

300627
18
2ej



UNIVERSIDAD LA SALLE

**ESCUELA DE QUIMICA
INCORPORADA A LA U. N. A. M.**

**OBTENCION DE PAPEL A PARTIR
DEL LIRIO ACUATICO
(EICHHORNIA CRASSIPES)**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P R E S E N T A
MARIA DEL CARMEN LOFEZ HERNANDEZ**



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Obtención de Papel a Partir del Lirio Acuático (E.c.)

INDICE

- I. - Antecedentes**
 - Resumen**
- II. - Generalidades**
 - II. -1 Morfología**
 - II. -2 Taxonomía**
 - II. -3 Habitat**
 - II. -4 Reproducción**
- III. - Métodos y Equipo**
 - III. -1 Métodos**
 - III. -2 Equipo Utilizado**
- IV. - Estudio Experimental**
- V. - Desarrollo Experimental**
 - V. -1.1 Recepción de la Muestra**
 - V. -1.2 Análisis Químicos**
 - V. -1.3 Desmedulado**
 - V. -1.4 Digestión o Cocción**

V. -1.5 Depuración

V. -1.6 Formación de Hojas

V. -2 Diseño de Experimentos

V. -3 Establecimiento de Variables

VI. - Resultados

VII. - Análisis de Resultados

Conclusiones

Glosario

Bibliografía

CAPITULO I

ANTECEDENTES

Hace un poco mas de un siglo que se empezó a utilizar la pulpa de la madera para -
manufactura del papel, antes se había empleado las fi-
bras de paja, trapo de lino y el algodón siendo éstas -
las principales fuentes.

Hay que tomar en cuenta tan-
bién que para la manufactura del papel se ha usado -
muchas fibras entre las que se pueden citar: las libe-
rianas de la linaza y de la morera del papel, los tallos
del bambú y otras gramíneas, las de la semilla de al-
godón y las leñosas de los árboles. La urgencia de pa-
peles con propiedades exclusivas han llevado a investi-
gar las posibilidades de las fibras de vidrio, rayón, -

nylon, orlón, dacrón y muchas otras sintéticas. Además se han empleado hace muchos años atrás las fibras de animales y un ejemplo es la lana.

La industria del papel se ve en la necesidad de substituir su materia prima por otro tipo de materiales que sean de fácil adquisición, y menor riesgo ecológico. por esta razón se han desarrollado nuevas técnicas, teniendo como una alternativa la utilización de malezas acuáticas que cuenten con características apropiadas para obtener pulpas celulósicas.

Se ha observado que el lirio acuático es una plaga puesto que se propaga en grandes cantidades y hasta la fecha no se le ha encontrado utilidad. Se ha tratado de emplear como materia prima para obtener un gas combustible de bajo poder calorífico, aprovechando las cenizas para la obtención

de fertilizantes químicos, la dificultad de mantener la humedad conveniente en forma económica ha impedido su utilización a escala industrial.

Su uso como abono directo - sin agregados es incosteable por su bajo contenido de nitrógeno y fósforo. Se ha utilizado como forraje para ganado vacuno sin resultados, pues el lirio acuático - tiene un contenido protéico menor del 10% (21).

Es necesario implementar y promover programas de investigación, que conduzcan a la búsqueda de materiales renovables, que puedan - sustituir a la madera.

Se tiene información que M. A. Azam, en 1941, a partir del lirio acuático elaboró a pequeña escala, hojas de papel, cartón y posteriormente papel que podría usarse como papel de envoltu-

ra y para carteles (21).

En 1974, W.J. Nolan y D.W.

Kirmse concluyeron, después de haber hecho pruebas experimentales, que los rendimientos de la pulpa obtenida no es comercialmente aceptable; sin embargo no se obtuvieron datos concluyentes por requerirse un -- programa de investigación exhaustiva en el desarrollo de procedimientos para el uso del lirio acuático como materia prima en la industria papelera (42).

En 1981, A.K. Hazarika y P.

C. Tamuly, del Laboratorio de Investigación Regional (Consejo de Investigación Científica e Industrial, --- Jorhat, India) obtuvieron papel de alta calidad fabricado con pulpa de lirio acuático, enfocándose la tendencia de sus investigaciones al desarrollo de la industria del papel, a pequeña escala, particularmente en áreas rurales donde el lirio acuático es abundante y la desfou

restación severa (39).

**Otros investigadores opinan -
que hay posibilidad de utilizar el lirio acuático para la
fabricación de pulpa, y si es posible papel, por esta -
razón se desarrollará este proyecto en los Laborato--
rios Nacionales de Fomento Industrial.**

RESUMEN

Recepción de la materia prima: El lirio acuático se recolectó con tallo, raíz y hojas del Lago de Guadalupe y del Canal de Cuemanco, en la Ciudad de México, seleccionando la planta - que tuviera el tallo mas largo, puesto que es la parte con mas contenido de fibra y ésto es importante para la obtención de pulpa.

El lirio acuático se encontraba húmedo y por ésto se tuvo que dejar secar.

Una vez que el lirio estuvo - seco se hicieron los análisis químicos de la materia - prima, usando solamente el tallo y las hojas.

Se desmeduló y después se establecieron las condiciones de operación que fueron:

concentración, tiempo de cocimiento y temperatura.

Por medio de un estudio --- preliminar se seleccionó el proceso a la cal, tomando como base el rendimiento, el número de Permanganato y la formación de las hojas.

Para el desarrollo del proceso de cocción se aplicó un diseño de experimentos factoriales, el cual consistió en la realización de 8 experimentos más 2 centrales.

Posteriormente se depuró, y éste sirvió para separar el material aceptado que es la fibra y el material rechazado.

Se sacaron los porcentajes de la fibra y el rechazo, así como también el Número de Permanganato (este método sirve para determinar

la dureza y la blanqueabilidad de la pulpa).

**Ya por último se formaron -
las hojas en una formadora de hojas tipo Hermann a
partir de la pulpa morena que se obtuvo.**

CAPITULO II

GENERALIDADES

El lirio acuático Eichhornia crassipes también llamado "jacinto de agua", "Hua chinango", "Cucharilla", "Aguapé", "Water Hyacinth" (29). Es originario de Sudamérica y ha sido ampliamente difundido en todo el mundo causando serios problemas en la explotación de los recursos acuáticos en muchas áreas donde existen condiciones favorables para el crecimiento. La propagación incontrolada de esta planta en lagunas, lagos, etc., produce una pérdida enorme del valioso hábitat acuático (20).

El lirio acuático se conoce en el Sur de los Estados Unidos con el nombre de

"Mala Hierba del Millón de Dólares" y es porque implica un gasto muy elevado para poder destruirla. Fue introducida en 1890 en el río San Juan, en Edgewater, Florida y en 1897 se había extendido de tal manera que constituía una serie amenaza para la navegación, así como para los transportes de madera y la pesca (31).

El género *Eichhornia* comprende 5 especies difundidas en las zonas tropicales de Africa, - Japón, Indochina, América del Norte, Central y Sur.

La *Eichhornia azurea* kth con flores grandes de color violado claro, se cultiva en invernaderos en Europa.

Eichhornia paniculata No se encontró información en la revisión bibliográfica que se hizo.

Eichhornia natans esta planta se encuentra en la parte mas tropical del Continente.

Eichhornia paradoxa se desarrolla en Norteamérica, Guatemala (en una localidad pequeña llamada Chiquimula), Venezuela y Brasil.

Eichhornia crassipes es conocida con el nombre vulgar de Lirio Acuático (Fig. 1) (34).



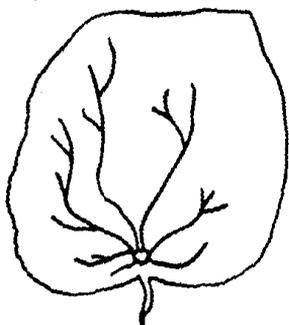
Figura 1

II.1 MORFOLOGIA

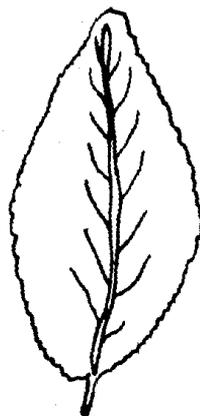
La Eichhornia crassipes es una planta que mide generalmente de 15 a 25 centímetros, pero se encuentran plantas hasta de 80 cm. Se puede presentar en dos formas: flotando libremente o arraigada al lodo. Si se encuentra flotando posee - peciolos (pezón de la hoja) vesiculosos de tejido esponjoso en forma de roseta (43).

Los peciolos forman parte de las hojas y éstas se pueden encontrar sumergidas o emergidas, presentando diversas formas : acorazonadas, arrañonadas u ovaladas (Fig. 2) crasas, dispuestas en roseta y con abundantes estomas en el haz y en el envés (29).

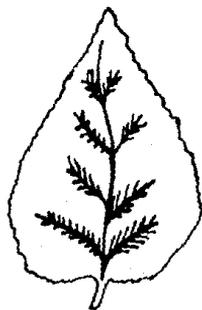
La Eichhornia crassipes se



Arriñonada



Ovalada



Acorazonada

Figura 2

puede encontrar arraigada en el lodo, por lo tanto, los peciolos pierden su forma globosa, alargándose y llegando a alcanzar mas de 162 centímetros de longitud total; el limbo (parte ensanchada de las hojas, sepalos y pétalos de las plantas) es transversalmente elíptico, con el ápice ligeramente escotado (32).

El tallo es corto y se encuentra conectado a un rizoma horizontal. Tiene numerosas raíces plumosas (es la raíz que tiene pelos cortos laterales) que se sueltan con facilidad de cada planta.

Las plantas que se fijan al sustrato o son más viejas, desarrollan hojas de 50 a 90 -- centímetros de largo, sus espigas miden de 20 a 80 -- centímetros de largo y pueden llegar a tener de 40 a 60 flores y los peciolos están poco inflados (14).

El lirio acuático tiene flores en espiga, vistosas, claras; presentan un color que va de violeta claro a blanco y tienen forma parecida a un embudo, teniendo un término de vida de aproximadamente 24 horas. Son flores zigomorfas, poseen 3 sépalos y 2 pétalos, 6 estambres y un pistilo que consiste de un ovario cónico al que está sobrepuesto un largo estilo (es la parte del pistilo, está entre el estigma y el embrión) con un estigma blanco con 3 carpelos (43).

El fruto es una cápsula trilocular (es el órgano cuyo interior consta de 3 lóbulos) se propaga fácilmente por cortes o desprendimientos de un trozo de rizoma o por un plantío que nacen en los estolones (vástago rastrero que echa a trechos, raíces que producen nuevas plantas), el fruto es muy sensible a las heladas, de tal manera que en ocasiones no fructifica (14).

El raquis (eje común de las flores y frutas de una especie o racimo) consiste de un hipanto, un periantio (es el conjunto de sépalos - y pétalos que constituyen los verticilos externos, de los órganos sexuales de un vegetal) vistoso de color violeta, azul o blanco con un limbo tubular irregular de 3 lóbulos angostos exteriores y 3 lóbulos anchos internos, habiendo en la parte alta un lóbulo -- amarillo (26).

II. 2 TAXONOMIA (23)

Reino	Vegetal
Sub-reino	Fanerógama
Tipo	Angiosperma
Clase	Monocotiledónea
Sub-clase	Superovárica
Serie	Periantada
Orden	Farinosa
Sub-orden	Pontederinea
Familia	Pontederiácea
Género	Eichhornia
Especie	Crassipes

Las pontederíaceas es una familia de plantas monocotiledóneas, del orden de las farinosas, suborden de las pontederíneas, con flores trímeras, hermafroditas, zigomorfas, perigonio (es el periantio en que los sépalos están profundamente modificados y no se diferencian de los pétalos) de piezas soldadas entre sí, con un tubo del perigonio, con 3 carpelos que están soldados, un estilo, o unocular con uno solo; fruto en cápsula, con un embrión cilíndrico, pero más corto que el albumen (fécula -- que envuelve inmediatamente el embrión y le sirve de primer alimento).

Son plantas acuáticas con tallo simpodial (son los tallos que tienen las ramas laterales mas desarrolladas que el eje y lo superan), a menudo con hojas dísticas (hojas que miran a un lado y otras al lado opuesto), la mayoría con inflorescencia (es la forma o disposición en que se agrupan las flo--

res en las plantas) específorme.

Comprende unas 24 especies
de países cálidos. Los principales géneros son:

Eichhornia

Pontederia

Heteranthera

Eichhornia. - Presenta corola
bilabiada, 6 estambres, los 3 inferiores de confor-
mación perfecta. El fruto es una cápsula, son plan
tas acuáticas con las hojas arrosetadas, las láminas
lustrosas, suborbiculares (casi circulares) y las flo
res en espiga. Son 5 las especies Americanas:
Eichhornia paradoxa, *Eichhornia natans*, *Eichhornia*
crassipes, *Eichhornia paniculata* y *Eichhornia azurea*
kth.

Pontederia. - Flores como las de la Eichhornia, pero aún mas pequeñas. Presentan 6 estambres, el fruto es una cápsula membranosa con una semilla, en la madurez queda envuelto en la base engrosada y costillada del perigonio. Hierbas arraigadas en el lodo con las hojas circulares y las flores azules en espigas cortas. Dos son las especies Americanas; en el Valle Central Pontederia - rotundifolia y el Tule.

Heteranthera. - Tiene la corola en forma de embudo, no es marcadamente bilabada, posee 3 estambres. Su fruto es una cápsula con unas semillas. Son plantas acuáticas que pueden tener hojas flotantes o sumergidas. Las flores presentan un número escaso y están reunidas en espigas. Son pocas las especies en las regiones tropicales de América y África.

II. 3 HABITAT

El lirio acuático es una planta distribuida en toda la región tropical y subtropical del globo, habita tanto en aguas estancadas como lagunas, lagos pequeños y en aguas corrientes; gracias a estas características ha podido extenderse a casi todos los continentes.

En Florida y en muchas ciudades tropicales el lirio acuático crece en una medida alarmante en los arroyos, interfiriendo la navegación, pesca, recreo y el uso del agua para generar energía eléctrica, por mencionar nada mas algunos de los efectos mas directos para el hombre (6).

Crece principalmente en climas cálidos y se encuentra abundantemente en los meses de julio y agosto (34).

En su habitat natural originan nuevas plantas en períodos de 8 a 15 días. Tienen un crecimiento rápido y se desarrollan bien a plena exposición solar (14).

Por el hábito de crecimiento que tienen las plantas se pueden clasificar en :

Plantas acuáticas flotantes. -

Estas no se encuentran por lo general adheridas al suelo y sus terminaciones se encuentran por encima del agua o bien, se pueden arraigar en los bordes y sólo flotan en la zona donde están sujetas, las más comunes son :

Jassíaea

Lirio de agua

Lechuga de agua

Plantas acuáticas sumergidas. -

Se arraigan en el suelo con todas o casi todas sus terminaciones, debajo del agua, causando el mayor daño desde el punto de vista de la reducción de la capacidad de conducción de los canales de riego. -

Las mas comunes son:

Potamogeton pectinatus

Zanichellia

Anacharis canadensis

Plantas acuáticas emergidas. -

Un ejemplo clásico son los Tules, especies del género Typha (31).

II.4 REPRODUCCION

La planta del lirio acuático se reproduce principalmente por medios vegetativos. De una sola planta pueden derivarse o producirse varias miles de plantas en una sola estación. En las rosetas de las hojas se forman estolones que dan origen a otras plantas y éstas a su vez forman otros estolones de los que nacen nuevos individuos, los que posteriormente se independizan y continúan su propagación, llegando a formar en ocasiones colchones de lirio de 60 centímetros de grueso (20).

El lirio acuático no forma semillas, pero cuando así sucede están encerradas en una cápsula que llega a contener como máximo 50. Los ovarios producen alrededor de 500 óvulos.

Es muy común la reproduc-

ción del lirio a partir de los bulbos o rizomas y en menor cantidad de la semilla, la cual necesita cerca de 2 meses antes de completar su madurez. Se favorece la germinación con una temperatura que oscila entre los 28° y 36° C, a la vez que una intensa iluminación.

Cuando la reproducción es vegetativa se requieren aproximadamente unos 30 días para la formación de flores.

En el caso del lirio acuático un ejemplo de su poder de reproducción es el siguiente: en un vivero de Yaekana, Africa, se obtuvieron 1 200 plantas a partir de 2 lirios aislados en un término de 130 días.

En el caso del lirio que habita en los canales de riego su multiplicación se ve

favorecida por el fertilizante que se aplica en los sembrados y que es arrastrado por el agua hacia los canales.

La reproducción del lirio -- disminuye notablemente durante el invierno y primavera, debido principalmente a que llueve muy poco y a las bajas temperaturas; por el contrario en verano y otoño, la proliferación es mucho mayor (43).

Se ha tratado de utilizar el lirio acuático como materia prima para obtener un gas combustible de bajo poder calórico aprovechando las cenizas para la obtención de fertilizantes químicos, pero parece inco^osteable (41).

Se ha considerado también la forma de usarlo como abono orgánico, agregándose un fertilizante químico para enriquecer los cam-

pos agrícolas, pero la dificultad de mantener la humedad conveniente en forma económica, ha impedido su utilización en escala industrial. Su uso como abono directo sin agregados es incosteable por su bajoo contenido de nitrógeno (en base húmeda 0.08%) y fósforo (0.07%).

También se ha querido utilizar como forraje para ganado pero no ha resultado, porque el lirio tiene un contenido protéico muy bajo (20).

Todos estos estudios se han realizado porque se ha visto que el lirio acuático - produce efectos en los aspectos ecológicos, económicos y de salud pública.

Aspecto Ecológico. - Las malezas acuáticas disminuyen la capacidad de intercam

bio de oxígeno entre la interfase aire-agua, evitan la penetración de luz al agua y al morir se depositan en el fondo produciendo condiciones desfavorables.

Aspecto Económico. - El lirio acuático disminuye la capacidad de almacenamiento por la contribución de azolves e impide el funcionamiento de los canales de conducción y distribución incrementando los costos de operación y limpieza.

Aspecto de Salud Pública. - Las colonias de lirio son un habitat adecuado para la proliferación de mosquitos y otras plagas transmisoras de enfermedades (3).

CAPITULO III

METODOS Y EQUIPO

III.1 METODOS

Los métodos utilizados son los T.A.P.P.I. (Technical Association of the Pulp and Paper Industry), (39) :

a) Solubilidad en agua fría. -

Las sustancias solubles en agua incluyen inorgánicos, pectinas, azúcares, gomas, mucilagos, taninos y ma-

teriales colorantes.

Por la naturaleza de tales materiales se puede decir, que esta determinación tiene importancia debido a que en ella se cuantifica principalmente una parte de los llamados "componentes extraños" del tejido vegetal, o sea, aquellas sustancias que no forman parte de la pared celular y cuya característica principal es la de ser solubles en agua o en solventes neutros.

Además en el caso de una materia prima altamente soluble en agua, se tendrá un dato preliminar sobre los posibles rendimientos de las pulpas obtenidas, ocasionadas por la solubilidad natural del material (2).

Procedimiento. - Pesar 2.0 gramos en una matraz erlenmeyer de 500 mililitros,

agregar lentamente 300 ml de agua destilada teniendo la seguridad de que la madera está húmeda inicialmente para que no tienda a flotar.

Llevar a cabo una extracción a $23 \pm 2^\circ \text{C}$ con agitación constante, por 48 horas. - Transferir el material a un gouch tarado, lavar con 200 mililitros de agua destilada fría y secar a peso constante a $105 \pm 3^\circ \text{C}$. Poner la muestra en un crisol tarado, medir la pérdida de peso, enfriar en un desecador antes de pesarlo (37) (t 207 om - 81)

Cálculos

$$\text{Solubilidad \%} = \frac{(A - B) 100}{A}$$

A= peso inicial en gramos de la muestra

B = peso después de la extracción en gramos de la muestra.

b) Solubilidad en agua caliente.

Es frecuente que los componentes en agua fría lo sean también en agua caliente, pero en mayor grado. Por lo tanto, ésta última determinación no arroja mas luz sobre la fracción soluble en agua, pero puede ser de utilidad como dato de corrección a la solubilidad en sosa al 1% (2).

Procedimiento. - Transferir la muestra 2.5 gramos a un matraz erlenmeyer de 250 mililitros, adicionar 100 mililitros de agua destilada caliente y ponerlo en un baño María, conectar un condensador para reflujo y hacer una digestión por 3 horas, teniendo la seguridad que el nivel del baño y del matraz sea el mismo, transferir el contenido del matraz a un gooch tarado, lavar con 200 mililitros de agua caliente y secar a peso constante a $105 \pm 3^\circ \text{C}$.

Colocar la muestra en un -
crisol tarado, enfriar en un desecador y pesar (37)
(t 207 om - 81).

Cálculos

$$\text{Solubilidad } \% \frac{(A - B) 100}{A}$$

A = peso inicial de la muestra en gramos

B = peso de la muestra después de la extracción
en gramos.

c) Contenido de Cenizas en

Madera . - El contenido de cenizas total de un ma
terial celulósico tiene importancia sobre todo cuando
la producción se va a dirigir hacia pulpas celulósicas
apropiadas para disolver.

La sílice tiene importancia como componente del contenido total de cenizas y -- por sí mismo, debido a que en procesos de recuperación de reactivos puede dar lugar a problemas de incrustación en el sistema (2).

Procedimiento. - Pesar 3 -- gramos de muestra. Calentar en un crisol en una mufla a 575 ± 25 ° C por 15 minutos.

Colocarlo en un desecador, enfriar por 45 minutos. Transferir la muestra al crisol y colocarlo en la mufla a una temperatura de 100 ° C. Aumentar gradualmente la temperatura a 575 ± 25 ° C hasta que el material empiece a carbonizarse sin llama (o quemar con un mechero -- bunsen).

Permitir que el material es

té a ignición por un período de 3 horas, o menos -
si es necesario. Completar la ignición y cuando ya
no hay partículas negras se termina la operación. -
Tapar el crisol, enfriar en un desecador y pesar -
(37) (t 212 os - 76).

Cálculos

$$\text{Cenizas } \frac{A \times 100}{B}$$

A = peso de las cenizas en gramos

B = peso de la muestra en gramos

d) Solubilidad en Sosa

al 1 %.- La solución caústica disuelve también al
go de lignina, pentosanos, hexosanos, ácidos resfi
cos y taninos. Con una determinación simultánea de
celulosa alfa, se obtiene una mejor apreciación de-
la degradación (2).

Reactivos. - Sosa al 1%. Disolver 10 gramos de NaOH en agua y diluir a 1000 mililitros. Titular con fenolftaleína y un ácido con una normalidad de 0.25 ± 0.25 N.

Ácido acético al 10%. Diluir 100 mililitros de ácido acético glacial en un litro de agua.

Procedimiento. - Pesar 2 ± 0.1 gramos de muestra en un vaso de precipitado de 200 mililitros, adicionar 100 mililitros de Sosa al 1% y agitar. Tapar el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y mantener el nivel del agua del baño igual que el del vaso de precipitado a 97° C. Agitar la pulpa por 5 segundos a los 10, 15 y 25 minutos, después de que esté colocado en el baño y dejarlo ahí por 1 hora.

Al terminar el tiempo, transferir el material a un crisol filtrante tarado y lavar con 100 mililitros de agua caliente. Adicionar 25 mililitros de ácido acético al 10% y permitir que se empape por 1 minuto, antes de remover. Repetir este paso con una segunda porción de ácido acético.

Lavar el material finalmente con agua caliente hasta que está libre de ácido. Secar el crisol y mantenerlo en una estufa a $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ a peso constante, enfriar en un desecador y pesar (37) (t 211 om - 80).

Cálculos

$$\text{Solubilidad } \% = \frac{A - B}{A} \times 100$$

A = peso de la muestra antes de la extracción en g.

B = peso de la muestra después de la extracción en g.

e) Solubilidad en Alcohol :

Benceno. - Esta mezcla extrae aceites volátiles, materia colorante, taninos y algo de material soluble en agua.

El segundo paso de la extracción se lleva a cabo usando exclusivamente alcohol - etílico ; el disolvente extrae una mezcla de ácidos -- grasos con terpenos y otros alcoholes, resinas y ceras.

Después de la extracción con solventes orgánicos, la muestra está libre de casi todo material extraño; pero todavía sería necesario sujetarla a la acción del agua para los componentes que no fueron solubilizados por los solventes orgánicos lo sean por el agua. Esta segunda solubilidad -- en agua puede parecer innecesaria si se piensa - que ya se efectuó una en la muestra original, pero el realizarla tiene un doble propósito : completar la depuración de la muestra y conocer por su-

ma de este dato con los 2 extractos orgánicos, el contenido total de "componentes extraños" del material analizado (2).

Reactivos. -

Etanol al 95 %

Benceno

Mezcla de etanol:benceno.

Mezclar 1 volumen de etanol y 2 volúmenes de benceno.

Diclorometano al 98 %

Procedimiento. - Pesar un equivalente igual a 2 ± 1 gramos secos. Llenar el matraz de bola con 150 ml. de alcohol : benceno ---- (50 ml. de etanol y 100 ml. de benceno). Empezar -- con el sifón por lo menos 6 veces por hora . Extraer la muestra después de que se realicen 24 extracciones en un período de 4 - 5 horas. Remover el matraz del aparato y evaporar el solvente parcialmen -

te del matraz a un volumen de 20 a 25 ml.

Transferir el extracto a un plato tarado para lavar con pequeñas cantidades de solvente.

Secar el plato y el contenido en un horno por 1 hora a 105 ± 3 °C, enfriar en un desecador y pesar.

Nota: Secar a peso constante no es fácil debido a la volatilidad de los compuestos químicos producidos por un prolongado secado (37) (t 204 os - 76).

Cálculos

$$\% \text{ Extractables} = \frac{W_e - W_b}{W_p} \times 100$$

We = peso del extracto en g.

Wb = peso del residuo en g.

Wp = peso de la madera en g.

f) Contenido de Lignina en

Madera . - La lignina es el segundo constituyente en el tejido vegetal siendo superado sólo por la celulosa. Como el objeto de la digestión de la materia prima es aislar la celulosa, el cocimiento de grado de lignificación del material proporciona una base para fijar la severidad del tratamiento (2).

Reactivos. -

Acido sulfúrico al 72 % ó -
 24 ± 0.1 N. Colocar 665 ml de ácido sulfúrico en -
matraz que contenga 300 ml de agua y después aforar

Mezcla de Alcohol: Benceno
en una proporción de 1 de alcohol por 2 de benceno.

Procedimiento. - Pesar 1 ± 0.1 gramo y colocarlos en un vaso de precipitado de 1 000 ml. Adicionar gradualmente 15 ml de ácido sulfúrico frío al vaso que contiene la muestra agitando y macerando el material con un agitador de vidrio. Mantener el vaso en un baño a 20 ± 1 °C durante la dispersión del material.

Después de que la muestra sea dispersada, tapar el vaso de precipitado con un vidrio de reloj y mantenerla en el baño por 2 horas. Agitar el material frecuentemente durante este tiempo para asegurar la completa solución.

Adicionar cerca de 300 a 400 ml de agua a un matraz y transferir el material del vaso al matraz, lavar y diluir con agua a una concentración de ácido sulfúrico al 3% a un volumen total de 575 ml.

Poner la solución a hervir - por 4 horas, manteniendo un volumen constante, - usando un condensador o por adición frecuente de - agua caliente. Permitir que el material insoluble se asiente, manteniendo el matraz en una posición inclinada. Sin agitar el precipitado, decantar.

Transferir la lignina cuantitativamente a un papel filtro usando agua caliente y un agitador con goma.

Lavar la lignina libre de - ácidos con agua caliente.

Secar el crisol con la lignina en una estufa a 105 ± 3 °C a peso constante. En friar en un desecador y pesar (37) (t 222 os - 74).

Cálculos

$$\% \text{ Lignina} = \frac{A}{W} 100$$

A = peso de la lignina en g.

W = peso de la muestra en g.

g) Contenido de Pentosanas

en Madera - A la proporción de hemicelulosa que -- en una destilación ácida da furfural se le conoce con el nombre de pentosanas. Al conocer su contenido en una materia prima se tendrá una orientación preliminar sobre la facilidad de refinación de pulpas celulósicas , ya que las hemicelulosas modifican las propiedades de batido, como se puede establecer por la diferencia existente entre refinar una pulpa de paja de cereales y otra proveniente de algodón ; aquella se refina mucho más fácil que la de algodón.

La razón fundamental del fenómeno anterior probablemente es que la hemicelulosa por su arreglo amorfo puede embeber agua libremente, facilitando así la hidratación de la fibra; ésto contrasta con la celulosa de cadena larga, la cual por su naturaleza cristalina y por tener satisfechos todos sus agrupamientos oxhidrilo, no es susceptible de embeber agua en la medida en que los haces de los grupos amorfos de la fracción hemicelulósica lo hacen (2).

Reactivos. -

Acido clorhídrico 3.85 ± 0.05 N. Diluir 315 ml en 1 litro y checar su normalidad.

Orcinol. Dissolver 0.400 g. de orcinol, 0.500 gramos de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ en 100 ml. de HCl 11 N (diluir 915 ml de HCl en 1 000

mililitros de H₂O). Guardar el reactivo en un refri
gerador y descartarlo si tiene mas de 2 semanas.

Cloruro de Sodio en Cristales
Etanol 95 %

Procedimiento .- Colocar
la muestra en un matraz de ebullición, adicionar 20
gramos de NaCl, 100 ml de HCl 3.85 N. y perlas -
de ebullición. Conectar el matraz al aparato de des-
tilación y marcar el nivel del ácido en el matraz.

Adicionar 250 mililitros
de HCl 3.85 N en un embudo de separación apli-
car calor y destilar el ácido en una medida de --
2.5 ml/min., recogerlo en un matraz volumétrico -
dentro de un baño con hielo. Durante la destilación
mantener un volumen constante de 100 mililitros -
en el matraz de ebullición por adición de HCl del em
budo de separación o poner 25 mililitros cada -

diez minutos.

Continuar la destilación por 90 ± 5 minutos, en el cual se debe destilar 225 ± 10 mililitros, marcar y mezclar perfectamente.

Pipetear 5 mililitros del destilado en un matraz volumétrico de 50 mililitros y adicionar 25 mililitros de reactivo orcinol, mezclar y colocar el matraz en un baño de agua a 25°C . -- Después de 60 minutos, adicionar etanol 50 mililitros arriba de la marca, mezclar y regresar al baño de agua después de otros 60 minutos, medir la absorbancia de la solución con un espectrofotómetro a 630 n.m. (37) (t 223 os - 78).

Cálculos

$$\text{Pentosanas } \% = \frac{A}{10 W}$$

A = xilano en la prueba en mg.

W = peso de la muestra seca en g.

h) Celulosa en Madera. - El método tradicional para la determinación de celulosa emplea cloro gaseoso ($\tau 201 \text{ wd} - 76$) pero es in cómodo manejarlo, sobre todo cuando el material fibroso a evaluar presenta dificultad para eliminar el material no celulósico.

Se estima que esta modificación propuesta es adecuada ya que el consumo de reactivo (ácido nítrico) es mínimo de 10 a 20 - mililitros, obteniéndose el mismo efecto (eliminar el material no celulósico) y se requiere además - sólo un 25 % del tiempo que se emplearía en el método tradicional para la determinación. Por lo - que se empleó el método de modificación del reactivo usado en el método T.A.P.P.I. para la deter -

minación de celulosa Cross & Bevan (37) (t 201 m - 54).

Reactivos. -

Ácido nítrico concentrado.

Alcohol etílico absoluto.

Solución saturada de acetato de sodio.

Procedimiento. - Pesar el -

materia fibroso crudo 1 gramo seco. Colocar la muestra en el matraz erlenmeyer y añadir 20 mililitros de $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ y 5 mililitros de HNO_3 concentrado, ponerlo en un baño María a ebullición y con reflujo durante 30 minutos.

Precaución. - No añadir di-

rectamente el ácido nítrico concentrado, pues puede haber degradación de la madera.

Al término de los 30 minutos, decantar del matraz erlenmeyer la mezcla líquida de la digestión en el gooch, tratando de que no se pase mucho, más que una pequeña cantidad, pero si se pasara mucho se tendrá que regresar - la muestra al erlenmeyer, al cual se agregará nuevamente la mezcla alcohol-ácido nítrico mencionada anteriormente (20 ml de alcohol y 5 ml de ácido nítrico para fibra cruda) llevándose a cabo una segunda digestión de 30 minutos. Cumplido este tiempo, decantar en igual forma con 100 ml de agua destilada por una hora.

Filtrar completamente en el gooch, lavar con 500 ml de agua destilada caliente después con 100 ml de solución saturada de acetato de sodio y por último con 500 mililitros de agua destilada caliente, cerciorarse de que el agua del lavado sea neutra.

Finalmente secar la muestra en una estufa a una temperatura de 105°C con circulación de aire, enfriar en un desecador y pesar la celulosa residual (37) (t 201 m 54).

Cálculos

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{M}{W} \times 100$$

M = peso seco de la muestra libre de material no celulósico.

W = peso de la muestra integral base seca.

Aparte de estos métodos que se utilizaron para hacer los análisis químicos a la materia prima, se emplearon otros métodos, que fueron No. de permanganato y Determinación de médula.

No. de Permanganato . - Este método está adaptado a la determinación de la dureza relativa o blanqueabilidad de la pulpa . Puede usarse en todos los tipos ordinarios y grados de pulpa química de madera (sulfito, sosa o sulfato muestreada en cualquier condición de sequedad y en cualquier etapa del proceso). (2)

Procedimiento - Para pulpas que contienen poca lignina y las cuales tengan un No. de permanganato menor de 20, use 25 ml. de permanganato 0.1 N, 25 ml de ácido sulfúrico 4 N y 700 ml de agua incluido el espécimen de pulpa) para dar un volumen total de 750 ml.

Para pulpa de alto contenido de lignina y las cuales tengan un No. de permanganato mayor de 20, se emplean 40 ml. de KMnO_4 0.1 N , 40 ml de H_2SO_4 4 N y 1120 ml. de agua , para

dar un volumen total de 1 200 ml.

Coloque el especimen de pulpa en el vaso de reacción bajo el agitador en un baño de agua a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ y agregar la mezcla agua ácido - sulfúrico al vaso , reservando unos pocos mililitros de la mezcla para enjuagar el vaso de permanganato.

Arranque el agitador y rápidamente agregue la cantidad medida de permanganato Ponga a funcionar el cronómetro, luego enjuague rápidamente el vaso y agregue la mezcla de reacción . Deje continuar la reacción por 5 minutos a partir del instante en que se agregó el permanganato luego detenga la reacción agregando 5 ml de solución de KI a la mezcla y pare el agitador.

El permanganato de potasio

en exceso reacciona inmediatamente con el yoduro de potasio cuando este último se agrega, formando yodo libre. Titule este yodo con la solución de tio sulfato de sodio 0.1 N en el vaso de reacción sin filtrar las fibras agregando unas cuantas gotas de indicador al final de la titulación (37).

Cálculos

$$\# \text{KMnO}_4 = (V_{\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4}) - (V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})$$

$$\# \text{KMnO}_4 = Z \times 10$$

Método para la determinación

de médula. - La médula son finos o bagacillos contenidos en el lirio acuático que pasa a través de una malla de 1/200.

Procedimiento. - En el desin

tegrador de pulpa tipo Hermann se colocan 12.5 g.

secos de muestra y agua, se deja que se mueva por 5 minutos, después se pasa por una malla # 20 y se pone al chorro del agua por 15 ó 20 minutos para que se pase todo lo que mas se pueda a la malla # 200. Si quedara mucha materia se coloca otra vez en el desintegrador por 5 minutos mas.

Por última vez se pesa lo que queda en la malla # 20 que es fibra, y lo que quede en la malla # 200 es médula y lo que llegue a pasar son solubles. Se pesa todo, es decir, lo que hay en cada una de las mallas y se determina humedad, por último se sacan porcentajes (37).

III.2 EQUIPO UTILIZADO

Se utilizó un desintegrador de pulpa tipo Hermann con motor de corriente alterna, de 1 725 revoluciones por minuto (RPM) y 1/4 HP (caballos de fuerza).

Una prensa hidráulica que -- ejerce una presión de 0 - 40 toneladas.

Digestores rotatorios de acero inoxidable con una capacidad de 30 kg; el calentamiento es con vapor indirecto por medio de una chaqueta y una velocidad de rotación de 1.5 - revoluciones por minuto.

Molino Bauer es un molino - sencillo que tiene un disco refinador para conexión

directa a 300 R P M, es de acero , también incluye un manómetro montado sobre el refinador y además un motor reductor de 1 / 4 HP.

Una formadora de hojas, tipo Hermann de 16 cm. de diámetro aproximadamente, - con tela plástica en el fondo para retener las fibras - que forman la hoja.

Depuradora que funciona por medio de un motor que trabaja de 750 a 1750 RPM - que hace funcionar una canastilla, donde se coloca la solución que se va a depurar.

CAPITULO IV

ESTUDIO EXPERIMENTAL

Se encuentran registrados una gran variedad de procesos y modificaciones sobre los mismos para obtener distintos resultados, según el material fibroso que se emplee.

Actualmente los procesos de obtención de pulpas celulósicas se clasifican en 3 grupos :

Mecánicos

Semiquímicos

Químicos

Proceso Mecánico .-

Se usa generalmente cuando se trabaja con madera obteniéndose una pulpa fibrosa, llamada pasta morena. Este proceso no requiere de reactivos químicos; la pasta que se obtiene moliendo troncos de madera, que previamente fueron descortezados en agua, contiene celulosa y lignina, posteriormente la pulpa que se obtiene puede recibir un proceso de blanqueo, principalmente en el papel periódico (27).

Proceso Semi-químico.-

Se aplica generalmente a maderas duras, las cuales se someten a una acción química suave en caliente y esto se hace con el fin de ablandar las sustancias que mantienen unida la materia fibrosa de la madera; se prosigue con un tratamiento mecánico en un refinador de discos u otro tipo, para obtener una pulpa cruda, que en muchos casos puede

blanquearse en un proceso por varios pasos.

Tanto el proceso mecánico - como el semiquímico, producen pulpas con altos -- rendimientos y el producto obtenido tiene una gran aplicación en la elaboración de papeles en donde - no se requiere un alto índice de blancura (13).

Proceso Químico. - Me diante los procesos químicos, la celulosa queda - desprovista de la mayor parte de lignina y otras - sustancias no celulósicas, a través de un tratamien to con un reactivo químico selectivo, que forma -- compuestos con los materiales no celulósicos, de - jando inalterada la celulosa, en una etapa que se - denomina digestión o cocimiento, realizándose bajo condiciones específicas de tiempo, presión, tempera tura entre otras.

El tipo de reactivo que se emplee depende del material fibroso a tratar; generalmente se usan procesos ácidos o alcalinos de los cuales se obtienen pulpas químicas de alta calidad - que posteriormente se podrán usar en la elaboración - de papeles que requieren un alto grado de blancura, - aunque tienen la desventaja de arrojar bajos rendimientos.

Los procesos químicos mas usados actualmente son:

Procesos Acidos

Procesos Alcalinos

Dentro de los procesos ácidos tenemos el:

Proceso al Sulfito, - El cual

se aplica generalmente para la obtención de pulpas a partir de madera y en mucho menor grado a partir de otros materiales vegetales. El reactivo utilizado en el pulpeo es sulfito ácido de calcio, magnesio o amonio, y se preparan a partir de la combustión de sulfuro de hierro obteniéndose bióxido de azufre gaseoso, el cual se hace pasar por una torre empacada con piedra caliza; el licor resultante se almacena para después usarse en los digestores.

Este proceso tiene dos ventajas principales; la primera es que se usan para procesar especies de madera que contienen resinas en pequeñas cantidades, ya que afecta poco a los materiales resinosos; y la segunda es que los procesos de recuperación tienen serios inconvenientes debido a problemas de incrustación en los evaporadores, al no recuperarse los reactivos del proceso, excepto en forma de cenizas.

Las pulpas al sulfito sin -
blanquear tienen un color relativamente mas claro y
tienden a tener una resistencia un poco mas baja (13).

Proceso a la Cal. - Este es
un proceso alcalino, e incluye dos tipos de procesos -
aplicados en la industria.

El reactivo CaO se usa --
principalmente en donde se requiere un cocimiento -
moderado, en el cual se puede evitar la degradación
excesiva de la celulosa de una materia prima que no
contenga muchas impurezas o puede utilizarse en la
fabricación de una pulpa de baja calidad en la cual no
se hace intento alguno para eliminar mas de una pro
porción relativamente pequeña de dichos constituyen
tes (ligninas, resinas, etc.).

Proceso al Sulfato. - Este

proceso se usa, cuando se requiere un ataque químico fuerte en los materiales de alto contenido de lignina.

Este proceso también se conoce como proceso Kraft, que significa "fuerte" en alemán y sueco, debido a la alta resistencia lograda en el papel de envoltura, mediante este proceso a partir de la madera.

El licor de cocción del proceso al sulfato, consiste en una mezcla de hidróxido de sodio con cierta cantidad de sulfuro de sodio. Y la solución que resulta es la verdadera fuente de álcali, sin embargo el sulfuro libera álcali solo conforme este se consume, por lo tanto siempre se encuentra presente una cierta cantidad de álcali concentrado. Debido a la presencia del sulfuro se debe la mayor resistencia de la pulpa.

proceso se usa, cuando se requiere un ataque químico fuerte en los materiales de alto contenido de lignina.

Este proceso también se conoce como proceso Kraft, que significa "fuerte" en alemán y sueco, debido a la alta resistencia lograda en el papel de envoltura, mediante este proceso a partir de la madera.

El licor de cocción del proceso al sulfato, consiste en una mezcla de hidróxido de sodio con cierta cantidad de sulfuro de sodio. Y la solución que resulta es la verdadera fuente de álcali, sin embargo el sulfuro libera álcali solo conforme este se consume, por lo tanto siempre se encuentra presente una cierta cantidad de álcali concentrado. Debido a la presencia del sulfuro se debe la mayor resistencia de la pulpa.

Proceso a la Sosa . - Este proceso puede considerarse como un proceso útil y de aplicación general sobre materiales no maderables, - por ser un proceso suave. Empleándose cuando el material fibroso no contiene grandes cantidades de resinas y ligninas como es el caso del lirio acuático.

CAPITULO V

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen las etapas principales de los procesos que se emplearon para la obtención de la pulpa.

Se manejaron condiciones de operación reportadas en la literatura.

V.1.1 RECEPCION DE LA MUESTRA

Las muestras del lirio acuático se obtuvieron del Lago de Guadalupe y del Canal de Cuemanco y estas muestras se recolectaron con tallo, raíz y hojas.

Hay que notar que el peso y la proporción del lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) varían considerablemente si es recolectado en distintos

lugares y en diferentes estaciones. Una planta típica de lirio acuático consiste de 33.3% de hojas, 24.8% de raíz y un 41.9% de tallo (45).

Después que se recolectó -
fue secada la materia prima, por contener una humedad del 95% y solamente un 5% de fibra.

V. 1. 2.

ANÁLISIS QUÍMICOS

Una vez que el lirio acuático estuvo seco se hicieron los análisis químicos de la materia prima, usando solamente el tallo y las hojas, -- porque estas partes de la planta son las que se utilizan para obtener un papel de buena calidad (11).

Los métodos utilizados --- fueron los T.A.P.P.I. (Technical Association of the -- Pulp and Paper Industry) (37). (estos métodos se en -- encuentran descritos en el Capítulo III).

a) Trituración de hojas y -
tallos secos pasándolos por un molino Koerner.

b) Tamizado del material,
usando mallas.

20 , 40 , 60 y fina, la fracción retenida en las mallas 60 se utilizó en los análisis químicos.

c) Se sacaron los porcentajes y pesos de las partículas que se quedaron en cada una de las mallas (los resultados están en la siguiente hoja).

d) Se realizaron los análisis químicos siguiendo la secuencia que se da a continuación (Ver hoja número 70).

Los resultados de los análisis químicos de la materia prima se muestran en la Tabla I del Capítulo VI correspondiente al de resultados.

**Resultados y porcentajes de
las partículas que quedaron en cada una de las mallas.**

Malla # 20	250 g.	24.63%
Malla # 40	420 g.	41.37%
Malla # 60	175 g.	17.24%
Malla Fina	170 g.	16.74%
	<hr/>	<hr/>
Total	1 015 g.	99.98%

MUESTRA ORIGINAL

SOLUBILIDAD EN AGUA FRIA

SOLUBILIDAD EN AGUA CALIENTE

SILICE Y CENIZAS

SOLUBILIDAD EN SOSA AL 1%

EXTRACTO ALCOHOL : BENCENO

MUESTRA ORIGINAL EXTRAIDA

LIGNINA

PENTOSANOS

HOLOCELULOSA

CELULOSA ALFA

HEMICELULOSA

V 1.3 DESMEDULADO

Es el proceso por medio del cual se logra la separación de médula del lirio acuático.

Una vez que se determinó el contenido de humedad de la muestra se procedió a desmedular; primero un 5 %, pero se vió que contenía mucha médula la pulpa por lo que se tuvo que hacer un segundo desmedulado y esta vez fue un 15 %.

V 1.4 DIGESTION O COCCION

Con las condiciones de cocimiento reportadas en la literatura y los resultados obtenidos de los análisis químicos, se hicieron los primeros ensayos para producir pulpa a partir del li rio acuático.

Se emplearon 2 procesos ;
el de la sosa y el de la lechada de cal al 50 %, con el
primero los resultados que se obtuvieron no fueron -
satisfactorios, porque la pulpa que se obtuvo parecía
piedra después de que se secaba y no se podía depu--
rar bien.

Con esta situación desalen
tadora se sugirió probar con lechada de cal al 50 %, -
y al ver los resultados obtenidos se optó hacer las di
gestiones utilizando este proceso alcalino.

Todas las digestiones rea
lizadas siguieron un mismo procedimiento, sólo se -
cambiaban las condiciones de operación que fueron:
concentración, tiempo de cocción y la temperatura;
el procedimiento fue el siguiente:

Se alimentó al digestor con la materia prima en

base seca (500 g.) y las diferentes concentraciones de sosa y cal respectivamente, después se tapó el digestor y se precalentó con vapor directo hasta una temperatura de 80 °C aproximadamente, girando el digestor durante un tiempo determinado (este es el tiempo de impregnación) de 10 minutos, ésto se hizo con el fin de que se lograra una buena impregnación entre las fibras y el reactivo.

Transcurrido este tiempo de impregnación se alimentó mas vapor directo al digestor, con la finalidad de llegar a la temperatura de cocimiento requerida (120°C - 140°C) y también para que se llevaran a cabo las reacciones entre el reactivo y la lignina, siendo esta la sustancia que sirve de unión entre las fibras de los vegetales.

Durante el tiempo de cocimiento (30 y 50 minutos) se abrfa de vez en cuando --

una válvula para que se purgara la línea de vapor directo, y esto es sacar el vapor que pudiera condensarse y así evitar que se formara agua y ésta entrara al digestor y cambiara la concentración con la cual se estaba trabajando.

Cuando terminó el tiempo de cocimiento, es decir, los 30 ó 50 minutos que se establecieron, se suspende la rotación del digestor y la alimentación de vapor, entonces se abrió una válvula que ayudó a bajar la temperatura, al mismo tiempo se pasó agua a través del enchaquetado del digestor y así se terminara de bajar la temperatura de 40 ó 50°C que es la temperatura ideal para proceder a destapar el digestor.

Cuando se llegó a la temperatura deseada, se descargó la suspensión en una tina, y después se procedió a prensar a 8 - 9 toneladas, en

una prensa hidráulica, para separar el licor negro -- que se generó durante la digestión, tomando una muestra de este licor para determinar el porcentaje de alcali residual y en su defecto el pH del licor.

Después se lavó la suspensión y se calentó con vapor para poder pasarla a un molino Bauer en el cual se molió la suspensión con -- discos de dientes de diablo y éstos sirven para separar los haces fibrosos.

V.1.5. DEPURACION

Esta operación se empleó -- para separar los haces fibrosos que no se cocieron co nocido como rechazo, y el material aceptado que es -- la fracción del producto de la digestión que se coció.

Después se sacaron los --

porcentajes respectivos del material aceptado y rechazado, así como el No. de permanganato (todos los resultados se muestran en las Tablas VI, VII, VIII y IX del Capítulo VI).

V.1.6. FORMACION DE HOJAS

Ya que se tuvieron los resultados de la materia aceptada en gramos y los porcentajes, así como los resultados del material rechazado en igual forma, se procedió a determinar el No. de permanganato.

Como ya se tenía la pulpa morena (pulpa sin blanquear) se procedió a pesar una cierta cantidad en base seca (aproximadamente 10 g.), después se depositó en el gérmen con 500 ml. de agua y se vació en la formadora de hojas tipo Hermann, la cual tiene una tela plástica en el fondo para retener -

la fibra que posteriormente formará la hoja.

Ya que se tiene la fibra sobre la tela, se pone una hoja de papel secante, y después se pasa encima un rodillo para que se adhiera la hoja que se formó en el papel secante, se cubrió con otro papel, y se le pasó nuevamente el rodillo, para que así se perdiera el exceso de agua que contenía.

Por último se metió a la estufa unos 15 ó 20 minutos para que se terminara de secar, y después se separó la hoja formada del papel secante.

V. 2. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Uno de los aspectos más importantes de la investigación industrial consiste en realizar la mínima experimentación posible, para ello

el investigador debe planear sus experimentos a modo de derivar sus resultados al máximo de información y así llegar a sus metas rápida y eficientemente.

Los experimentos factoriales son los que más se acercan al diseño ideal, ya que además de su fácil representación gráfica, es el núcleo del cual se derivan otros tipos de diseños especiales.

Un diseño experimental factorial completo, es aquel conjunto de observaciones que comprende todas las combinaciones posibles de los niveles, de las variables o factores independientes como son: concentración, temperatura, tiempo, etc., y que producen una respuesta (variable independiente).

Si se tiene dos variables -

ESTA TESIS
SALIR DE LA
NO DEBE
BIBLIOTECA

A y B, ambas a dos niveles alto y bajo, se designa por conveniencia el nivel alto de las variables con + 1 y el bajo con - 1, lo cual indica que los valores de operación de las variables se encuentran en un intervalo de - 1 a + 1.

El diseño de experimentos factoriales a 2 niveles fue el que se usó en nuestro proceso, éstos son sin duda los mas utilizados en investigaciones a nivel industrial hoy en día.

Los factoriales a varios niveles representan dificultades en los cálculos, además de otras desventajas. El uso de 2 niveles elimina estas dificultades y es además un bloque ideal para construir diseños avanzados.

A continuación se presenta un algoritmo que construye un factorial de 2 niveles

para cualquier número de factores q .

1. Para la columna $j = 1$

1.1 Escribir 2^{j-1} veces (-1) en sentido vertical. Repetir el mismo número de veces $(+1)$.

1.2 Repetir el proceso anterior 2^{q-j} veces.

Para $q = 3$

La primera columna se formará por $2^{j-1} = 2^{1-1} = 1$ vez (-1) y una vez $(+1)$. -
Repetidas $2^{3-1} = 4$ veces $(-1, +1)$ repetidos 4 veces).

La segunda columna se obtiene con bloques de $2 = 2^{3-2} = 2$ (-1) y $2(+1)$, repetidos $2^{3-2} = 2$ veces.

La tercera columna es un

bloque de $2^{j-1} = 2^{(3-1)} = 4 (-1)$ y $4 (+1)$, escrito -
 $2^{q-j} = 2^{3-3} = 1$ sola vez.

El diseño resulta entonces:

Para $q = 3$

el número de experimentos es $= 2^q = 2^3 = 8$

No. de Experimentos	VARIABLES		
	A	B	C
1.-	-1	-1	-1
2.-	+1	-1	-1
3.-	-1	+1	-1
4.-	+1	+1	-1
5.-	-1	-1	+1
6.-	+1	-1	+1
7.-	-1	+1	+1
8.-	+1	+1	+1

(10)

V. 3 ESTABLECIMIENTO DE VARIABLES.

Las condiciones e intervalos de trabajo de las variables se establecieron en base a la literatura. El número de experimentos con los que se fueron 3, uno de prueba con lechada de cal y posteriormente con el diseño de experimentos fueron ocho, más la representación de 2 centros experimentales.

Variables dependientes:

Desmedulado	15 %
Relación de baño	6 : 1 &
Tiempo de im -- pregnación	10 min.
Materia prima alimentada	500 g. secos

λ = 6 partes de reactivo por 1 de materia seca.

Condiciones variables

Los parámetros o variables que se manejaron en el diseño de experimentos como variables independientes fueron:

CONCENTRACION

TIEMPO

TEMPERATURA

Las condiciones que se emplearon en las 3 digestiones con sosa fueron las siguientes:

# Cocción	NaOH%	Tiempo 2	Temp. 2	Materia Prima
1. -	8	30 min.	120°C	382 g.
2. -	14	30 min.	120°C	500 g.
3. -	15	40 min.	120°C	500 g.

en estas digestiones se mantuvo constante:

Tiempo de Impregnación 20 min.

Relación del Baño 6 : 1

Desmedulado 5%

Tiempo 2 = tiempo de cocción

Temperatura 2 = temperatura de cocción

Las condiciones que se emplearon para la digestión de prueba con lechada de cal al 50% fueron las siguientes:

# Cocción	CaO%	Tiempo 2	Temp. 2	Materia Prima alimentada
1.-	10	40 min.	130° C	500 g.

En esta digestión se mantuvo constante:

Tiempo de Impregnación 20 min.

Relación del Baño 6 : 1

Desmedulado

5%

Tiempo 2 = Tiempo de cocción

Temperatura = Temperatura de cocción

En la siguiente tabla se dan los valores reales de los niveles (+1, -1 y 0) de las variables independientes experimentales.

	% CaO	Tiempo	Temperatura
Límite Inferior (-1)	8	30 min.	120° C
Valores Centrales (0)	10	40 min.	130° C
Límite Superior (+1)	12	50 min.	140° C

Se hicieron un total de 10 experimentos con 1 matriz experimental de la siguiente forma:

# de Cocción	% CaO	Tiempo ₂	Temperatura
1.-	12	50	140
2.-	12	50	120
3.-	10	40	130
4.-	8	30	120
5.-	8	50	120
6.-	10	40	130
7.-	12	30	140
8.-	12	30	120
9.-	8	30	140
10.-	8	50	140

Se mantuvieron constantes:

Relación del Baño 6 : 1

Tiempo de Impregnación 10 minutos

Desmedulado 15 %

Tiempo = tiempo de cocción

Temperatura ₂ = temperatura de cocción

CAPITULO VI

RESULTADOS

Los resultados de los análisis químicos de la materia prima y los de las diferentes digestiones que se hicieron con sosa y con lechada de cal se muestran en la siguiente tabla :

T A B L A 1

Solubilidad en agua fría	22.67 %
Solubilidad en agua caliente	27.30 %
Solubilidad en sosa al 1 %	58.7 %
Solubilidad alcohol:benceno	7.43 %
Contenido de lignina	12.05 %
Contenido de pentosanas	22.01 %
Contenido de cenizas	10.44 %
Celulosa	30.25 %
Contenido de humedad	17.53 %

T A B L A III

# de Cocción	rechazo g.	rechazo %	Sosa Residual %	#KMnO ₄
1.-	22.89 s.	5.99	10.37	no dió
2.-	7.08 s.	1.41	---	22.24
3.-	---	---	11.02	---

En las Tablas IV y V se muestran los resultados que se obtuvieron al trabajar el lirio acuático con la lechada de cal al 50%.

T A B L A IV

# de Cocción	Licor (ml)	pH _i	pH _f	# de KMnO ₄
1.-	4.010	12.53	8.06	26.14

T A B L A V

# de Cocción	fibra	fibra	rechazo	rechazo
	g.	%	g.	%
1)	288.1	57.62	70.22	14.04

Se observó que la pulpa --
era de mejor calidad por lo que se optó hacer un dise-
ño de experimentos factoriales y hacer un total de ---
10 digestiones con lechada de cal al 50%.

En esta Tabla se --
muestran los resultados de las diges -
tiones efectuadas con lechada de cal -
al 50 %.

TABLA VI

# de Cocción	Licor (ml)	pH _i	pH _f	# de KMnO ₄
1. -	7,320	12.57	6.89	29.39
2. -	4,650	12.35	6.13	29.25
3. -	4,170	12.42	6.90	33.00
4. -	3,620	11.94	6.73	35.33
5. -	9,550	12.07	7.79	28.06

T A B L A VII

# de Cocclón	fibra	fibra	rechazo	rechazo
	g.	%	g.	%
1. -	268.26 s.	53.65	109.20 s.	21.84
2. -	257.00 s.	51.52	43.00 s.	8.71
3. -	239.74 s.	47.94	93.00 s.	18.72
4. -	186.00 s.	37.33	130.00 s.	26.05
5. -	151.11 s.	30.22	167.72 s.	33.54

T A B L A VIII

# de Cocción	Licor	pH _i	pH _f	# de KMnO ₄
6. -	5,700	11.93	7.33	28.16
7. -	3,090	---	--	33.95
8. -	3,470	---	--	32.68
9. -	4,260	---	--	28.63
10. -	6,710	---	--	31.67

T A B L A IX

# de Cocción	fibra	fibra	rechazo	rechazo
	g.	%	g.	%
6. -	293.0 s.	58.65	135.0 s.	27.01
7. -	136.0 s.	27.23	106.0 s.	21.25
8. -	149.0 s.	29.76	120.0 s.	13.95
9. -	200.0 s.	39.82	102.0 s.	20.35
10. -	130.0 s.	25.84	100.0 s.	20.19

T a b l a X

En esta tabla se muestran los resultados de los análisis químicos del lirio acuático comparándolo con otras fibras que se utilizan para la elaboración de pulpas celulósicas.

8

	Lirio	Paja	Bagazo de caña	Maderas coníferas
Sol. Agua Fría	22.67 %	8. %	---	---
Sol. Agua Caliente	27.30 %	---	---	---
Sol. NaOH al 1 %	58.7 %	41.0%	31.0 %	13.0 %
Sol. Alcohol: Benceno	7.43 %	---	---	---
Contenido de Lignina	12.05 %	14.0 %	18.5 %	28.8 %
Contenido de Pentosanos	22.01 %	27.0%	27.0 %	8.7 %
Contenido de Cenizas	10.44 %	9.0%	1.63%	0.43%
Celulosa	30.25 %	50.0%	76.8 %	70.0 %
Contenido en Humedad	17.53 %	---	---	---

CAPITULO VII

ANALISIS DE RESULTADOS

En la Tabla X se muestran los resultados de los análisis químicos del lirio acuático, comparándolos con otras fibras que se utilizan para la elaboración de pulpas celulósicas.

1) Como se ve el resultado de la solubilidad en agua fría es alto en comparación con el de la paja, y esto es satisfactorio porque permite tener un dato preliminar sobre las posibilidades de altos rendimientos de las pulpas obtenidas, ocasionados por la solubilidad natural del material.

2) Se observa que el resultado de la lignina es más bajo que el de las maderas coníferas, y - ésto indica que el proceso que se debe emplear para la obtención de pulpas celulósicas a partir de lirio acuático no debe ser fuerte, porque ésto se emplea cuando la materia prima tiene un alto contenido de lignina.

3) El resultado de la solubilidad en sosa cáustica es alto comparándolo con las otras materias primas, indicando que la solución cáustica disuelve algo de lignina, pentosanos, hexosanos, etc., explicándose el contenido de lignina bajo.

4) El porcentaje del contenido de pentosanos es alto y ésto es una ventaja porque los pentosanos son constituyentes importantes de la pared celular de las fibras, ayudándolos a cementarse entre sí.

A continuación se muestran las observaciones que se realizaron de los experimentos con sosa y con lechada de cal al 50%.

5) Los experimentos de la lechada de cal son los mejores porque la pulpa obtenida se podía depurar fácilmente, en cambio la pulpa que se obtuvo de los experimentos con sosa no se podía depurar.

6) Cuando se trataba de separar las hojas de los experimentos realizados con sosa del papel secante se rompían. Además el color que presentaban era muy oscuro, por tanto si se hubiera blanqueado necesitarían grandes cantidades de reactivo.

7) Se observó que la hoja tenía mucha médula, por ésta razón en lugar de desmedular solamen

te 5 % en los siguientes experimentos se des -
meduló 15 %.

8) De los 10 experimentos que se realizaron, -
5 alcanzaron una blancura mayor que la otras -
hojas que se formaron, y ésto fué porque tuvie -
ron un No. de Permanganato menor de 30.

9) De los experimentos No. 3 y 6 se hizo una
comparación respecto al porcentaje de material
aceptado (fibra) y el No. de Permanganato, en -
contrándose más eficiente el experimento núme -
ro 6 tanto en el porcentaje de la fibra (58.65 %
y 47.94 % respectivamente) como en el No. de
Permanganato.

10) La hoja que se formó del experimento núme -
ro 6 fué la mejor, puesto que cuando se separó -
del papel secante salió casi entera y presentó -

mayor blanca que las otras.

CONCLUSIONES

1. - Se puede obtener papel a partir del lirio acuático como materia prima, es decir, sin utilizar otras fibras como algodón, bagazo de caña, trapo, etc. como se han hecho en otros estudios, pero cabe mencionar - que el papel que se obtiene de esta materia prima es - de mucho menor calidad que cuando se combina con - otros materiales fibrosos.

2. - Este proyecto permite prever una menor deforestación, ayudando al mismo tiempo a combatir - una plaga tan peligrosa como lo es la del lirio acuático puesto que interfiere con la navegación, la pesca, etc.

3. - Se observó que bajo las condiciones de operación : 10 % de Ca ; 50 minutos de tiempo de cocción y 140 °C, se obtiene la mejor calidad.

4. - Hay que tomar en cuenta que por el momento el proyecto no es rentable si se consideran factores como :

El alto costo del equipo que se necesita para la extracción del lirio de las lagunas y el transporte del mismo a los lugares en donde se fuera a utilizar para poder procesarlo.

GLOSARIO

Celulosa. - Se basa en una hidrólisis de las hemicelulosas por medio de ácido sulfúrico al 1.3% hirviendo. De esta manera el alfa celulosa resistente al ácido es separada de las hemicelulosas que son solubilizadas por el ácido. Se reporta el contenido alfa-celulosa como el peso remanente en relación a los gramos bases-seca (holocelulosa).

Cenizas. - Es una determinación química que reporta el contenido de sólidos inorgánicos presentes en la muestra.

Hemicelulosa. - Es la parte que después de retirar la lignina se disuelve fácilmente en solución de sosa cáustica.

Holocelulosa. - Parte insoluble que queda de la ma

dera después de haber retirado toda la lignina, lo cual se logra tratando la madera con cloro y luego con una solución alcohólica de etanol amina.

Lignina. - Sustancia incrustante que acompaña a la celulosa en las paredes celulares de los tejidos llamados lignificados, por contener dicha materia así, forma hasta el 25 % de la madera seca.

Pentosanas. - Pertenecientes a las hemicelulosas, las cuales son constituyentes importantes de la pared celular de las fibras ayudándolas a cementarse entre sí.

Pulpa Morena. - Pulpa obtenida en la etapa de digestión.

Aceptado. - Fracción del producto de digestión que es aceptado en la operación de depuración o fraccionado.

miento.

D e s m e d u l a d o . - Es el proceso por medio del cual se logra la separación de la médula del bagazo integral.

L i c o r N e g r o . - Solución que contiene materia orgánica que acompaña al producto y partículas de cal.

M é d u l a . - Finos o bagacillos en el lirio acuático que pasan a través de una malla 1/200.

P u l p a . - Son fibras vegetales con características físicas y químicas homogéneas, después de ser pulpeadas.

R e c h a z o . - Fracción del producto de digestión que es rechazado en la operación de depuración o fraccionamiento.

S u s p e n s i ó n . - Es una mezcla heterogénea de bagazo, fibra limpia, pulpa.

BIBLIOGRAFIA

1. - Arber Agnes
Water Plants
Wheldon & Wesley, L.T. Dand Hafner Publishing C.O.
Germany (1963)
pp. 160, 161, 213, 341-344.

2. - Asociación Mexicana de Técnicos de las Industrias
de la Celulosa y del Papel.
A.T.C.P.
Volumen III No. 2
Editorial Ediciones Científicas
Abril, Mayo, Junio
México (1963)
pp. 100 - 106

3. - Bose P.K.
The problem of Water Hyacinth in Bengal
Volumen II No. 4
S.C.I. Cult.
U.S.A. (1945)
pp. 167 - 171

4. - B.G. Jamieson & J.F. Reynolds
Tropical Plant Types
Pergamon
U.S.A.
(1967)

5. - Commonwealth Science Council (C.S.C.)
Regional Rural
Technology Programme
Report of the Second Review Meeting on Management
of Water Hyacinth
Colombo 24 - 30
Sri Lanka (1981)
(C.S.C.) Commonwealth Secretariat
Marlborough House
Pall Mall
London SW1Y 5HX
November (1981)
pp. 75 - 94

6. - Crafts, S. Alden
Weed Control
Mc Graw - Hill Book Company, I.N.C.
U.S.A. (1962)
pp. 11 - 12

7. - Debach, Paul
Control Biológico de la Plagas de Insectos y Malas
Hierbas.
Editorial Continental, S.A.
México (1975)
pp. 781 - 782.

8. - De la Campa, Sara & Guzmán Sergio
El Lirio Acuático, su Control y Combate
Tomo XII
Boletín de Psicicultura Rural, S.I.C.
México (1963)
pp. 79 - 89

9. - Donovan, S. Correll
Aquatic and Wetland Plants of Southwestern
Volumen I
Stanford University Press
U.S.A. (1975)
pp. 598
10. - Fabila Carrera Gilberto
Planeación y Análisis de Experimentos Industriales
Editorial Lanfi
Primera Edición
México (1980)
pp. 50 - 57
11. - Fasset, C. Norman
A Manual of Aquatic Plants
University of Wisconsin Press
Canada (1957)
pp. 173 - 176
12. - G.E. Cassidy & Linnegar Croom
Growing Irises
Helm London and Cumberra England
England (1982)
pp. 12
13. - Grant Julius
Manual sobre la fabricación de Pulpa y Papel
Compañía Editorial Continental S.A.
México (1966)
14. - Hoyos Jesús
Flora Tropical Ornamental
U. L. S. A.
Caracas Venezuela (1978)
pp. 128 - 129

15. - Hutchinson, John
The Families of Lowring Plants
Mac Millan and C.O.
U.S.A. (1944)
pp. 105 - 106
16. - Jaques E.H.
How to know the Weeds
W.M.C. Brown Company Publishers
Jowa (1959)
pp. 41
17. - Klingman, C. Glem & Ashton, N. Floyd
Estudios de las Plantas Nocivas. Principios y Prácticas
Editorial Limusa
México (1980)
pp. 402, 410
18. - Jurdín, A. Joseph
Pulp & Paper. Stock preparation.
March 1981
pp. 152 - 157
19. - Libby, C. Earl
Ciencia y Tecnología sobre Pulpa y Papel
Editorial C.E.C.S.A.
México (1980)
20. - Little, E.C.S.
Handbook of Utilization of Acuatic Plants
F.A.O.
Roma (1976)
pp. 123

21. - M.A. Azam
Utilization of Water Hyacinth in the Manufacture of
Paper and Pressed Boards
Science and Culture
Volumen VI No. 11
U.S.A. (1941)
22. - M.M. Turbat
Las Plantas Vivaceas
Floraprint
México (1972)
pp. 74 - 75
23. - Memorias del Simposio sobre Pesquería en Aguas
Continetales.
Tomo I
Tuxtla, Gtez., Chiapas.
México (1976)
pp. 259 - 277
24. - Muensher C. Walter
Aquatic Plants of the U.S.A.
Comstock Publishing Company INC.
New York (1944)
pp. 200 - 206
25. - New Scientist
The Blue Water Hyacinth Exploiting a weed for
Food and Power.
Volumen LXXI No. 1013
August 12
U.S.A. (1976)
pp. 318 - 321

~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~

~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~

~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~

~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~
~~_____~~

W. L. G. G. G.
in the Committee of Elementary Studies
Division I
Committee on the University Studies
Division I (1922)
Vol. 171 - 175

31. - Robins, W. Wilfred & Crafts, S. Alden
Destrucción de Malas Hierbas
Editorial U. T. E. H. A.
México (1955)
pp. 6, 433
32. - Rzedowski, Jerzy
Vegetación de México
Editorial Limusa
México (1978)
pp. 345
33. - Rzedowski & Rzedowski
Flora Fanerogámica del Valle de México
Volumen I
Editorial C. E. C. S. A.
México (1979)
pp. 195
34. - Sánchez, S. Oscar
La Flora del Valle de México
Editorial Herrero, S. A.
México (1974)
pp. 77, 89, 90
35. - Seven, A. Rydholm
Pulping Processes
Interscience Publishers
New York (1965)
36. - Simposium sobre Acuicultura en América Latina
Montevideo, Uruguay (1974)
pp. 375

37. - Standards and Suggested Methods
Technical Association of the Pulp and Paper
Industry T. A. P. P. I.
Volumen I
t 201 m - 54
t204 os - 76
t 207 om - 81
t 211 om - 80
t 212 os - 76
t222 os - 74
t 223 os - 78
38. - Tecnología Lanfi
Revista de los Laboratorios Nacionales de Fomento
Industrial
Volumen III No. 3
Octubre - Diciembre
México (1977)
pp. 14 - 15
39. - The Commonwealth Science Council (CSC)
Management of Water Hyacinth
Regional Research Laboratory (CSIR)
Edit. AK Hazarika and P.C. Tamuly
January 31
Jorhat, India (1981)
pp. 3 - 16
40. - U.N.E.P. Industry and Environment
Water Hyacinth (*Eichhornia crassipes*) a Raw Material
for Hand Made Papers and Boards
G. Thyagarajan, Regional Research Laboratory
January, February, March
Jorhat, India (1983)
pp. 18 - 21

41. - Vallejo, I.F.
Lirio en el Lago de Chapala
Comisión Lerma - Chapala, Santiago
Secretaría de Recursos Hidráulicos
Abril, Junio
México (1962)
pp. 55 - 70
42. - W. J. Nolan & D.W. Kirmse
The Paper Making Properties of Water Hyacinth
Hyacinth Control Journal
Volumen XII
Mayo (1974)
43. - W. T. Penfound & T. T. Earle
The Biology of the Water Hyacinth
Volumen 18 : 448
Ecological Monographs
U.S.A. (1948)
pp. 462 - 469
44. - Wright, H. Albert
Handbooks of American Natural History
Volumen IV
U.N.A.M.
U.S.A. (1978)
45. - Zerrudo, J.V. ; Tadena, O.B.
Utilization of Water Hyacinth for Pulpa and Paper
Manufacture
Volumen 54 No. 4
Octubre (1982)
pp. 55 - 60
A. B. I. P. C.