cada una de las muestras.

Determinación de compuestos fenólicos

Método Folin-Ciocalteu

La determinación de compuestos fenólicos totales se realizó mediante el método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu, basado en la oxidación de los grupos fenólicos por el reactivo Folin-Ciocalteu, compuesto por ácido fosfomolibdotúngstico (W^{6+} , Mo^{6+}), que en medio ácido presenta color amarillo. Al ser reducido a W^{5+} y Mo^{5+} por los grupos fenólicos en medio básico, se formó un complejo de color azul, cuya intensidad fue medida por absorbancia a 760 nm.

El procedimiento se desarrolló de la siguiente manera: en tubos de ensayo recubiertos con papel aluminio y frascos ámbar, se tomaron 500 μ L de muestra, a los que se adicionaron 750 μ L del reactivo Folin-Ciocalteu al 25 % (Panreac, USA). Después de esperar cinco minutos, se agregaron 750 μ L de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) al 20 % (Merck, Alemania), se agitó en un mezclador de vórtice (XH-C, China), se dejó reposar durante 30 minutos y se realizó la lectura espectrofotométrica en un equipo Genesys 10 uv-vis Scanning (número de serie 335906 – Thermo Scientific, usa) a 760 nm.

Los resultados se expresaron en mg de ácido gálico equivalente (GAE)/mL de muestra [11]. Se construyó una curva de calibración, representada por la ecuación $Y = 0,112X + 0,0076$ ($R^2 = 0,9985$), donde Y es la absorbancia y X los mg de ácido gálico por mL.

Cinética de la reacción óptima

A la reacción optimizada se le aplicó un análisis cinético, bajo las condiciones establecidas en la sección 2.5. Se tomaron muestras cada 15 minutos hasta las 4,8 horas. A cada muestra se le determinó el contenido de compuestos fenólicos mediante el método de Folin-Ciocalteu. El cálculo del orden de

la reacción se realizó por el método gráfico, tratando la concentración como de pseudoorden.

Estudio termooanalítico

Análisis experimentales DSC y TGA

La caracterización térmica de las muestras se realizó en un equipo de análisis térmico simultáneo DSC/TGA SDT-650, operado mediante el *software* TRIOS. Las muestras fueron sometidas a un tratamiento térmico desde 18 °C hasta 1000 °C, con una velocidad de calentamiento de 25 °C/min. Cada muestra fue depositada en una cápsula de aluminio, registrando un peso de 4,305778 mg en una balanza analítica, y posteriormente fue sellada para evitar pérdidas.

Análisis curva DSC

En primer lugar, se caracterizó la temperatura de transición vítrea utilizando el método STAR. El procedimiento aplicado fue el siguiente:

- Se trazaron líneas base en las zonas vítrea y gomosa, correspondientes a las dos rampas horizontales del gráfico.
- Se identificó el punto de inflexión de la curva.
- Se determinó la abscisa de la tangente en el punto de inflexión, y se obtuvo así la temperatura de transición vítrea (T_g).
- Se trazaron líneas paralelas desde los puntos de intersección entre la tangente en T_g y las líneas base.
- Se calculó la diferencia de alturas (ΔH), relacionándola con la masa (m) y la velocidad de calentamiento (β), para obtener el incremento de capacidad calorífica (ΔC_p) mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta C_p = \frac{\Delta H}{(m \cdot \beta)} \quad (\text{Ecuación 1})$$

En segundo lugar, para el análisis de cambios de estado, se observó la curva de DSC para determinar la energía asociada al proceso de fusión (ΔH_m), así como la temperatura de fusión (T_m). También se identificaron la entalpía de cristalización y la temperatura correspondiente (T_c). Con el fin de

complementar estos análisis, se construyó la curva de poder calorífico vs. temperatura, donde los máximos y mínimos indicaron los cambios de estado vinculados con calores latentes, mientras que los tramos lineales representaron los calores sensibles.

Análisis curva TGA

Para el análisis termogravimétrico, se identificaron gráficamente las zonas de pérdida de masa y el residuo. Se determinaron las temperaturas de inicio y fin de descomposición, así como la temperatura pico de descomposición. Adicionalmente, se construyó la curva DTGA (derivada de primer orden de la TGA), que mostró la velocidad de pérdida de masa en función de la temperatura. Esta permitió determinar con mayor precisión la temperatura pico en la que se produjo la máxima descomposición del material.

Resultados y discusión

En esta sección se analizarán y discutirán los resultados obtenidos de las extracciones de lignina del pseudotallo del plátano por medio de la metodología ASTM D 1106, así como las caracterizaciones de los polifenoles de la lignina por medio de FT-IR y el método de Folin-Ciocalteu. Se analizarán los resultados para las 13 reacciones de hidrogenación catalítica por transferencia (HCT) planteadas estadísticamente, así como la reacción óptima indicada por el tratamiento estadístico, y finalmente se establecerá la cinética asociada a la reacción óptima, así como el estudio termooanalítico involucrado.

Extracción de lignina del pseudotallo del plátano variedad dominico-hartón (*Musa AAB Simmonds*)

Cantidad de lignina extraída, análisis estadístico

La extracción de lignina se realizó por triplicado en tres muestras de pseudotallo de plátano seco, siguiendo la metodología ASTM D1106 [7]. A los resultados obtenidos se les aplicó un análisis de exactitud y precisión, cuyos valores se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados de la extracción de lignina del pseudotallo de plátano y estudio de exactitud y precisión – partiendo de 1g de pseudotallo seco

	Réplica1 (g)	Réplica2 (g)	Réplica3 (g)	Promedio	% lignina
Muestra 1	0,206	0,252	0,275	0,244	24,4
Muestra 2	0,305	0,277	0,245	0,276	27,6
Muestra 3	0,285	0,1826	0,27	0,246	24,6
			PROMEDIO	0,255	25,5
Desviación estándar	0,0177 g				
Coefficiente de varianza	6,92 %				

Fuente: datos experimentales obtenidos de la extracción de lignina.

El estudio de exactitud y precisión evidenció que la desviación promedio en la cantidad de lignina extraída del pseudotallo de plátano, respecto al valor medio de 0,255 g, fue de 0,0177 g. Esta variación representa un 6,92 %, lo cual se considera bajo y aceptable, ya que los coeficientes de variación inferiores al 10 % son generalmente admitidos como adecuados en estudios de reproducibilidad analítica [6].

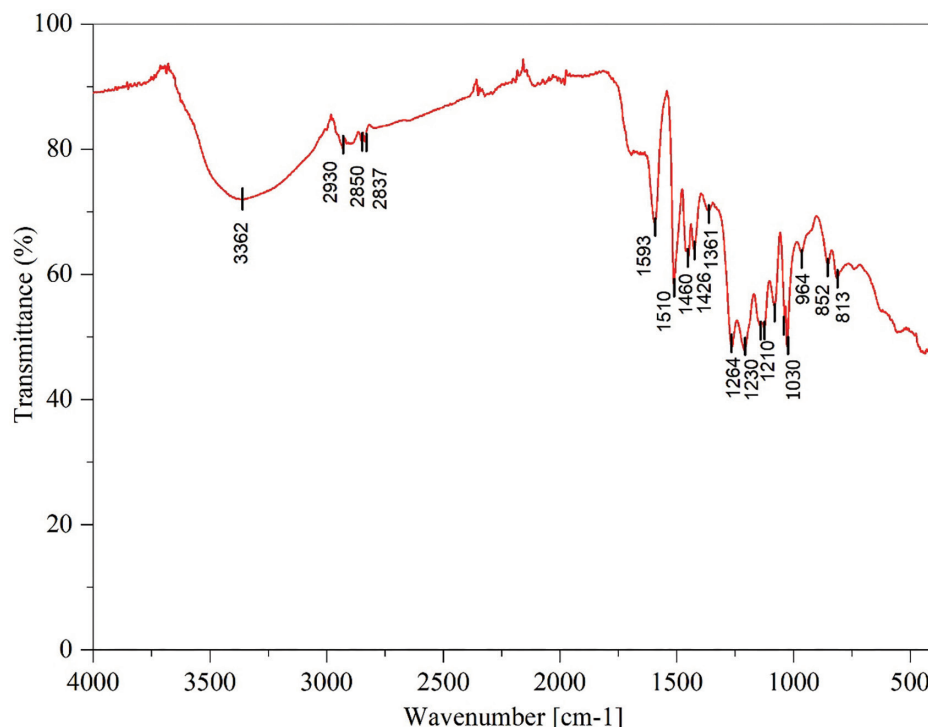
En promedio, la lignina obtenida representó el 25,5 % del peso seco del pseudotallo. Este valor se encuentra dentro del rango reportado en la literatura para esta y otras partes morfológicas de la planta del plátano, así como para otras fuentes vegetales. Por ejemplo, Oliveira *et al.* [12] en su estudio sobre la composición química de distintas partes de la planta de plátano ‘*Dwarf Cavendish*’, reportaron un contenido de lignina de 10,5 % en el raquis y 24,5 % en las hojas. De manera similar, Sannigrahi *et al.* [13] informaron un 29 % de lignina en biomasa de pino; Yeh *et al.* [14] reportaron aproximadamente 27,7 % en madera; y Ramírez y Enríquez [15] identificaron un 16 % de lignina en pseudotallos de plátano procesados. Asimismo,

Xiao *et al.* [16] indicaron contenidos de lignina entre 21,6 % y 33,8 % en diferentes zonas de plantas de eucalipto, mientras que Balogun *et al.* [17] reportaron 28,3 % para la cáscara del plátano, 16,5 % para el pseudotallo y 19,2 % para el raquis en residuos de *Musa spp.* del cinturón de selva tropical de Nigeria.

En este contexto, los resultados obtenidos mediante la metodología empleada se encuentran dentro de los rangos esperados y reportados para biomásas similares, lo que respalda la validez del procedimiento. A partir de la muestra de lignina extraída, se procedió con su caracterización, como se describe a continuación.

Caracterización FT-IR de la lignina extraída

En el espectro obtenido para la lignina pura, es posible identificar los grupos funcionales y enlaces característicos para la lignina. En la Figura 6 se presenta el espectro para la lignina extraída y la ubicación de las principales bandas de absorción características.

Figura 6. Espectro IR de la lignina extraída

Fuente: elaboración propia.

Análisis espectroscópico por FTIR de la lignina extraída

La Figura 6 muestra las principales bandas de absorción características de la lignina, las cuales permiten confirmar su estructura típica. La banda ancha centrada en $3362,28\text{ cm}^{-1}$ corresponde a las vibraciones de tensión del enlace O–H, atribuibles a grupos hidroxilo asociados mediante enlaces de hidrógeno. La banda en 2930 cm^{-1} se asocia a las vibraciones de estiramiento del enlace C–H, propias de los grupos metoxilo presentes en la estructura base del anillo aromático de la lignina [16]. Por su parte, la región comprendida entre 2850 y 2837 cm^{-1} se relaciona con estiramientos C–H en fracciones alifáticas [15].

Las bandas ubicadas en 1593 y 1510 cm^{-1} se asignan a las vibraciones de los anillos aromáticos y al estiramiento de enlaces C=C, así como de C=O conjugados, mientras que la banda en 1460 cm^{-1} corresponde a deformaciones asimétricas de enlaces C–H en grupos metilo (–CH₃) y metileno (–CH₂–). La señal en 1426 cm^{-1} indica

vibraciones del esqueleto aromático, combinadas con deformaciones en el plano de enlaces C–H, características de grupos metoxilo [18].

Adicionalmente, la fuerte absorción observada en 1361 cm^{-1} se asocia con la presencia de unidades de siringilo (S), mientras que la banda relativamente débil en 1264 cm^{-1} se atribuye a unidades de guayacilo (G) [16]. La región entre 1230 y 1210 cm^{-1} revela la presencia de enlaces aromáticos C–O, y las bandas entre 1000 y 1200 cm^{-1} se relacionan con estiramientos de enlaces C–O de grupos metoxilo y C–O–H [18].

Las vibraciones de estiramiento del grupo C–OH y del enlace O–CH₃, observadas alrededor de 1030 cm^{-1} , son indicativas de componentes estructurales propios de la lignina [16]. La banda en 964 cm^{-1} se atribuye a la deformación fuera del plano del grupo –HC=CH– en configuración trans [14] mientras que las señales en 852 y 813 cm^{-1} corresponden a enlaces C–H fuera del plano en las posiciones 2, 5 y 6 de las unidades de guayacilo [16].

Con base en este análisis, se concluye que el material obtenido mediante la extracción de lignina del pseudotallo de plátano, siguiendo la norma ASTM D1106 [7], presenta las señales espectroscópicas características de esta macromolécula, lo que confirma su correcta identificación estructural.

Reacciones de hidrogenación catalítica

En la Tabla 3 se pueden observar las reacciones de HCT desarrolladas y los valores de concentración de compuestos fenólicos determinados bajo la metodología de Folin-Ciocalteu una vez concluidas las reacciones.

Tabla 3. Reacciones químicas y variable de respuesta CFT

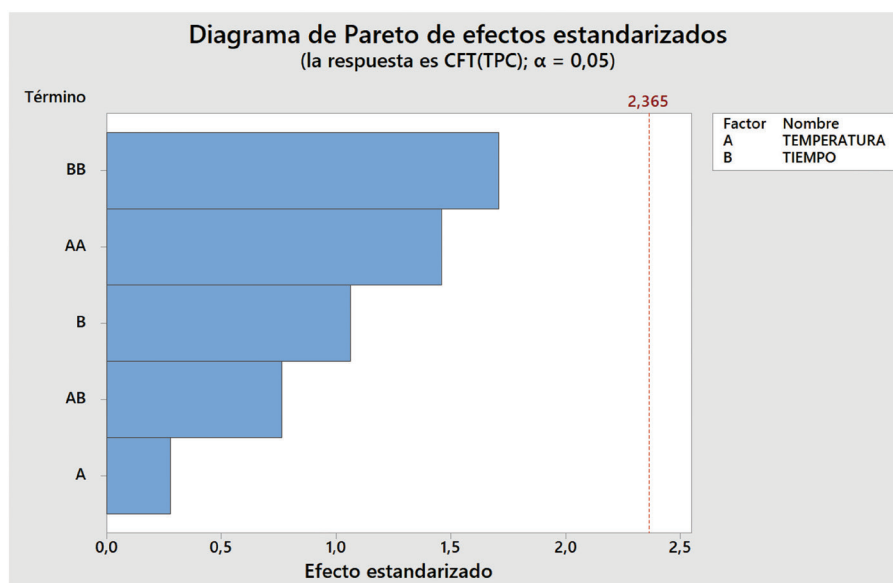
Orden	Tratamiento	Temperatura °C	Tiempo (h)	CFT (mgAG/mL)
1	3	56,5	2	0,0802
2	9	208,5	2	0,0893
3	11	56,5	7	0,0940
4	13	208,5	7	0,0889
5	10	25	4,5	0,0878
6	12	240	4,5	0,0902
7	6	132,5	1	0,0812
8	1	132,5	8	0,0520
9	4	132,5	4,5	0,0798
10	7	132,5	4,5	0,0862
11	8	132,5	4,5	0,0849
12	5	132,5	4,5	0,0844
13	2	132,5	4,5	0,0838

Fuente: datos obtenidos a partir de las reacciones de HCT realizadas.

Con el fin de determinar los efectos de las variables temperatura y tiempo en las reacciones de HCT, así como establecer la reacción óptima evaluando como variable de respuesta la concentración de compuestos fenólicos totales (CFT), se analiza el diagrama de Pareto, la superficie de respuesta y la maximización de la concentración de CFT realizada por el software Minitab.

En la Figura 7 se observa el diagrama de Pareto derivado del análisis estadístico de las reacciones de HCT y la variable de respuesta CFT, el diagrama muestra los valores absolutos de la magnitud

y la importancia de los efectos estandarizados de las variables temperatura y tiempo desde el efecto más significativo hasta el más pequeño. Como se evidencia, ninguno de los efectos cruza la línea roja de referencia que determina la significancia estadística en los términos actuales del modelo, por lo que se establece que ninguno de ellos causa un efecto estadísticamente significativo en las reacciones químicas tratadas, solo se puede observar un valor ligeramente mayor para el efecto cuadrático de la variable tiempo con respecto a los efectos de la temperatura.

Figura 7. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados - variables T y t

Fuente: diagrama obtenido mediante el *software* Minitab.

Los resultados del análisis estadístico, en los cuales ni la temperatura (T) ni el tiempo de reacción (t) resultaron globalmente significativos dentro del modelo, sugieren que el sistema podría estar condicionado por factores adicionales a las variables operativas evaluadas. Una primera hipótesis se relaciona con la limitación en la cantidad o el estado catalítico del $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, empleado como precursor. Es posible que la formación de las especies catalíticas activas se vea afectada por procesos de desactivación, agregación o adsorción sobre la superficie de la lignina, disminuyendo así su efectividad a lo largo del tiempo de reacción. En segundo lugar, no puede descartarse la presencia de limitaciones de transferencia de masa, tanto externas como intraparticulares, debido a la naturaleza heterogénea de la lignina y a la viscosidad del medio etanol-agua, lo cual puede reducir la difusión del donador de hidrógeno hacia los sitios activos. Asimismo, se plantea la posibilidad de un agotamiento parcial del donador de hidrógeno (etanol) o el establecimiento temprano de un equilibrio de transferencia de hidrógeno, que limitaría la conversión del sustrato. Por otro lado, el método Folin-Ciocalteu, aunque adecuado para la estimación global de compuestos

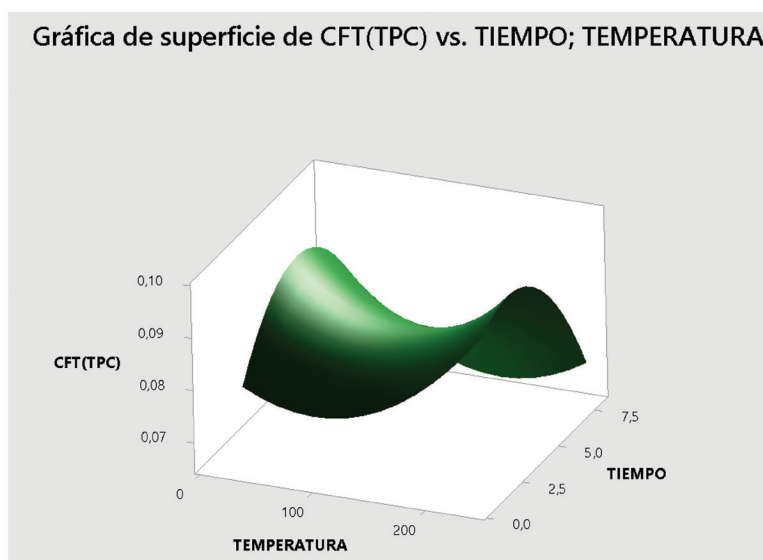
fenólicos totales, presenta baja especificidad y sensibilidad frente a los cambios en la composición química de la mezcla, ya que responde a la capacidad reductora total del sistema [27]. Finalmente, la normalización de la respuesta en mg GAE/mL , en lugar de hacerlo respecto al peso de lignina tratada (mg GAE/g), puede haber reducido la relación señal/ruido, enmascarando la influencia real de las variables T y t. En conjunto, estas consideraciones sugieren que bajo las condiciones experimentales y analíticas empleadas, el sistema podría no encontrarse en un régimen cinético sensible a la temperatura o al tiempo de reacción, recomendándose para estudios futuros una optimización de la carga catalítica, la relación solvente/donador y el enfoque analítico, a fin de fortalecer la interpretación de los resultados y la validez del modelo propuesto.

La Figura 8 muestra la gráfica de superficie de respuesta generada por el *software*, en ella se pueden observar los niveles de las variables temperatura y tiempo que optimizan la variable de respuesta concentración de CFT. Valores máximos de concentración de CFT se pueden obtener a bajas temperaturas y a tiempos medios cercanos a las 5 h de reacción.

En la Figura 9 se observa el resultado para la optimización de la variable de respuesta CFT que en el caso de los experimentos consiste en maximizar este valor. De acuerdo con el análisis estadístico la reacción óptima donde se maximizan la concentración de CFT corresponde a una temperatura de $T = 25^{\circ}\text{C}$ y tiempo de reacción de $t = 4,82$ h. Analizando la deseabilidad individual (d) que evalúa la manera en que la configuración optimiza una respuesta individual, con un valor de 0,97519 y la deseabilidad compuesta (D) que

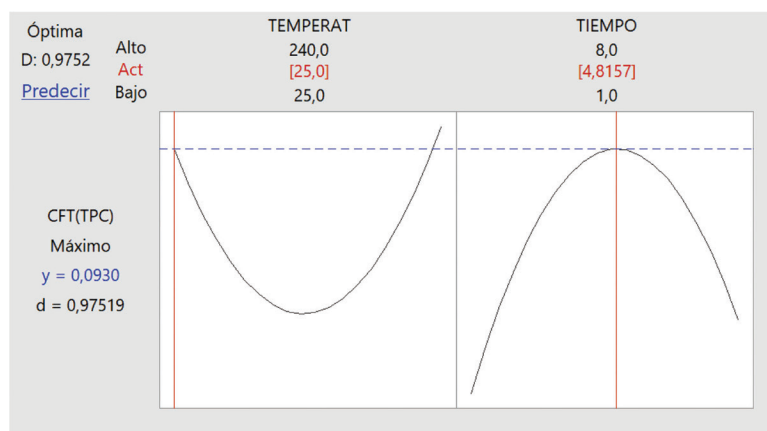
evalúa la manera en que la configuración optimiza un conjunto de respuestas en general, con un valor de 0,9752, se puede establecer que ambos valores indican que la combinación de variables T y t establecidas como óptimas satisface la meta de obtener el máximo valor posible para concentración de compuestos fenólicos totales en las reacciones de HCT tratadas. Tanto la deseabilidad individual (d) como la deseabilidad compuesta (D) tienen un rango de cero a uno, donde uno representa la situación ideal.

Figura 8. Gráfica de superficie de respuesta para CFT vs. t y T



Fuente: diagrama obtenido mediante el *software* Minitab.

Figura 9. Optimización de la variable de respuesta CFT



Fuente: diagrama obtenido mediante el *software* Minitab.

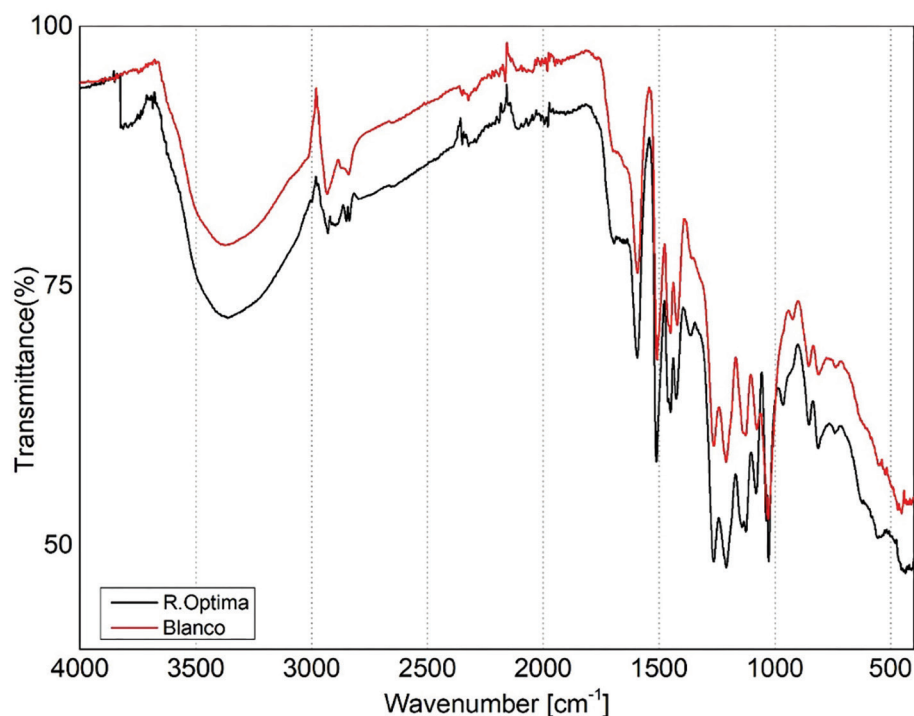
Si bien el modelo estadístico indicó un valor óptimo de concentración de CFT a una temperatura de 25 °C y un tiempo de reacción de 4,82 h, este resultado refleja principalmente el comportamiento matemático del ajuste y no necesariamente un efecto químico directo de las variables temperatura y tiempo. Desde el punto de vista químico, la hidrogenación catalítica por transferencia (HCT) de lignina a temperatura ambiente podría presentar una activación catalítica limitada y una menor despolimerización, lo que sugiere que el máximo obtenido corresponde a un óptimo aparente derivado del modelo de superficie de respuesta. Esta interpretación se sustenta en que, de acuerdo con el diagrama de Pareto, ninguna de las variables independientes mostró efectos estadísticamente significativos al 95 % de confianza. En consecuencia, los valores de deseabilidad reportados deben entenderse como una expresión de la bondad del ajuste del modelo y no como evidencia de un máximo

químico comprobado. El modelo, no obstante, aporta información relevante para identificar condiciones en las cuales el sistema presenta un mayor rendimiento relativo de compuestos fenólicos, constituyendo una aproximación exploratoria que podrá ser validada en estudios posteriores.

Estudio espectroscópico de la HCT

En la Figura 10 se puede observar comparativamente los espectros IR de la reacción óptima en color negro (tiempo de reacción 4,82 h y la temperatura de reacción de 25 °C, cantidad de lignina en 50,5 mg - 0,1 mmoles, del precursor catalítico $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4,75 mg - 0,02 mmol, como disolvente y fuente donadora de hidrógeno en una relación volumétrica 1:1 se empleó 30 mL - 29,91g; 1661,7 mmol de agua - H_2O y 30 mL - 23,68 g; 514 mmol de etanol - $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$, respectivamente), y la reacción en igualdad de condiciones, pero en ausencia de catalizador (blanco de reacción) en color rojo.

Figura 10. Espectros IR comparativo blanco y reacción óptima



Fuente: espectro obtenido para la muestra de lignina antes y después de la reacción de HCT mediante equipo de FTIR.

Dado que tanto la reacción óptima (RO) como el blanco presentan los mismos grupos funcionales, no se observaron desplazamientos significativos en la posición de los picos en los espectros FTIR. No obstante, se evidenciaron variaciones en la intensidad de las bandas, lo cual es indicativo de diferencias en la concentración de grupos funcionales, particularmente los asociados a compuestos fenólicos. Estos compuestos se caracterizan por contener un anillo fenólico (C_6H_5OH) y diversos grupos funcionales como O-H, C=O y C-H, responsables de generar vibraciones de estiramiento y flexión en distintas regiones del espectro.

Uno de los principales cambios observados fue el aumento en la intensidad de la banda en la región de $3400-3200\text{ cm}^{-1}$, atribuida al estiramiento simétrico y asimétrico del grupo hidroxilo (O-H) con enlace por puente de hidrógeno, característico de compuestos polifenólicos [18]. Asimismo, la región comprendida entre 2950 y 2850 cm^{-1} mostró una mayor intensidad, asociada al estiramiento de los enlaces C-H [19].

El aumento de las bandas entre 1700 y 1600 cm^{-1} se relaciona con vibraciones de estiramiento del grupo carbonilo (C=O) y del anillo bencénico ($\sim 1600\text{ cm}^{-1}$), ambos presentes en estructuras fenólicas [19]. La banda cercana a 1505 cm^{-1} se atribuye

a estiramientos de enlaces aromáticos C=C. En la región entre 1400 y 1000 cm^{-1} , el incremento en la intensidad de las bandas revela la presencia de enlaces C-O y C-H, mientras que los picos cercanos a 1200 cm^{-1} son indicativos del enlace C-O en grupos fenólicos aromáticos [20]. Las señales en 1005 y 1035 cm^{-1} se asocian al estiramiento del grupo O-H y a deformaciones generadas por la presencia de éteres, alcoholes y fenoles [20].

En conjunto, estos resultados permiten concluir que la muestra correspondiente a la reacción óptima presenta una mayor concentración de grupos funcionales característicos de compuestos fenólicos, en concordancia con lo reportado en la literatura especializada.

Cinética propuesta para la HC de la lignina

El estudio cinético se realizó sobre la reacción óptima (RO) mediante el método gráfico, tratando la concentración como un pseudoorden de la reacción, dado que se evalúa la formación acumulada de productos fenólicos totales (método de Folin-Ciocalteu). Los resultados obtenidos son presentados en la Tabla 4 y representados gráficamente en la Figura 11. Las condiciones de la RO establecidas en la sección 3.2 fueron a una $T = 25^\circ\text{C}$ y $t = 4,82\text{ h}$.

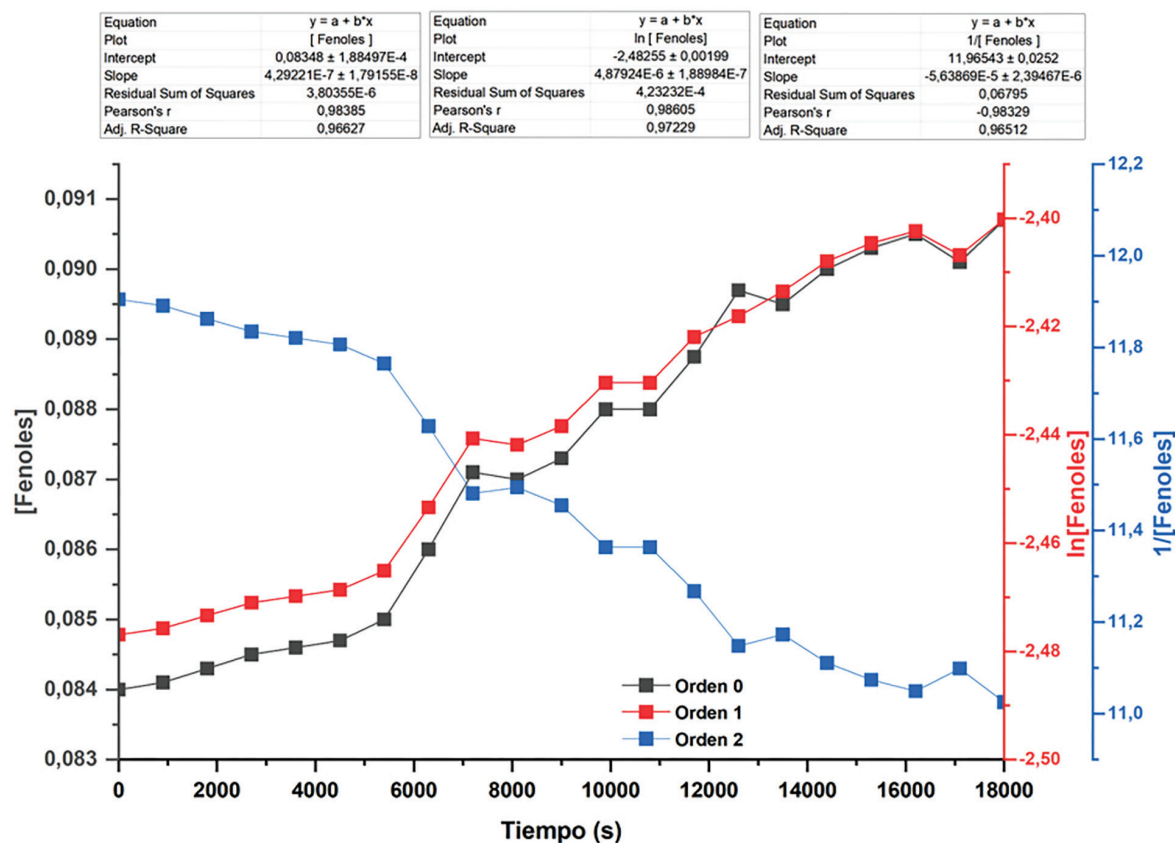
Tabla 4. Datos ajustados para determinar el pseudoorden de la reacción óptima (RO)

t (min)	t (s)	[Fenoles]	ln [Fenoles]	1 / [Fenoles]
0	0	0,0831	-2,49	12,03
15	900	0,0841	-2,48	11,89
30	1800	0,0843	-2,47	11,86
45	2700	0,0845	-2,47	11,83
60	3600	0,0846	-2,47	11,82
75	4500	0,0847	-2,47	11,81
90	5400	0,085	-2,47	11,76
105	6300	0,086	-2,45	11,63
120	7200	0,0871	-2,44	11,48
135	8100	0,087	-2,44	11,49
150	9000	0,088	-2,43	11,36
165	9900	0,088	-2,43	11,36

180	10800	0,088	-2,43	11,36
195	11700	0,089	-2,42	11,24
210	12600	0,0897	-2,42	11,15
225	13500	0,0898	-2,41	11,14
240	14400	0,09	-2,41	11,11
255	15300	0,0903	-2,40	11,07
270	16200	0,0905	-2,40	11,05
285	17100	0,0903	-2,40	11,07
300	18000	0,0905	-2,40	11,05

Fuente: datos cinéticos obtenidos del estudio de la reacción óptima ro.

Figura 11. Comparación de ajuste lineal de los datos experimentales de la ro para diferentes pseudoordenes



Fuente: elaboración propia.

En la parte superior de la Figura 11 se comparan los coeficientes R^2 y r de Pearson para el ajuste de los tres modelos cinéticos de pseudoorden en relación con la concentración de fenoles totales producidos - [Fenoles]. Los valores son cercanos entre sí, pero se resalta que la reacción de

pseudoprimer orden ($\ln[\text{fenoles}]$ vs. t) es mayor con $R^2 = 0,97229$ y r Pearson = 0,98605, a diferencia del pseudoorden cero ([fenoles] vs. T) con $R^2 = 0,96627$ y r Pearson = 0,98385 y pseudoorden 2 ($1/[\text{fenoles}]$ vs. T), con un $R^2=0,96512$ y r Pearson = -0,98329. No obstante, la pequeña diferencia entre

los resultados se puede deber a algunas deficiencias que presenta el método de Folin-Ciocalteu como reporta Mohamed [27], entre ellas: 1) No diferencia entre polifenólicos presentes; 2) la concentración total de los polifenoles depende del estándar elegido para la cuantificación; 3) el método responde a la capacidad reductora global de la mezcla de reacción y, puede incluir interferencias como azúcares, proteínas o aminoácidos. Debido a lo anterior, se reporta la concentración total de fenoles como un análisis de cinética química, la cual explica la cercanía entre los R2 y r de Pearson de los diferentes pseudoordenes. En trabajos posteriores se espera profundizar en la ley de velocidad de este método.

Para la reacción general dada: *Lignina* → *polifenoles*

La velocidad de reacción se expresa en términos de la velocidad con la que desaparecen (-) los reactivos o a la velocidad con la que aparecen (+) los productos, de acuerdo con la ecuación (2):

$$\begin{aligned} \gamma_R &= - \frac{\Delta[lignina]}{\Delta t} = \frac{\Delta[polifenoles]}{\Delta t} \\ \gamma_R &= - \frac{\Delta[lignina]}{\Delta t} = k_{app}[lignina]^n \\ O \quad \gamma_R &= \frac{\Delta[polifenoles]}{\Delta t} \\ &= k_{app}[polifenoles]^n \end{aligned} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Para n = 1, reacción de primer orden u orden 1, se tiene:

$$\gamma_R = \frac{\Delta[polifenoles]}{\Delta t} = \frac{d[polifenoles]}{dt} =$$

$$k_{app}[polifenoles]^n$$

$$\int_{[B]=[B]_{inicial}}^{[B]_t} d[polifenoles] =$$

$$\int_{t=0}^t k_{app}[polifenoles]^1 \cdot dt$$

$$\int_{[B]=[B]_{inicial}}^{[B]_t} \frac{d[polifenoles]}{[polifenoles]} = \int_{t=0}^t k_{app} \cdot dt$$

$$\ln[polifenoles]_t - \ln[polifenoles]_{inicial} = k_{app} \cdot t$$

$$\ln[polifenoles]_t = \ln[polifenoles]_{inicial} + k_{app} \cdot t$$

$$y = b + m \cdot x$$

De acuerdo con los valores generados en los modelos tenemos:

$$\text{Intercepto} = -2,48255$$

$$\text{Pendiente} = 4,8792 \cdot 10^{-6}$$

Por lo que k_{app} que es la constante de velocidad aparente que integra los diferentes compuestos cuantificados en el método de Folin-Ciocalteu del pseudoorden es $4,8792 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$. las reacciones de pseudoorden igual a uno son aquellas en las que la velocidad de reacción depende directamente de la concentración inicial del reactivo en este caso de la lignina. El valor de la constante de velocidad indica que la reacción es lenta, y se podrían mejorar condiciones para una conversión más alta de la lignina.

Los modelos cinéticos de pseudoprimer orden son ampliamente utilizados para el estudio, análisis y comparación de diversas reacciones que involucran: hidrogenación, catalizadores, lignina y derivados lignínicos, siendo reportados por diversos autores en sus estudios, algunos de ellos son: [8, 21-22]. Se considera que este modelo cinético representa un buen ajuste para la naturaleza de las reacciones tratadas.

Caracterización termoanalítica

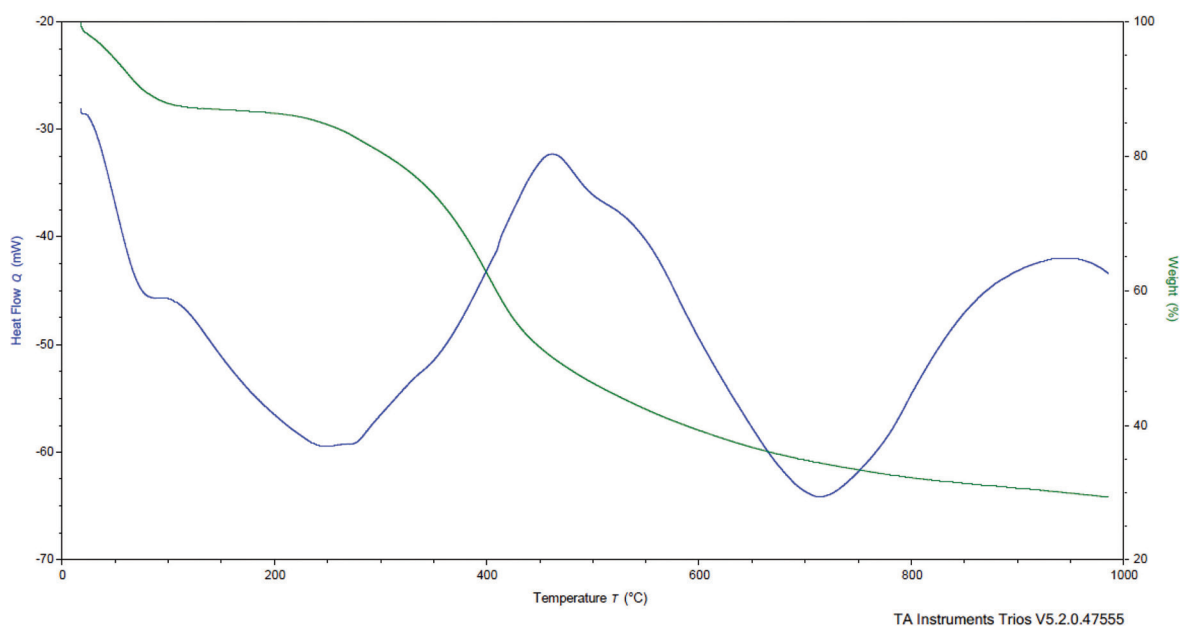
El termograma TGA y DSC obtenido por el equipo para la muestra correspondiente a la reacción óptima es el que se muestra en la Figura 12, los análisis TGA y DSC serán tratados y analizados por separado.

Análisis TGA

Se analizan las curvas TGA y DTGA con el fin de realizar el análisis de la pérdida de masa, así como identificar la temperatura a la que ocurre. En la

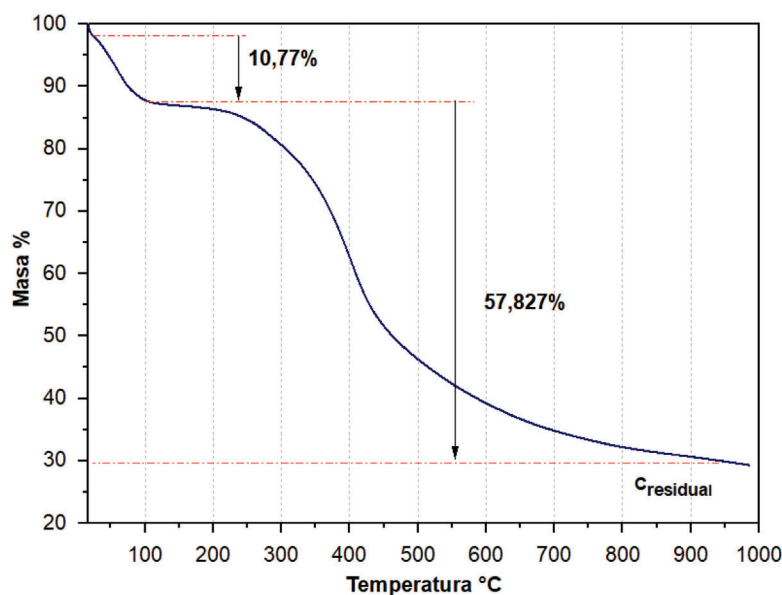
Figura 13 se reflejan los cambios de porcentaje másico dados en la muestra de la RO, y en la Figura 14 se observan sobrepuestos el TGA y el DTGA, con el fin de establecer las relaciones de los cambios dados.

Figura 12. Termograma TGA y DSC para la reacción óptima

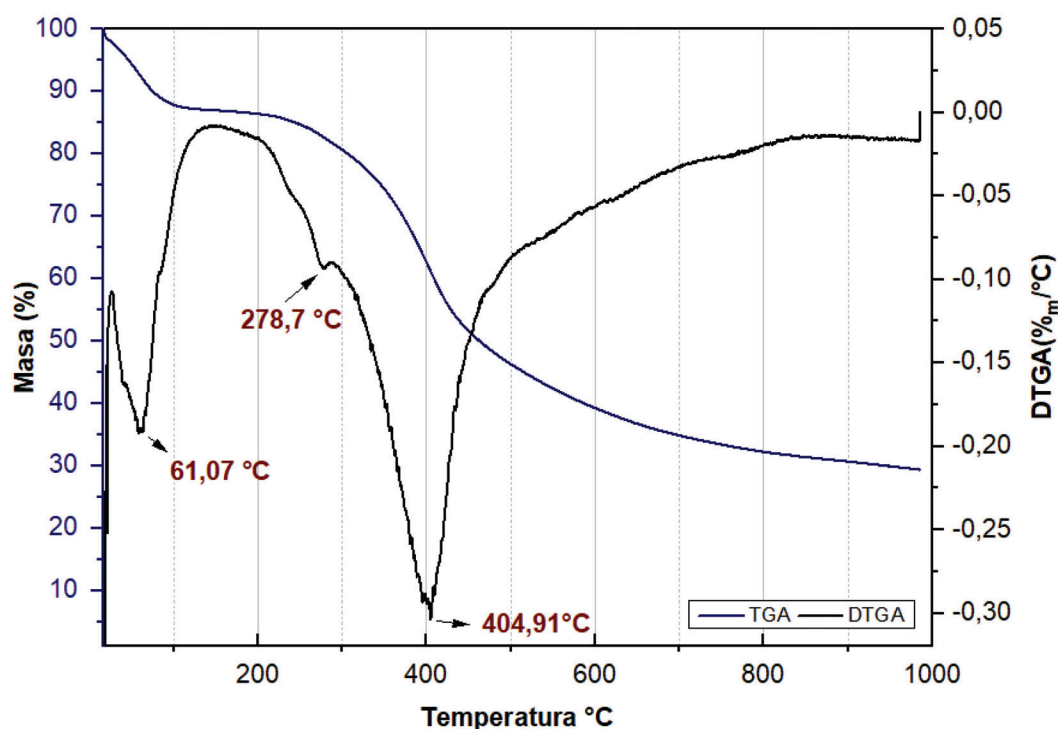


Fuente: elaboración propia.

Figura 13. TGA de la reacción óptima



Fuente: elaboración propia.

Figura 14. TGA y DTGA de la reacción óptima

Fuente: elaboración propia.

En los termogramas de las figuras 13 y 14, se pueden apreciar dos etapas de descomposición en el rango total de temperaturas de estudio de 18 °C a 1000 °C. La primera etapa se presenta en el rango de temperaturas de 27 °C a 115 °C en el que se presenta una pérdida de un 10,77 % de la masa debido principalmente a la evaporación de la humedad adsorbida por la muestra, en esta etapa ocurre una deshidratación, y se tiene un pico máximo a 61,07 °C. La siguiente etapa ocurre desde los 218 °C hasta los 945 °C, en la que la pérdida de masa total es de 57,827 %; en esta etapa se pueden apreciar varios fenómenos, el primero tiene lugar entre los 218 °C y los 300 °C aproximadamente, atribuido a la descomposición parcial de grupos carboxílicos y anhídridos que tienen su pico máximo a los 278,7 °C [18]. En el rango de 300 °C a 500 °C se evidencia una acentuada pérdida de masa y tiene un pico máximo a los 404,91 °C, atribuido a la liberación de componentes gaseosos como agua, dióxido de carbono, metano, polifenoles y cresoles y productos

aromáticos [23], de acuerdo con [17] los compuestos volátiles fenólicos son los más significativos en esta etapa. A temperaturas por encima de los 500 °C y hasta los 945 °C, se observa una degradación térmica en la muestra, pero con una pendiente más baja en comparación con los cambios anteriores, lo que puede estar asociado con la disminución de la disponibilidad de enlaces C-H capaces de impulsar y promover un aumento de la pendiente debido a la formación de gases de pirólisis o pérdida de masa en la muestra. En las temperaturas más elevadas la pérdida de masa es reducida por lo que se supone que la muestra está principalmente constituida por carbono [23]. El porcentaje de este carbono residual para la muestra se encuentra en aproximadamente 30 %, lo que se puede evidenciar en la Figura 13.

Análisis DSC

El calentamiento de las muestras se realizó de una temperatura de 18 °C hasta los 1000 °C, bajo una rampa de temperatura de 25 °C/min. El

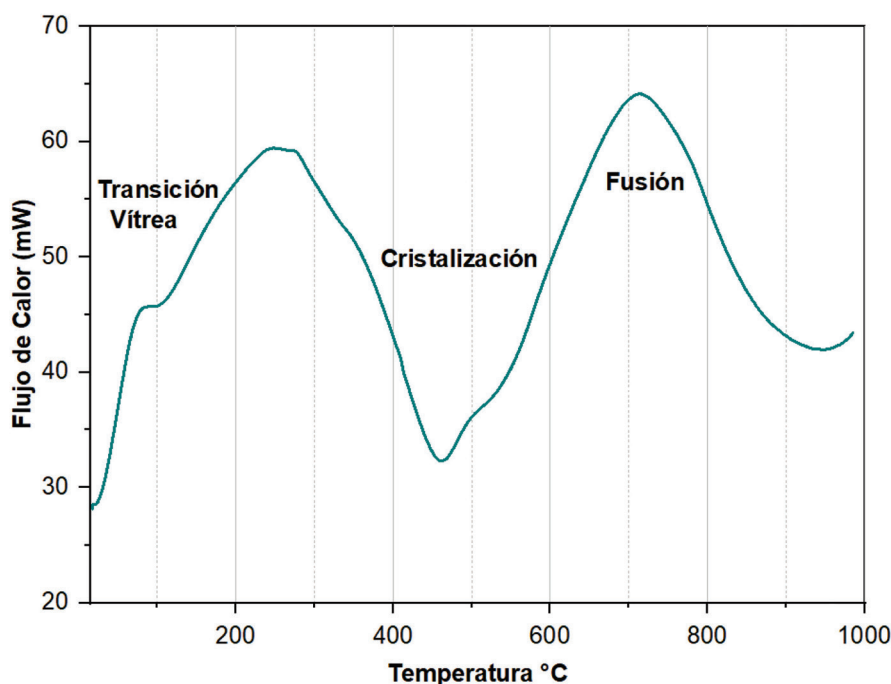
termograma original generado se observa en la Figura 12, se convirtió el eje y de la gráfica de exotérmico a endotérmico, teniendo como resultado la gráfica de la Figura 15.

Un análisis DSC proveerá de información sobre la evaporación de compuestos volátiles, las entalpías de transición, las temperaturas de transición de fases, la temperatura de degradación y la capacidad calorífica de las muestras. Estudios previos indican que la temperatura de transición vítrea está influenciada por factores como la presencia de compuestos contaminantes de bajo peso molecular (agua, solventes como etanol, entre otros) el peso molecular del polímero, la historia térmica, la reticulación y la presión aplicada [24].

En la Figura 15, se pueden observar las transiciones de primer orden que involucran calores latentes y las de segundo orden que involucran calores sensibles, el primer hombro observado cercano a la temperatura de 100 °C corresponde a la deshidratación de la muestra [25], en la Figura

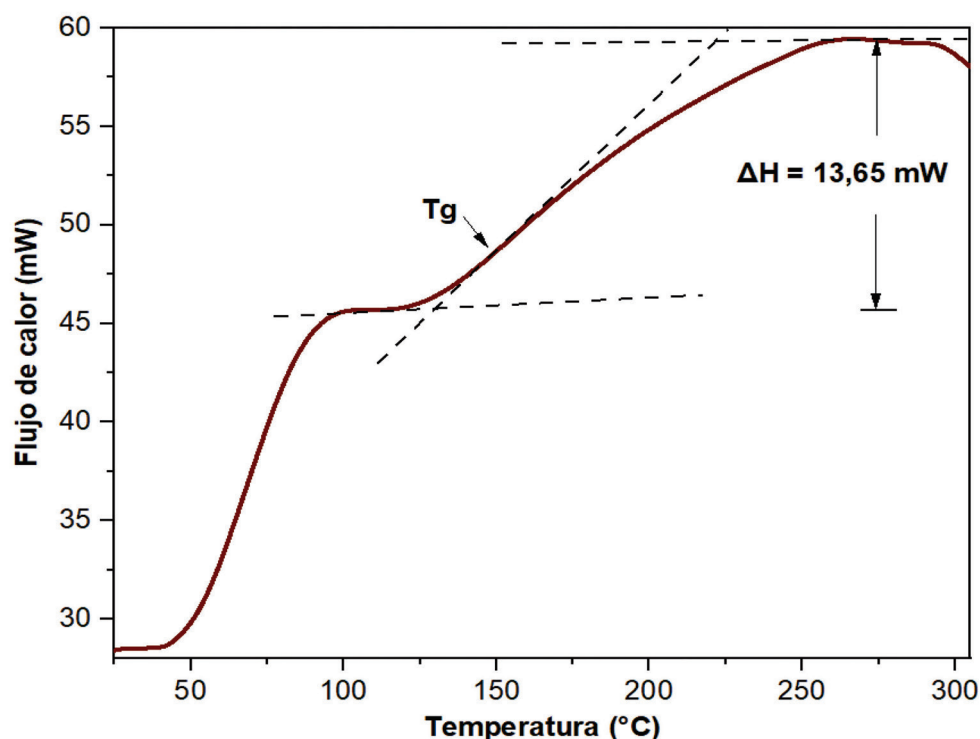
13 corresponde a la pérdida de masa de 10,77 %. En la Figura 16 se puede ver el detalle de la determinación de la temperatura de transición vítrea (T_g) así como el cambio de entalpía para determinar el poder calorífico de la muestra. La T_g se encuentra alrededor de 150 °C, valores reportados por [25] indican que para la lignina obtuvieron una T_g de 180 °C aproximadamente, y Ruwoldt y Tanase-Opedal [26] reportan un valor de 170 °C. El valor obtenido cercano a 150 °C es menor a los reportados para la lignina pura, lo que se debe a la mayor presencia de compuestos fenólicos en la muestra derivado de la reacción de HCT a la que fue sometida la lignina. Hay que tener en cuenta que la transición vítrea aparece en polímeros amorfos y está relacionada con la rigidez del polímero, por ello se ve influido por factores que modifican la estructura del polímero, tales como concentración de agentes de menor rigidez, como es el caso del fraccionamiento de la lignina en compuestos de menor peso molecular como los fenólicos.

Figura 15. DSC reacción HCT óptima



Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Detalle de la transición vítrea de la muestra y la ubicación de la Tg y ΔH



Fuente: elaboración propia.

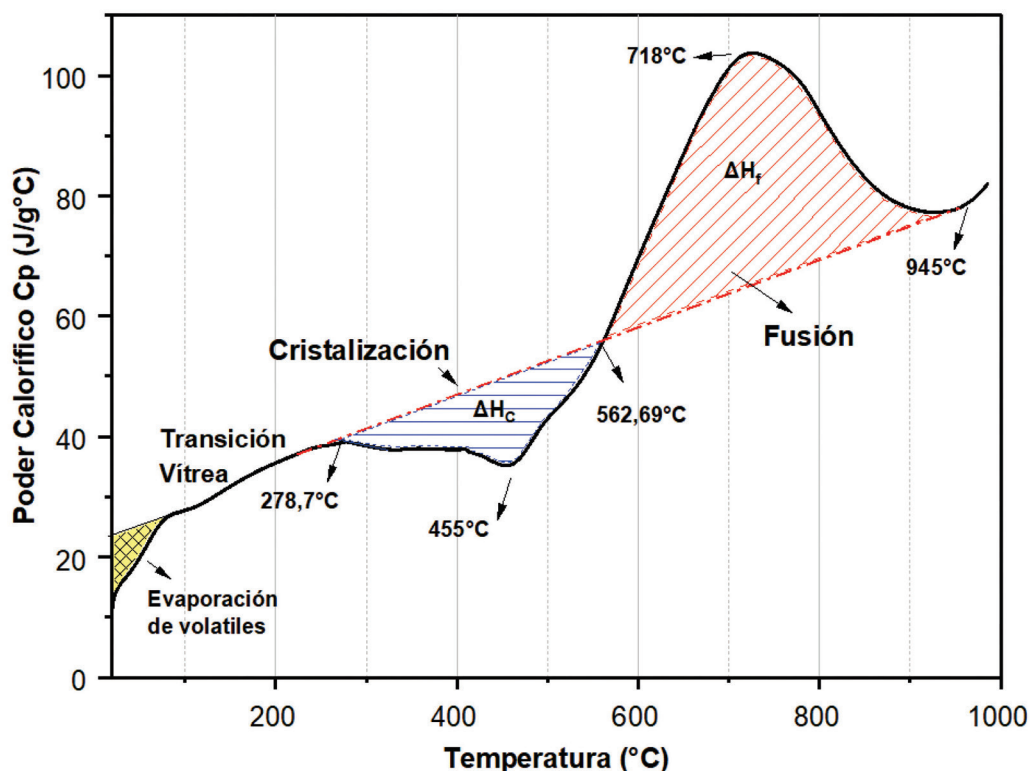
Para determinar el cambio del poder calorífico aplicamos la ecuación (1):

$$\Delta Cp = \frac{\Delta H}{m \cdot \beta} = \frac{13,65 \text{ mW}}{4,305778 \text{ mg} \cdot 25 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}} =$$

$$7,608 \frac{\text{J}}{\text{g} \cdot ^{\circ}\text{C}}$$

Complementando la información presentada en la Figura 15, se analiza el termograma junto

con la Figura 17, que representa la variación del poder calorífico en función de la temperatura (T). En esta curva, se identifican transiciones de primer orden, asociadas a cambios de fase, cuyas áreas bajo la curva representan las entalpías involucradas (calores latentes). Asimismo, se observan transiciones de segundo orden, como la transición vítrea, que se manifiestan únicamente como cambios en la capacidad calorífica del sistema.

Figura 17. Poder calorífico de la ro vs. la temperatura


Fuente: elaboración propia.

Después de la transición vítrea, se identificó un proceso de recristalización que inicia aproximadamente a los $278,7^{\circ}\text{C}$ y concluye a los 562°C , y que alcanza un pico máximo de descomposición alrededor de los 455°C . La entalpía asociada a este evento es de 630 J/g , correspondiente al calor latente de recristalización.

Posteriormente, se evidenció un proceso de fusión, el cual comienza cerca de los 562°C y finaliza

aproximadamente a los 945°C , con un pico máximo de descomposición a 718°C . En este caso, la entalpía involucrada fue considerablemente mayor, y alcanzó un valor de $8602,4\text{ J/g}$. La pérdida total de masa asociada a ambos procesos térmicos –recristalización y fusión– se estimó en $57,827\%$, como se presenta en la Figura 13. Todos los datos termodinámicos derivados del análisis del termograma se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5. Información obtenida del termograma DSC

Temperatura de transición vítrea	Incremento del C_p @ T_g	Rango para la cristalización		Entalpía de cristalización	Rango para la fusión		Entalpía de fusión
T_g (°C)	C_p (J/g°C)	T_i (°C)	T_f (°C)	$\Delta H_{\text{cristalización}}$ (J/g)	T_i (°C)	T_f (°C)	$\Delta H_{\text{fusión}}$ (J/g)
150	7,608	278,7	562,69	630,4	562,69	945	8602,4

Fuente: datos termodinámicos obtenidos del estudio del termograma DSC.

Conclusiones

Se logró valorizar la biomasa residual generada en las cosechas de plátano, particularmente el pseudotallo, que se identificó como una fuente viable de lignina. La extracción de lignina arrojó un rendimiento del 25,5 % respecto a la materia seca, valor coherente con lo reportado en la literatura. La lignina fue caracterizada mediante espectroscopía infrarroja (IR), y se identificaron las bandas correspondientes a grupos funcionales característicos de su estructura. El análisis comparativo entre los espectros IR del blanco y de la reacción en condiciones óptimas de hidrogenación catalítica por transferencia (HCT) mostró un incremento en la intensidad de las bandas asociadas a compuestos fenólicos.

Desde el punto de vista cinético, la reacción óptima se ajustó a un modelo de pseudoorden uno, en concordancia con estudios similares. Adicionalmente, la caracterización térmica de la reacción óptima mediante análisis termogravimétrico permitió determinar una temperatura de transición vítrea de 150 °C, una temperatura de recristalización de 455 °C con una entalpía de 630,4 J/g°C, y

una temperatura de fusión de 718 °C con una entalpía asociada de 8602,42 J/g°C. Estos resultados respaldan el potencial del pseudotallo de plátano como materia prima para la obtención de compuestos de valor agregado, mediante procesos de valorización sostenibles.

Agradecimientos

P. A. R. G. realizó y analizó los experimentos; N. Y. C-B, H. F. C. H. y J. R. R. P asesoraron la investigación. N. Y. C-B y P. A. R. G. redactaron el manuscrito. Todos los autores comentaron la versión final y contribuyeron equitativamente al análisis e interpretación de los resultados. Los autores agradecen a la Universidad Nacional Abierta y a Distancia (UNAD) por el apoyo económico a través del proyecto PGI4502ECBTI2024; a la Universidad Tecnológica de Pereira, UTP, y a la Universidad del Quindío por el apoyo brindado con el uso de los equipos de análisis químico. Los resultados fueron presentados en el Congreso Internacional en Ciencia, Tecnología, Innovación y Educación en Ingeniería EXPOTECH-UNAD 2025.

Referencias

- [1]. A. S. Abdulhameed, R. H. Al Omari, S. Althahban, Y. Jazaa, M. Abualhaija y S. Algburi, "Green vegetable waste composited with chitosan as a bioadsorbent for effective removal of methylene blue dye from water: Insight into physicochemical and adsorption characteristics", *Biomass and Bioenergy*, vol. 193, Art. N.º 107528, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2024.107528>
- [2]. Gobierno del Quindío, *Diagnóstico sector agricultura y desarrollo rural. Plan de Desarrollo Departamental 2024-2027*, pp. 1-63, 2024. [Internet]. Disponible en: https://quindio.gov.co/home/docs/items/item_100/Plan_de_Desarrollo_2024-2027/Preliminar_2024_2027/Diagnostico/SECTOR_AGRICULTURA.pdf
- [3]. R. Oyugi, *Utilization of banana pseudo-stem for employment and income generation in Kakamega County, Kenya*, presented at Tropentag 2022, Sep. 14-16, 2022. <https://www.tropentag.de/2022/proceedings/proceedings.pdf>
- [4]. W. Guan, X. Chen, J. Zhang, H. Hu y H. Liang, "Catalytic transfer hydrogenolysis of lignin α -O-4 model compound 4-(benzyloxy)phenol and lignin over Pt/HNbWO₆/CNTs catalyst", *Renew. Energy*, vol. 156, pp. 249-259, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2020.04.078>
- [5]. D. Wang and D. Astruc, "The golden age of transfer hydrogenation", *Chem. Rev.*, vol. 115, n.º 13, pp. 6621-6686, 2015. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.5b00203>
- [6]. J. Zhang, B. Chen, Y. Ge y Z. Li, "Efficient depolymerization of alkali lignin to monophenols using one-step synthesized Cu-Ni bimetallic catalysts inlaid in homologous biochar", *Biomass Bioen.*, vol. 175, Art. n.º 106873, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2023.106873>
- [7]. ASTM INTERNATIONAL, *ASTM D1106-21: Standard test method for acid-insoluble lignin in wood*, West Conshohocken, PA, USA, May 10, 2024. [Internet]. Disponible en: <https://doi.org/10.1520/D1106-21>
- [8]. A. Bjelić, M. Grilc, M. Huš, y B. Likozar, "Hydrogenation and hydrodeoxygenation of aromatic lignin monomers over Cu/C, Ni/C, Pd/C, Pt/C, Rh/C and Ru/C catalysts: Mechanisms, reaction micro-kinetic modelling and

- quantitative structure–activity relationships,” *Chem. Eng. J.*, vol. 359, pp. 305–320, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.11.107>
- [9]. J. Hu *et al.*, “Catalytic transfer hydrogenolysis of lignin into monophenols over platinum–rhenium supported on titanium dioxide using isopropanol as in situ hydrogen source,” *Bioresour. Technol.*, vol. 279, pp. 228–233, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.01.132>
 - [10]. J. Zhang, “Catalytic transfer hydrogenolysis as an efficient route in cleavage of lignin and model compounds,” *Green Energy Environ.*, vol. 3, n.º 4, pp. 328–334, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.gee.2018.08.001>
 - [11]. Y. Díaz, L. Torres, J. Serna y L. Sotelo, “Efecto de la encapsulación en secado por atomización de biocomponentes de pitahaya amarilla con interés funcional”, *Inf. Tecnol.*, vol. 28, n.º 6, pp. 23–34, 2017. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642017000600004>
 - [12]. L. Oliveira, N. Cordeiro, D. V. Evtuguin, I. C. Torres y A. J. D. Silvestre, “Chemical composition of different morphological parts from ‘Dwarf Cavendish’ banana plant and their potential as a non-wood renewable source of natural products”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 26, n.º 2, pp. 163–172, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2007.03.002>
 - [13]. P. Sannigrahi, A. J. Ragauskas y S. J. Miller, “Effects of two-stage dilute acid pretreatment on the structure and composition of lignin and cellulose in loblolly pine”, *BioEnergy Res.*, vol. 1, pp. 205–214, 2008. <https://doi.org/10.1007/s12155-008-9021-y>
 - [14]. T. F. Yeh, H. M. Chang y J. F. Kadla, “Rapid prediction of solid wood lignin content using transmittance near-infrared spectroscopy”, *J. Agric. Food Chem.*, vol. 52, n.º 6, pp. 1435–1439, 2004. <https://doi.org/10.1021/jf034874r>
 - [15]. J. H. Ramírez Franco y M. K. Enríquez Enríquez, “Remoción de plomo (II) usando lignina obtenida a partir del procesamiento delseudotallo de plátano”, *Acta Agronóm.*, vol. 64, n.º 3, pp. 209–213, 2015. <https://doi.org/10.15446/acag.v64n3.43488>
 - [16]. M. Z. Xiao *et al.*, “Structural characterization of lignin in heartwood, sapwood, and bark of eucalyptus”, *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 138, pp. 519–527, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.137>
 - [17]. A. O. Balogun, O. A. Lasode y A. G. McDonald, “Thermochemical and pyrolytic analyses of Musa spp. residues from the rainforest belt of Nigeria”, *Environ. Prog. Sustainable Energy*, vol. 37, n.º 6, pp. 1932–1941, 2018.: <https://doi.org/10.1002/ep.12869>
 - [18]. Q. Yan, C. R. Boardman y Z. Cai, “Thermal stability of metal-lignin composites prepared by coprecipitation method”, *Thermochim. Acta*, vol. 690, Art. n.º 178659, 2020.: <https://doi.org/10.1016/j.tca.2020.178659>
 - [19]. R. Joshi *et al.*, “Comparative determination of phenolic compounds in *Arabidopsis thaliana* leaf powder under distinct stress conditions using Fourier-transform infrared (FT-IR) and near-infrared (FT-NIR) spectroscopy”, *Plants*, vol. 11, n.º 7, p. 836, 2022. <https://doi.org/10.3390/plants11070836>
 - [20]. Q. Liu, S. Wang, Y. Zheng, Z. Luo y K. Cen, “Mechanism study of wood lignin pyrolysis by using TG–FTIR analysis”, *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, vol. 82, n.º 1, pp. 170–177, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2008.03.007>
 - [21]. J. Gu *et al.*, “Efficient transfer hydrogenation of biomass derived furfural and levulinic acid via magnetic zirconium nanoparticles: Experimental and kinetic study”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 145, Art. n.º 112133, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112133>
 - [22]. M. Saidi y P. Moradi, “Catalytic hydrotreatment of lignin-derived pyrolysis bio-oils using Cu/γ-Al₂O₃ catalyst: Reaction network development and kinetic study of anisole upgrading”, *Int. J. Energy Res.*, vol. 45, n.º 6, pp. 8267–8284, 2021. <https://doi.org/10.1002/er.6642>
 - [23]. M. Natali, L. Torre, I. Puri, y M. Rallini, “Thermal degradation of phenolics and their carbon fiber derived composites: A feasible protocol to assess the heat capacity as a function of temperature through the use of common DSC and TGA analysis”, *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 195, Art. n.º 109793, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2021.109793>
 - [24]. L. S. Liang y M. N. M. Ibrahim, “Preparation of lignin graft copolymer as a fluid loss additive for water-based mud”, *J. Eng. Sci.*, vol. 9, p. 39–49, 2013. [http://web.usm.my/jes/9_2013/JES%209_2013%20Art.%205%20\(39-49\).pdf](http://web.usm.my/jes/9_2013/JES%209_2013%20Art.%205%20(39-49).pdf)
 - [25]. M. El Moustaqim *et al.*, “Thermal and thermomechanical analyses of lignin”, *Sustain. Chem. Pharm.*, vol. 9, pp. 63–68, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2018.06.002>

- [26]. J. Ruwoldt and M. Tanase-Opedal, “Green materials from added-lignin thermoformed pulps”, *Ind. Crops Prod.*, vol. 185, Art. n.º 115102, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.115102>
- [27]. F. Mohamed, N. Elhalwany, K. Abou-Taleb, and H. El-Sayed, “Evaluation of the Folin–Ciocalteu method for determination of total phenolic content: Limitations and interferences,” *Food Nutr. Sci.*, vol. 14, n.º 5, pp. 502–516, 2023.

