

Universidad Autónoma de Guadalajara

INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Optimización del Proceso de Obtención de Celulosa Química
a Partir de Bagazo de Caña, Usando el Método Simplex EVOP.

T E S I S

Para Obtener el Título de:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

MIGUEL ANGEL GAMEZ CARDENAS

Asesor: Juan José Trujillo del Rio

GUADALAJARA, JAL., 1987



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

I N D I C E

INTRODUCCION

CAPITULO I JUSTIFICACION DEL TRABAJO..... 4

I.2 Explicación del objetivo..... 4

CAPITULO II GENERALIDADES DEL BAGAZO DE CAÑA

II.1 Fibra..... 7

II.2 Médula..... 7

II.1a. Celulosa..... 8

II.1b. Lignina.....11

II.1c. Hemicelulosas.....12

CAPITULO III DESLIGNIFICACION.....14

CAPITULO IV ESTUDIOS PRELIMINARES.....16

CAPITULO V DESCRIPCION DEL PROCESO DE OBTENCION DE -
CELULOSA A PARTIR DEL BAGAZO DE CAÑA.....24

CAPITULO VI DISEÑO EXPERIMENTAL

VI.1. Generalidades del EVOP Simplex.....29

VI.2. Condiciones de experimentación.....31

CAPITULO VII INTERPRETACION DE RESULTADOS.....37

CONCLUSIONES.....	40
BIBLIOGRAFIA.....	41
APENDICES.....	43

I N T R O D U C C I O N

INTRODUCCION

Cuando tratamos de obtener un producto mediante un proceso industrial, resulta muchas veces poco eficiente y sólo con un amplio número de pruebas podemos llegar a condiciones en las que obtenemos rendimientos así como cantidades aceptables y además con la incertidumbre de que si son o no las condiciones óptimas de operación.

Existen varios métodos de optimización diseñados por el Dr. Box, entre los cuales están, el superficie de respuesta ascención paso a paso, EVOP Simplex y otros, que con esfuerzo mínimo y bajo costo podemos encontrar las condiciones de operación del punto óptimo, ya sea para rendimientos, costos o calidad, y que son aplicables a nivel laboratorio, planta piloto o escala industrial.

En el presente trabajo de investigación se pretende aplicar el método EVOP Simplex, para encontrar la solución de un problema de ingeniería química, que consiste en optimizar el proceso de obtención de celulosa a partir de bagazo de caña usando el método de tratamiento con hipoclorito de sodio.

CAPITULO I

JUSTIFICACION Y EXPLICACION

I.1. JUSTIFICACION DEL TRABAJO

El motivo de este trabajo de investigación, es aumentar el aprovechamiento de un material que muchas veces es utilizado como desecho, y crear una fuente alternativa de obtención de celulosa, en este caso, el material usado es el bagazo de caña.

Se escogió este material debido a que son muy grandes las cantidades no utilizadas en nuestro país, y que generalmente se aprovechan como combustible, pudiendo tener otras aplicaciones como la de este caso; fuente de obtención de celulosa.

Con el fin de aprovechar este material se han hecho estudios preliminares sobre su estructura y composición química llegando a la conclusión de que el hipoclorito de sodio es un agente químico capaz de atacar el bagazo en forma tal que podemos obtener como producto celulosa química.

I.2. EXPLICACION DEL OBJETIVO

El objetivo principal de esta investigación es el de: Optimizar el proceso de obtención de celulosa química a partir del bagazo de caña utilizando el método Simplex EVOP.

I.1. JUSTIFICACION DEL TRABAJO

El motivo de este trabajo de investigación, es aumentar el aprovechamiento de un material que muchas veces es utilizado como desecho, y crear una fuente alternativa de obtención de celulosa, en este caso, el material usado es el bagazo de caña.

Se escogió este material debido a que son muy grandes las cantidades no utilizadas en nuestro país, y que generalmente se aprovechan como combustible, pudiendo tener otras aplicaciones como la de este caso; fuente de obtención de celulosa.

Con el fin de aprovechar este material se han hecho estudios preliminares sobre su estructura y composición química llegando a la conclusión de que el hipoclorito de sodio es un agente químico capaz de atacar el bagazo en forma tal que podemos obtener como producto celulosa química.

I.2. EXPLICACION DEL OBJETIVO

El objetivo principal de esta investigación es el de: Optimizar el proceso de obtención de celulosa química a partir del bagazo de caña utilizando el método Simplex EVOP.

Para este objetivo, lo que a nosotros nos interesa es controlar las variables que puedan afectar la obtención del máximo porcentaje posible, en peso, de celulosa, que - para este caso, son el tiempo de cocimiento y la concentración de hipoclorito, variables que son controladas durante cada cocimiento (se usan 3 cocimientos de cada corrida), - en un aparato de reflujo.

CAPITULO II

GENERALIDADES DEL BAGAJO DE CAÑA

GENERALIDADES DEL BAGAZO DE CAÑA

El bagazo de caña está constituido por tallos aplastados que quedan después de la extracción del jugo. Se ha empleado por varias décadas como materia prima para un gran número de productos aislantes y de tablas duras para la industria de la construcción, así como combustible.

Podemos decir que el bagazo está compuesto por dos partes fundamentales. Fibra y médula, las que a su vez están constituidas por tres materiales químicos que son:

- a) Celulosa.
- b) Lignina.
- c) Hemicelulosa.

II.1 FIBRA.....(6)

Las fibras en el bagazo de caña tienen extremos puntiagudos y son de pared delgada a gruesa, sin marcas características en la pared celular, excepto por la presencia de pequeñas punteaduras. Su longitud es de 0.8 a 2.8 mm. y su anchura es de 10 a 34 micras. Además de las fibras, de los haces vasculares provienen segmentos de vasos que llegan hasta 1.3 mm. de largo.

II.2. MEDULA

La médula (o parénquima), es encontrada en el bagazo

como una especie de polvo fino que acompaña a éste. El pa
rénquima es el producto de estrujamiento de los vasos libe-
 rianos que se encuentran constituyendo la parte central de
 la caña. Estos vasos liberianos se encuentran excentos de
 lignina y están constituidos por celulosa y otras sustan--
 cias no celulósicas.

II.1a. CELULOSA.....(3)

La celulosa es un compuesto orgánico perteneciente-
 a la familia de los carbohidratos.

Los carbohidratos a su vez son polihidroxialdeh--
 dos, polihidroxicetonas, o compuestos que por hidrólisis -
 se convierten en ellos.

Esquemáticamente podemos representar la clasifica-
 ción de la celulosa del modo siguiente:

CARBOHIDRATOS

MONOSACARIDOS	DISACARIDOS	POLISACARIDOS
Glucosa fructosa etc...	Lactosa sacarosa etc...	Almidón celulosa etc...

La fórmula molecular de la celulosa es $(C_6H_{10}O_5)_n-$

donde el valor de n es por lo menos 1500.

La hidrólisis completa con ácidos produce la D(+)-glucosa como único monosacárido.

El análisis elemental arroja los siguientes resultados:

C - 44.44 %

H - 6.22 %

O - 49.34 %

Hay evidencias de que las uniones glucosídicas en la celulosa son beta, además la glucosa en la celulosa tiene el acomodo conformacional de silla, llevándonos todo esto a la estructura correspondiente que es:

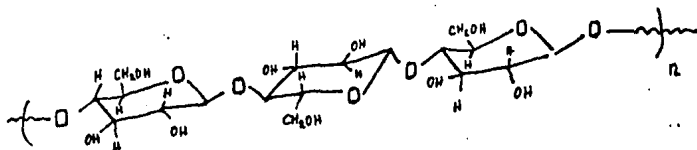


FIG. II.1. Estructura de la celulosa.

ALGUNAS PROPIEDAS FISICAS DE LA CELULOSA....(5)

TABLA II.1. ALGUNAS PROPIEDADES FISICAS DE LA CELULOSA.

SOLVENTE	SOLUBILIDAD
Agua fría	Insoluble
Gasolina	Insoluble
Agua caliente	Insoluble
Alcohol	Insoluble
Benceno	Insoluble
Eter	Insoluble
Ac. Sulfúrico (72-75%)	Soluble
Ac. Clorhídrico (44%)	Soluble
Reactivo de Scheweiser	Soluble
Cuprietilén diamina	Soluble
Ac. Fosfórico (85%)	Soluble

USOS DE LA CELULOSA.....(4)

Con el ácido nítrico en presencia del ácido sulfúrico se obtienen las nitrocelulosas de composición variable, tenemos así por ejemplo: Nitrocelulosa o algodón pólvora, mezcla de dinitrato y trinitrato de celulosa; - - - $(C_6H_7O_5(NO_2)_3)_n$. Que es empleado en la fabricación de pólvora y explosivos. La solución de nitrato de celulosa en una mezcla de alcohol y éter recibe el nombre de colodión; el mismo nitrato plastificado con alcanfor recibe el nombre de celuloide.

Con el ácido acético se obtienen acetatos de celu-

losa siendo el más común e importante el triacetato de celulosa, empleado en la fabricación de películas cinematográficas llamadas ininflamables.

La celulosa con sosa cáustica y sulfuro de carbono, nos da un éster llamado Xantato de sodio y celulosa; este éster se emplea para la variedad de seda artificial llamada seda viscosa al Xantato y también en la fabricación de celofán.

Podemos obtener, además, la metil celulosa y la -- etil celulosa, que tienen grandes aplicaciones en la fabricación de barnices, lacas, resinas sintéticas, tintas de - imprenta, aislantes eléctricos, etc...

II.1b. LIGNINA

La lignina es una sustancia que funciona principalmente como relleno o cementante, e imparte rigidez al tejido leñoso de la caña.

No se conoce a ciencia cierta la estructura de la lignina, sin embargo, se puede decir que, las ligninas - - existen probablemente como polímeros de cadenas ramificadas que pueden constituir una red casi infinita, la cual a su vez puede estar entretejida y/o combinada químicamente con las hemicelulosas u otros compuestos diferentes a la -

lignina.

ALGUNAS PROPIEDADES FISICAS DE LA LIGNINA.....(6)

Polvos amorfos de color café, sin punto de fusión, con un peso molecular promedio de 11000.

Se han publicado muchos reportes con referencia a ésta y otras propiedades físicas de la lignina, pero los datos verdaderamente definitivos son escasos, debido a que las ligninas aisladas que se estudiaron, con frecuencia es taban incompletamente purificadas, o a que representaban una fracción no reportada de la lignina total, o por ambas razones.

IIc. HEMICELULOSAS

Cuando la madera o el bagazo se liberan de los extractos (solubles en agua fría o en solventes orgánicos), y luego se liberan cuidadosamente de la lignina, rinde un producto fibroso llamado holocelulosa y otros polisacáridos. Estos últimos se llaman generalmente hemicelulosas o poliosas.

CAPITULO III

DESIGNIFICACION

DESIGNIFICACION

Puesto que el objetivo de este trabajo no es precisamente describir el mecanismo de las reacciones químicas involucradas en la deslignificación, describiremos de manera general, lo que en sí la deslignificación del bagazo es.

Al utilizar el hipoclorito de sodio en el cocimiento del bagazo, se produce ión hipoclorito, el cual actúa como agente "despegante" de la lignina que rodea las fibras celulósicas, produciendo con esto, fibras despegadas unas de otras y además exentas de la pared de lignina que las rodea o cubre. Al quedar las fibras exentas en su mayor parte, de las ligninas, se produce desaglomeración de las fibras secas para la obtención de las fibrillas de celulosa.

Es necesario mencionar que dentro de las reacciones de deslignificación, se producirán algunas otras reacciones no deseadas, que harán que se degraden las moléculas de celulosa en fragmentos más pequeños, que serán solubles en la mezcla reaccionante y que por consiguiente, --afectarán el porcentaje de celulosa obtenida. Lo que se pretende en este trabajo, es evitar al máximo este tipo de reacciones y aumentar el grado de deslignificación del bagazo.

No se conoce la esencia de las reacciones químicas (adición, sustitución y oxidación), del ión hipoclorito con la lignina. Sólo podemos afirmar que el ión hipoclorito, reacciona con la lignina, para degradarla a fragmentos solubles pequeños.

CAPITULO IV

ESTUDIOS PRELIMINARES

ESTUDIOS PRELIMINARES

Dentro de los estudios preliminares se estuvieron haciendo una serie de experimentos que consistía en:

Primera serie de experimentos:

En un matraz de 3 bocas, de 500 ml. se colocan --- 14.4 grs. (base seca) de bagazo (la muestra del bagazo está debidamente homogeneizada), y 300 ml. de hipoclorito de sodio al 6% (la relación de gr. de bagazo/ml. de NaClO fue de 1:20). En una boca del matraz se conecta un refrigerante, en la otra un termómetro y en la otra un tapón.

La función del refrigerante es evitar el escape de vapores condensables y el mantenimiento del sistema de reflujo, el termómetro nos permite darnos cuenta de que la temperatura permanezca constante a 70°C (temperatura de -- descomposición de hipoclorito), la boca del matraz que tiene el tapón nos permite una agitación del sistema que será esporádica, con el fin de mantener la homogeneidad y la concentración constante del -- sistema.

El calor al sistema lo aporta una chaqueta colocada en el -- fondo del matraz.

Un esquema del sistema funcionando es el que se muestra en -- la fig. IV.1.

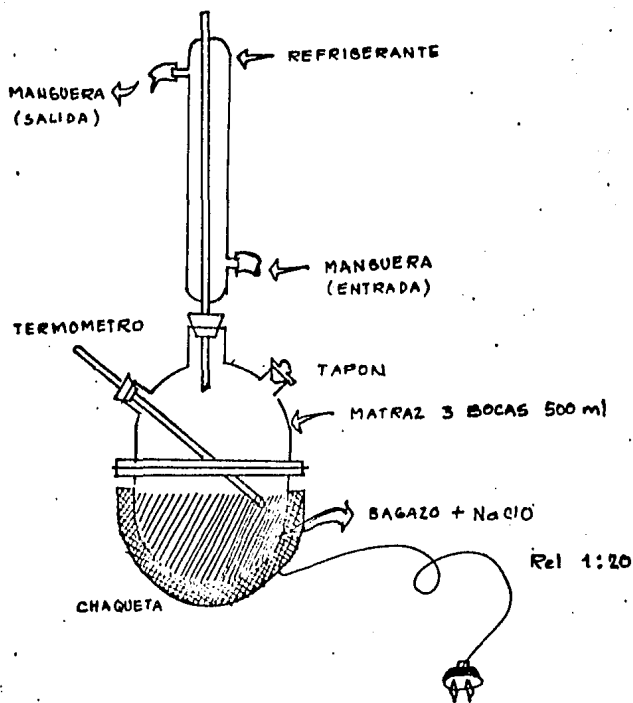


Fig. IV.1. Esquema del sistema que se usó: en las pruebas preliminares.

En éste que llamaremos sistema de cocción (o de - - reacción), se hicieron pruebas a diferentes tiempos de cocción y con diferentes concentraciones de NaClO, lavándose, secándose, triturándose y tamizándose en una malla de 80x80 el producto de cocción.

Algunos resultados de estas pruebas fueron los siguientes:

VARIABLES	DATOS OBTENIDOS
t = tiempo de cocción. Min.	R = Residuo del producto de -
c = concentración de NaClO.	cocción. (=) gr.
% de NaClO en peso.	P = Pérdida en peso de la --
	muestra de bagazo. (=)gr.
	W = Gramos de celulosa en pol
	vo obtenidos en el experi
	mento.

La muestra de bagazo fue de 14.4 gr. (base seca), - el volumen de NaClO fue de 300 ml. y la temperatura se mantuvo en 70°C.

Tabla IV.1. Resultados de la primera serie de pruebas

t	c	R	P	W
5	5.6	10.12	4.44	0.437
10	5.6	9.77	4.44	0.792

t	c	R	P	W
15	5.6	8.65	5.52	0.837
30	5.6	6.39	6.39	0.570

De estos resultados podemos decir que, a una misma concentración al aumentar el tiempo de cocción, aumentan - las pérdidas en peso de la muestra, lo que nos podría hacer pensar que va aumentando el grado de deslignificación, sólo que no sucede así forzosamente, ya que un aumento en el grado de deslignificación solamente, aumentaría el peso de celulosa obtenida, y podemos darnos cuenta en los resultados, que existe un punto en el que empieza a disminuir el peso de celulosa, evidencia que podemos tomar como una degradación de la misma y concluir que, no es conveniente un sólo cocimiento del bagazo, ya que si a concentraciones altas de NaClO, no existe un grado de deslignificación favorable, a concentraciones menores, el grado será menor o muy parecido, sólo que a tiempos de cocción - mucho mayores, lo que se optó por hacer fue una segunda serie de experimentos que consistía en 2 cocimientos.

Segunda serie de experimentos.

En una segunda serie de experimentos el sistema -- de cocción fue el mismo, así como la cantidad de muestra - usada, la diferencia a los primeros experimentos es que, - el primer producto de cocción se escurre para liberarse de las aguas madres (líquido remanente del primer cocimiento).

y colocarse nuevamente en el sistema de cocción para darle un segundo tratamiento similar al primero en condiciones, - excepto al tiempo de cocción y la concentración de hipoclorito lavándose, secándose, triturándose y tamizándose simi- larmente a la primera serie de experimentos este producto- de la segunda cocción.

Los resultados obtenidos en esta segunda serie de- experimentos fueron:

VARIABLES	DATOS OBTENIDOS
t1, t2=tiempos de primera y segunda cocción- respectivamente.mín.	R = Residuo de segunda cocción. (=) gr.
c1, c2=concentraciones de NaCl0de primera y- segunda cocción -- respectivamente.	P = Pérdida en peso de la mues- tra de bagazo (=) gr.
% de NaCl0 en peso	W = Gramos de celulosa en polvo obtenidos en el experimento.

Como se citó anteriormente, la muestra fue de 14.4 gr. (base seca) de bagazo de caña que se homogeneizaron de bidamente y el volumen de hipoclorito en cada cocimiento - fue de 300 ml.

Tabla IV.2 Resultados de la segunda serie de experimentos.

t1	c1	t2	c2	R	P	W
30	5.45	15	2.72	4.08	10.7	0.246
15	5.45	30	2.72	5.46	8.6	0.929
20	5.45	30	2.72	5.17	9.6	0.231
25	2.69	30	1.35	8.39	9.4	0.213
15	5.00	30	2.00	6.31	8.3	0.444
5	5.45	20	1.50	6.53	7.8	0.671
5	5.45	15	3.00	5.79	9.0	0.246

Como podemos apreciar en los resultados, sólo mejoramos muy poco los gramos de celulosa obtenidos en la -- primera serie de experimentos, estuvimos alternando tiempos y concentraciones en ambos cocimientos, notando de P y W que aún sigue habiendo degradación de las moléculas de celulosa, ésto debido quizás a que en el primer cocimiento eliminamos por completo la lignina de alguna parte de las fibras degradándose éstas con el segundo cocimiento, ésto se presenta generalmente en cocimientos donde hay concentraciones mayores al 3% en peso de NaClO, en el caso contrario, donde no hay concentraciones mayores del 3%, el bajo rendimiento en el peso de celulosa obtenida se debió -- quizás a un ataque insuficiente a la lignina, lo que trae como consecuencia que, las fibras no alcanzaron a liberarse totalmente de la capa de la lignina que las cubre y por consiguiente, no pudimos llevarlas hasta el grado de con--

vertirlas en fibrillas de celulosa que es lo que pretendíamos. Como consecuencia de esto se optó por una serie definitiva de pruebas que consistía en 3 conocimientos del bagazo, esto con el objeto de atacar a la lignina en etapas, es decir, un primer cocimiento, atacaría levemente a la lignina, llevando a ésta a un estado de "aflojamiento", un segundo cocimiento se haría con el mismo propósito que el primero, y un tercero, con el fin de liberar a las fibras de la mayor cantidad de lignina que fuera posible. Con lo anterior se pretende además evitar una degradación apreciable de las moléculas de celulosa y obtener así la mayor cantidad posible de ésta.

CAPITULO V .

DESCRIPCION DEL PROCESO DE
OBTENCION DE CELULOSA A --
PARTIR DEL BAGAZO DE CAÑA.

DESCRIPCION DEL PROCESO DE OBTENCION DE CELULOSA A PARTIR -
DEL BAGAZO DE CAÑA

Teniendo en cuenta los estudios preliminares, el -
proceso consta de los pasos indicados en la siguiente se--
cuencia:

- 1o. Muestra de bagazo homogeneizado.
- 2o. Primer cocimiento.
- 3o. Lavado del producto de primera cocción.
- 4o. Segundo cocimiento.
- 5o. Lavado del producto de segunda cocción.
- 6o. Tercer cocimiento.
- 7o. Secado del producto de tercera cocción.
- 8o. Trituración del producto de tercera cocción.
- 8o. Tamizado del producto triturado.

PRIMER PASO.- El objetivo que se persigue en este-
paso es que la muestra sea representativa de la cantidad -
total de bagazo que se tenga, para así tener repetitividad
en los resultados de los experimentos.

SEGUNDO PASO.- Aquí se pretende fundamentalmente,-
atacar de una manera no drástica a la lignina que rodea a-
las fibras, creando así, un "aflojamiento" de éstas.

TERCER PASO.- Con ésto eliminamos el líquido rema--

nente en la primera cocción, preparando así nuestro producto del primer cocimiento, para un segundo cocimiento.

CUARTO PASO.- Lo que aquí se busca es algo parecido a lo del segundo paso, sólo que ahora el ataque será un poco más profundo, queriendo con ésto, no precisamente eliminar la lignina de las fibras, sino que, el "aflojamiento" de éstas sea mayor que en el segundo paso, preparando al bagazo para una liberación total de la lignina.

QUINTO PASO.- Con ésto eliminamos el líquido remanente en la segunda cocción, preparando así nuestro producto del segundo cocimiento, para un tercer cocimiento.

SEXTO PASO.- Aquí se pretende una eliminación de la lignina del bagazo, parcialmente solubilizada en el segundo y cuarto paso.

SEPTIMO PASO.- Nuestro objetivo ahora es secar el producto de la tercera cocción, para que la celulosa obtenida finalmente en el noveno paso, esté excenta de humedad y poder cuantificar todo el experimento sobre base seca.

OCTAVO PASO.- Al secar las fibrillas de celulosa, se aglomeran junto con un polvillo celulósico proveniente del parénquima, la molienda tiene por objeto desaglomerar-

las fibrillas, para obtener un polvo de celulosa, conocido comercialmente como "flock" de celulosa.

NOVENO PASO.- Aquí se separa la celulosa y los pro ductos de mayor tamaño para la cuantificación final.

Debemos aclarar que la muestra de bagazo homogenei zada debe estar libre de humedad, y que será necesario un- factor que corrija la humedad que queda después de cada la vado que afectará a la nueva concentración de hipoclori- to usada.

CAPITULO VI

DISEÑO EXPERIMENTAL.

DISEÑO EXPERIMENTAL

VI.1. GENERALIDADES DEL EVOP SIMPLEX.....(1)

1. Definir la(s) variable(s) respuesta.
2. Definir las variables operativas.
3. Diseño experimental inicial.
 - 3.1. Definir cuál es el origen del diseño.
 - 3.2. Diseño de experimentos:

Exp. No.	$-X_1$	X_2	X_3	X_4	X_{n-1}	X_n
1	$-r_1$	$-r_2$	$-r_3$	$-r_4 \dots$	$-r_{n-1}$	$-r_n$
2	$+r_1$	$-r_2$	$-r_3$	$-r_4 \dots$	$-r_{n-1}$	$-r_n$
3	0	$+2r_2$	$-r_3$	$-r_4 \dots$	$-r_{n-1}$	$-r_n$
4	0	0	$+3r_3$	$-r_4 \dots$	$-r_{n-1}$	$-r_n$
5	0	0	0	$+4r_4 \dots$	$-r_{n-1}$	$-r_n$
\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots	\vdots
n	0	0	0	0	$(n-1)r_{n-1}$	$-r_n$
n+1	0	0	0	0	0	nr_n

El número de experimentos debe ser = n+1 donde n = número de variables.

Para el reflejo de los puntos que nos conducirán al óptimo, es necesario:

1. Cancelar el punto más alejado del objetivo.
2. Los experimentos no cancelados permitirán calcular los datos del nuevo experimento.
 - a) Sumar los valores de X_i S_i .
 - b) Dividir S_i entre n (número de variables) P_i
 - c) Duplicar los P_i .
 - d) A estos valores restarles la correspondiente X_i del experimento cancelado. Estas serán las nuevas condiciones.
3. Realizar el nuevo experimento.
4. Continuar la rutina.

CASOS EXTRAORDINARIOS

1. En caso de reflejar un punto a condiciones ya experimentadas, reflejar el experimento siguiente de orden descendente.
2. Cuando se llega a una posición en que parece ya no haber avance en el sentido de la optimización, se puede; - tomar el mejor experimento como centro (origen) de un nuevo diseño.
 - 2.2. El nuevo diseño puede mantener los rangos de varia ción estipulados originalmente, o cambiar esos ran gos, generalmente a valores más pequeños (dentro - de los límites de sensibilidad del instrumental -- del que se dispone para el control de las condicio nes de operación del proceso. En ocasiones por el-

contrario deberemos ampliar el rango de variación.

VI.2. CONDICIONES DE EXPERIMENTACION.

DEFINICION DE VARIABLES

- X_1 = Tiempo del primer cocimiento. min.
 X_2 = Concentración del primer cocimiento. %
 X_3 = Tiempo del segundo cocimiento. min.
 X_4 = Concentración del segundo cocimiento. %
 X_5 = Tiempo del tercer cocimiento. min.
 X_6 = Concentración del tercer cocimiento. %
 Y = Gramos de celulosa en polvo (flock) obtenidos.

Tomando en cuenta los estudios preliminares, se --
llegó a la conclusión de que las condiciones que ocupan el
punto central de referencia para el diseño son:

X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
15	3.3	15	3.0	15	3.0	2.33

Teniendo en cuenta la matriz del diseño definida an
teriormente (secc. 6.1, 3.2) y usando los siguientes rangos
de variación, obtenemos la tabla VI.1.

RANGOS DE VARIACION

10 min. 2% NaClO 10 min. 2% NaClO 10 min. 2% NaClO

Tabla VI.1. Diseño experimental

Exp. No.	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	Y
1	10	2.63	12.5	2.60	13.3	2.71	2.51
2	20	2.63	12.5	2.60	13.3	2.71	2.45
3	15	4.63	12.5	2.60	13.3	2.71	1.49
4	15	3.30	12.5	2.60	13.3	2.71	1.88
5	15	3.30	15.0	4.60	13.3	2.71	1.39
6	15	3.30	15.0	3.00	23.3	2.71	1.12
7	15	3.30	15.0	3.00	15.0	4.71	1.27

En la séptima columna podemos ver los resultados de los experimentos, de donde deducimos que, el más alejado del óptimo es el experimento número seis, por lo que -- procedemos a reflejarlo de la manera explicada en la sección VI.1.

$$S_1 = 10 + 20 + 15 + 15 + 15 \\ = 90$$

$P_1 = 90/6$, duplicando P_1 y restando X_1 cancelada obtenemos nuestra nueva X_1 .

$$X_1 = 15$$

$$S_2 = 2.63 + 2.63 + 4.63 + 3.3 + 3.3 + 3.3 \\ = 19.79$$

$P_2 = 19.79/6$, duplicando P_2 y restando X_2 cancelada, obte-

nemos nuestra nueva X_2 .

$$X_2 = 3.3$$

$$S_3 = 12.5 + 12.5 + 12.5 + 22.5 + 15 + 15 \\ = 90$$

$P_3 = 90/6$, duplicando P_3 y restando X_3 cancelada, obtenemos nuestra nueva X_3 .

$$X_3 = 15$$

$$S_4 = 2.6 + 2.6 + 2.6 + 2.6 + 2.6 + 4.6 + 3.0 \\ = 18$$

$P_4 = 18/6$, duplicando P_4 y restando X_4 cancelada, obtenemos nuestra nueva X_4 .

$$X_4 = 0.86$$

$$S_5 = 13.3 + 13.3 + 13.3 + 13.3 + 13.3 + 15 \\ = 81.5$$

$P_5 = 81.5/6$ duplicando P_5 y restando X_5 cancelada, obtenemos nuestra nueva X_5 .

$$X_5 = 17.2$$

$$S_6 = 2.71 + 2.71 + 2.71 + 2.71 + 2.71 + 4.71 \\ = 18.26$$

$P_6 = 18.26/6$, duplicando P_6 y restando X_6 cancelada obtenemos nuestra nueva X_6 .

$$X_6 = 3.38$$

Con el reflejo del experimento seis, obtenemos un nuevo experimento (experimento ocho), cuyas condiciones de operación son:

Exp. No.	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
8	15	3.3	15	0.86	17.2	3.38	3.00

De los experimentos 1, 2, 3, 4, 5, 7 y 8 vemos que el más alejado ahora, de nuestro objetivo, es el experimento número 7, cuyo reflejo nos lleva a unas nuevas condiciones de operación que son:

Exp. No.	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
9	15	3.3	15	1.75	16.3	0.93	1.94

Siguiendo nuevamente nuestra metodología de reflejar los puntos más alejados de nuestro objetivo, cancelamos nuestro quinto experimento, llegando a las siguientes condiciones de operación:

Exp No.	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
10	15	3.3	15	1.34	5.6	2.34	3.20

Después de esta serie se pudo observar que, de una $Y=2.33$, avanzamos hasta una $Y=3.20$, por lo que procedimos a tomar este punto como centro de un nuevo diseño, tenemos así entonces, para los mismos rangos de variación, la tabla VI.2, que nos muestra nuestra serie de experimentos -- nueva, así como los reflejos correspondientes a cada dato:

Tabla No. VI.2. Diseño experimental y reflejo de puntos, -
obtenidos a partir del dato en que $Y=3.20$

Exp. No.	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y	Reflejo
1	10.0	2.63	12.5	1.00	3.30	2.01	1.60	3
2	20.0	2.63	12.5	1.00	3.30	2.01	1.38	2
3	15.0	4.63	12.5	1.00	3.30	2.01	2.26	6
4	15.0	3.30	22.5	1.00	3.30	2.01	1.13	1
5	15.0	3.30	15.0	3.00	3.30	2.01	2.77	
6	15.0	3.30	15.0	1.40	13.3	2.01	2.60	
7	15.0	3.30	15.0	1.40	5.0	3.89	2.10	4
8	15.0	3.30	5.0	1.93	7.2	2.64	2.95	
9	8.3	4.19	12.5	2.24	8.5	2.85	2.27	
10	17.8	4.71	12.5	2.66	10.2	3.13	1.75	5
11	13.7	4.51	9.2	2.68	10.3	1.00	2.28	
12	9.5	3.03	10.6	1.42	5.1	1.04	1.72	7
13	10.5	2.58	9.9	3.22	12.6	1.84	1.80	8
14	16.3	4.03	11.6	3.40	13.3	3.08	1.04	
15	17.3	4.96	12.9	1.66	6.0	2.69	2.50	

Los primeros siete experimentos, constituyen el diseño original, que se hizo a partir del experimento en que se obtuvo una $Y = 3.20$, los experimentos restantes son los reflejos que se fueron haciendo de acuerdo a la Y de menor valor, la columna de la derecha representa el orden en que se hicieron dichos reflejos, es decir, el experimento número ocho, es reflejo del experimento número cuatro, el nueve del dos, el diez del uno, el once del siete, el doce del diez. etc.

CAPITULO VII

INTERPRETACION DE RESULTADOS

INTERPRETACION DE RESULTADOS

De los resultados anteriores podemos ver que, después de 8 reflejos, nuestros gramos de celulosa no han rebasado los 3.2 gramos de nuestro punto central de origen - por lo que podemos decir que hemos llegado a un punto del diseño donde ya no nos es posible avanzar en sentido ascendente por lo que podemos considerar a las condiciones en que nuestra variable respuesta $Y = 3.2$, como las condiciones deseadas de experimentación, ya que es el punto donde obtenemos la mayor cantidad de celulosa posible, siendo éste el objetivo que perseguíamos.

Como se mencionó al final del capítulo V, será necesario un factor que corrija la cantidad de agua remanente después de cada escurrimiento para encontrar las condiciones reales de experimentación, este factor se calculará en base a la relación agua/bagazo después de cada escurrimiento; se estuvo midiendo esta relación durante los experimentos, llegando a obtener una relación promedio de:

$$\text{Relación ml. agua / gr. bagazo} = 8.00$$

Nuestras condiciones originales son:

X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
15.0	3.30	15.0	1.34	5.6	2.34	3.20

que después corregidas con el factor quedan:

X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	Y
15.0	3.30	15.0	1.04	5.6	1.92	3.20

quedando estas últimas como las condiciones reales óptimas del proceso, y a las cuales se deberá trabajar si queremos obtener, por este proceso, la mayor cantidad de celulosa - posible.

Un análisis del bagazo nos dió los siguientes resultados:

Humedad = 5.57%

Celulosa total = 44.9 %

De los 14.4 gr. usados en el experimento, se obtuvieron 3.0 gr. de celulosa (base seca), deduciéndose de ésto que, obtuvimos un 47.3% de la celulosa total posible, - ya que sólo 6.47 gr. de los 14.4 gr. totales de bagazo - - eran celulosa.

Un análisis de la celulosa obtenida en el experi--mento nos dió los siguientes resultados:

Humedad = 3.43%

Cenizas = 0.82 %

Tamaño de las fibras = pasan malla 80x80.

Se determinaron además, los gramos de bagazo resi-

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

duales totales en el experimento, siendo éstos:

Gramos de bagazo residuales = 3.9

Estos gramos representan la cantidad de bagazo que no fue atacada adecuadamente para la liberación total de las fibrillas, así como la cantidad de sustancias no celulósicas remanentes en el experimento.

De la cantidad de bagazo que no fue atacada podemos obtener un poco más de celulosa, pudiendo así mejorarse la cantidad de ésta.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

1. El proceso es efectivo en un 47.30 %.
2. La cantidad de agua remanente después de cada escurrimiento, afecta la concentración de NaClO del siguiente cocimiento.
3. La cantidad de bagazo residual en el experimento, puede ser empleada en un experimento posterior en un cuarto o quinto cocimiento, ya que lleva con anterioridad tres - cocimientos. Con ésto podríamos aprovechar más el bagazo y aumentar, desde luego, la cantidad de celulosa.
4. Se cumplieron dos objetivos que eran:
 - a) Optimizar el proceso mediante el método Simplex.
 - b) Crear una fuente alternativa de obtención de celulosa.

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1. Box G.E.P. and Draper, N.R.
EVOLUTIONARY OPERATION A STATISCAL METHOD
FOR PROCESS.

2. Kreysig, E.
INTRODUCCION A LA ESTADISTICA MATEMATICA
PRINCIPIOS Y METODOS
Editorial Limusa, (1978).

3. Morrison y Boyd.
QUIMICA ORGANICA
Fondo Educativo Interamericano, (1978).

4. Murillo Héctor.
QUIMICA ORGANICA
Editorial ECLALSA, (1968).

5. Rodríguez, Ferdinand.
PRINCIPIOS DE SISTEMAS DE POLIMEROS
Editorial Manual Moderno, (1984).

6. Libby, C.E.
CIENCIA Y TECNOLOGIA SOBRE PULPA Y PAPEL
Editorial C.E.C.S.A., (1982).

· A P E N D I C E S

APENDICE 1.- DETERMINACION DE LA SOLUBILIDAD DEL BAGAZO
EN ALCOHOL-BENCENO.

REACTIVOS: 100 ml. de mezcla alcohol-benceno 1:2
(33.33 ml. Alcohol 96°, 66 ml. Benceno Q.P.)

APARATOS: Soxhlet con matraz de 500 ml.

Baño de temperatura constante.

PROCEDIMIENTO: 1 gr. de bagazo previamente secado y determinada su humedad, se coloca en el recipiente Soxhlet, en el matraz se colocan los 100 ml. de la mezcla Alcohol-Benceno, se arma el Soxhlet conectando el refrigerante a la toma de agua. El sistema se introduce al baño María a temperatura constante, manteniendo ésta a 83°C para que el reflujo se mantenga constante. Se verifica la extracción durante 6 horas., a partir del momento en que cae la primera gota de solvente en el bagazo. Al terminar la extracción se saca el bagazo, dejándolo secar al aire entre hojas de papel filtro, para después pesarlo en pesafiltros previamente tarado, secando en la estufa a los 105°C hasta peso constante. El extracto obtenido se concentra por destilación al vacío en un evaporador rotatorio, se pesa el residuo y con él se calcula el porcentaje soluble en Alcohol-Benceno.

DETERMINACION DE CELULOSA TOTAL EN EL BAGAZO

Se toma un gramo de bagazo al que previamente se le determinó su solubilidad en Alcohol-Benceno. Se coloca en un matraz de 200 ml. con boca esmerilada, se le añaden 100-ml. de solución al 2% de Na_2SO_3 . Se deja hervir con reflujo durante 10 min., calentando el matraz con una manta eléctrica al cabo de ese tiempo se filtra y lava con agua destilada y caliente. La pulpa lavada se pasa al matraz de 200-ml. añadiendo 100 ml. de agua destilada, 5 ml. de NaClO y 2 ml. de H_2SO_4 al 20%, se agita y se deja actuar durante 10 min., se filtra y se lava con agua destilada caliente. Se repite el tratamiento cuantas veces sea necesario, hasta -- que la reacción de More no da coloración rojiza. (Se coloca en la estufa a 105-110°C y se seca hasta peso constante, se pesa). Antes de colocar en la estufa, se enjuaga perfectamente con alcohol y después con acetona, se escurren ambos, se seca en la estufa a 105°C y se pesa. Para W total, añadir el % correspondiente de Alcohol-Benceno.

DETERMINACION DE HIPOCLORITO DE SODIO

Se toman 15 ml. de una muestra de NaClO y se diluyen a 200 ml. con agua destilada. De esta disolución se toman 50 ml. a los cuales se añaden 3 gr. de KI disueltos en 10 ml. de agua, se agita la solución y se agregan 10 ml. de ácido acético glacial. Esta mezcla se titula con tiosulfato de sodio 0.1 N hasta la casi desaparición del color café obscuro se agregan 5 ml. de solución indicadora de almidón, se forma una solución azul obscuro, la cual se sigue titulando con tiosulfato de sodio hasta obtener un color transparente permanente.

PM. NaClO = 74.5 gr./mol.

Número de diluciones

de la muestra original = $250/50 = 5$

Número de miliequivalentes

de hipoclorito = 2000

N = Normalidad del tiosulfato

V = Volumen de tiosulfato usado en la titulación

Gramos de NaClO totales = $\frac{N \times V \times \text{PM.} \times 5}{2000}$

Porcentaje de hipoclorito en la muestra = $\frac{\text{gr. de NaClO tot.}}{15 \text{ ml. de NaClO}}$

Los 15 ml. del denominador de la última ecuación son los 15 ml. de muestra de hipoclorito originales.