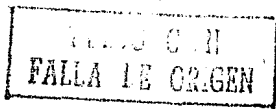


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA
INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



**OBTENCION DE PULPA DE CELULOSA A PARTIR DE
LA PENCA DEL AGAVE TEQUILANA.**

TESIS PROFESIONAL

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

JOSE HUMBERTO LLANOS LOPEZ

GUADALAJARA, JALISCO. 1983



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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 esta 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

	Página
INTRODUCCION	1
CAPITULO 1	
GENERALIDADES SOBRE EL AGAVE TEQUILANA	2
1.1 Descripción Botánica	3
1.2 Producción Anual	5
1.3 Usos	
CAPITULO 2	
GENERALIDADES SOBRE CELULOSA	6
2.1 Química de la celulosa	7
2.1.1 Química de la Lignina	9
2.2 Pulpa de Celulosa	10
2.3 Aplicaciones de la Celulosa	11
CAPITULO 3	
DESCRIPCION DEL PROCESO DE PULPEO	12
3.1 Desfibrado	13
3.2 Cocimiento	13
CAPITULO 4	
SIMPLEX EVOP.	15
4.1 Generalidades sobre el SIMPLEX EVOP.	16
CAPITULO 5	
DISEÑO EXPERIMENTAL	19
5.1 Selección de Condiciones.	20
5.2 Definición de la Variable Respuesta	20
5.3 Diseño	21

CAPITULO 6	
RESULTADOS	24
6.1 Resultados Experimentales	25
6.2 Condiciones Optimas	32
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	34
BIBLIOGRAFIA	35
APENDICES	37

INTRODUCCION

En trabajos preliminares, tratando de aprovechar la fibra del Agave para la fabricación de papel, se han encontrado que las siguientes condiciones de operación Na_2SO_3 = 30 %, NaOH = 6 %, Temperatura = 180°C , Tiempo = 4 horas, son las que dan mejores rendimientos. (1)

La pulpa obtenida tiene buenas características para la manufactura de papel, pero se encuentra la celulosa impurificada, principalmente por lignina. Esta pulpa celulosa, eliminándole la lignina, puede ser utilizada como celulosa química (α - celulosa) para la manufactura de derivados, como el rayón, metilcelulosa, carboximetilcelulosa, entre otros.

El presente trabajo trata de encontrar condiciones de operación nos producirán una pulpa de celulosa con el más bajo contenido de lignina posible.

Una medida de la pureza de la pulpa, en cuanto a su contenido de lignina se refiere, es el número de Kappa - definido en el párrafo 5.2, el cual utilizaremos como la variable a optimizar. Para encontrar las condiciones de operación empleamos la técnica de optimización propuesta por el Dr. G.E.P. Box y conocida como "SIMPLEX EVOP". (2)

La razón de la presente investigación es buscar cómo aprovechar industrialmente la peca del Agave Tequilana, ya que, cultivándose alrededor de 310,600 toneladas en el año de 1983 en el Estado de Jalisco, las pecas que constituyen alrededor del 50 al 60 % del peso de la planta, se dejan tiradas en el campo en el lugar del corte y solamente se aprovecha la cabeza para la manufactura del Tequila.

C A P I T U L O 1

GENERALIDADES SOBRE EL AGAVE TEQUILANA

1.1 DESCRIPCION BOTANICA

El Agave Tequilana, comúnmente conocido como ma - guey, pertenece a la familia de las Amarilidáceas, es una - planta muy común en la región de Tequila, Jalisco.

La planta consta de: una raíz fibrosa, un tallo - grueso y corto, de donde salen las hojas (pencas) que están colocadas una muy junto a la otra, formando una roseta.

Las hojas son de color verde ceniciento, angostas, pulposas, cóncavas, alargadas, rígidas y están provistas de pecíolo- Las hojas están provistas de espinas triangulares en los bordes y de una aguda púa terminal, que le sirve de protección contra los animales, además, están recubiertas - por una epidermis apergaminada muy resistente.

El tamaño de las hojas varía desde 1.2 hasta 2.0 - metros de largo y de 10 a 15 cm. de ancho, cuando están en - edad adulta.

Al centro de la roseta aparece un tallo o eje flo - ral llamado quiote, que, cuando se inicia el período de flo - ración, dicho tallo crece unos 3.0 metros o más, y tiene en su parte superior varios grupos de flores en forma de racimos, las flores son hermafroditas y el fruto es una cápsula trilocular con numerosas semillas comprimidas de color ne - gruzco- Las semillas en las especies cultivadas, por lo ge - neral son estériles, por lo que el cultivo o propagación se realiza por los hijuelos que nacen alrededor de la base de - las plantas adultas.

Para llevar a cabo el cultivo, se sacan los hijue - los que nacen a los lados de las plantas adultas y se ponen a la intemperie durante algunas semanas, para que pierdan -

La humedad que traigan, ya que es perjudicial; después de -
lo anterior, están listos para ser cultivados.

El cultivo se realiza abriendo hoyos de 30 x 30 -
x 30 centímetros, en donde se colocan los hijuelos. La ---
plantación se realiza en la época de secas.

Esta planta está acostumbrada a vivir en terrenos
pobres y poco húmedos, ya que con un poco de agua tiene pa-
ra poder desarrollarse normalmente. Con el agua que absor-
be forma una especie de mucílago, que almacena en sus hojas
y le sirve como reserva, y la epidermis que la recubre evi-
ta su evaporación.

Esta planta florece una sola vez en su vida, la-
cual varía de 6 a 8 años en las especies cultivadas y un -
poco más en las especies silvestres. (3)

1.2 PRODUCCIÓN ANUAL

Producción del Agave Tequilana en el Estado de Jalisco

ANOS	VOLUMEN (Toneladas/año)
1960	72,427 *
1961	80,550
1962	98,950
1963	98,650
1964	115,150
1965	126,750
1966	133,200
1967	141,200
1968	143,650
1969	146,502
1970	148,850
1971	159,896 **
1972	165,176
1973	170,172
1974	180,722 ***
1975	191,927
1976	203,826
1977	216,464
1978	229,885
1979	244,137
1980	259,274
1981	275,349
1982	292,421
1983	310,551
1984	329,805

* La fuente de información desde 1960 hasta 1970, fue la Dirección General de Economía, S.A.C.

** Los datos de 1971 a 1973 fueron calculados por PLAT -- (Plan Lerma Asistencia Técnica). [4]

*** Los datos de 1974 a 1984 se calcularon como se indican en el Apéndice C.

C A P I T U L O 2

GENERALIDADES SOBRE CELULOSA

2.1 QUÍMICA DE LA CELULOSA

La celulosa es el principal constituyente de las paredes de las plantas, exceptuando las de los hongos y algunas algas.- El contenido de celulosa va de acuerdo al tipo de planta, ya que la planta también contiene: lignina, hemicelulosa, sustancias pécticas, grasas, ceras, gomas, almidón, residuos proteínicos y muchos otros componentes orgánicos de gran complejidad, así como materias minerales.

Es un polisacárido lineal compuesto de unidades de D-glucosa anhidra, unidas por 1 --- 4 β - D - ligazones-glucosídicas; todas las unidades de la molécula están unidas de principio a fin para formar una cadena larga.- Al número total de moléculas unidas, comprendiendo la molécula polimérica se le llama grado de polimerización (DP), y debido a que lo largo de la cadena es proporcional al DP, se deduce que el DP y lo largo de la cadena se pueden usar para describir la extensión de la molécula.

La estructura de la figura #1 representa una molécula de celulosa idealizada; en la práctica, algunos grupos primarios de alcohol (CH_2OH) pueden ser oxidados a grupos carboxil (COOH), cuando ha ocurrido esto en extensiones --- apreciables, la sustancia es conocida como oxiceululosa. -- Aunque la pérdida de dióxido de carbono, de los grupos carboxil convertirla el residuo de azúcar en anhidro-xilosa, es muy probable que existan unos pocos residuos a lo largo de toda la cadena, pero también una pequeña proporción de estos residuos pueden cambiar considerablemente las propiedades tecnológicas de la cadena.

El estudio de la estructura de la celulosa con -- ayuda de los rayos X, nos indica que las moléculas de celulosa se encuentran dispuestas con regularidad cristalina, -- separadas no por linderos precisos, sino por regiones amor-

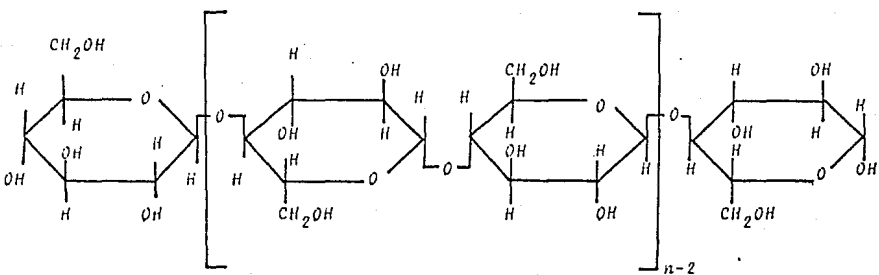


Fig. # 1

MOLECULA DE CELULOSA

FORMULA MOLECULAR DE LA CELULOSA $(C_6H_{10}O_5)_n$

fas que tienen disposición más irregular que las moléculas de celulosa.

La celulosa, no obstante ser higroscópica, no se disuelve en agua, pero sí en soluciones concentradas de ácidos minerales fuertes (ácido sulfúrico de 72 %, ácido clorhídrico de 40 %), en hidróxido de sodio, que es probablemente el mejor disolvente entre los hidróxidos alcalinos.

El mejor disolvente de la celulosa es la solución de hidróxido de cupramonio, llamada también solución de cupramonio.

La densidad de la celulosa en una sola fibra no es uniforme y puede ser modificada según el tratamiento químico, también posee dos índices de refracción y se le llama doble refracción a la diferencia entre las refracciones -- axial y transversa.-- Las fibras de celulosa son fluorescentes a la luz ultravioleta.

La celulosa es un carbohidrato no reductor e insípido y casi todas sus propiedades se deben, en parte, a que su peso molecular es extremadamente grande. (5)

2.1.1. QUÍMICA DE LA LIGNINA

La lignina es otro de los componentes principales del cual es importante conocer su estructura y propiedades químicas, por las razones siguientes:

- a) Tener conocimiento del efecto de la lignina en las propiedades físicas, como permeabilidad y la estabilidad dimensional.
- b) Para explicar las diferencias en las propiedades de las plantas, entre diferentes especies y dentro de las mismas especies.

- c) Para proporcionar una base firme en el conocimiento, mejoramiento y desarrollo de procesos de manufactura de pulpa, papel y otros productos.
- d) Para marcar nuevas trayectorias que nos den una utilización completa de los subproductos de la lignina.

A pesar de la gran cantidad de investigaciones -- que se han realizado, aún no se conoce exactamente la estructura de la lignina, debido a que: es un polímero que no se puede convertir en sus partes de monómeros, con buen rendimiento, y sin que haya alteración de las unidades estructurales; las unidades estructurales del polímero de lignina no son todas de idéntica estructura y no están ligadas una a otra; y también a que es difícil aislar la lignina completamente sin que se altere la estructura de los demás componentes.

2.2 PULPA DE CELULOSA

Es el material intermedio, preparado para los procesos que se requiera, puede ser sin blanquear o ya blanqueada, en forma de hojas o de rollos secos, en forma de paquetes húmedos, o de cualquiera otra forma apropiada para fines comerciales.

Las pruebas químicas que están destinadas a evaluar el contenido de celulosa y de lignina, son métodos empíricos. -- Para la celulosa el método TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry) T-205 y T-230, que miden la viscosidad. -- Para el contenido de lignina existen varios métodos como: el número de Permanganato, T-214; el número de Cloro de Roe, T-202; y el número de Kappa T-236, que es el usado en este trabajo.

Algunas pruebas físicas para saber la calidad de-

la pulpa son: color, blancura, longitud de fibra, humedad, etc.

Existen diferentes procedimientos para la obtención de pulpa.— Algunos son los siguientes: Pulpa al Sulfito, también conocida como Pulpa Kraft: se hace la cocción con hidróxido de sodio y una cierta cantidad de sulfuro de sodio; Pulpa al Sulfito, aquí se trata la materia prima con soluciones de bisulfito y ácido sulfuroso, con base de magnesio; Pulpa Semiquímica, es un proceso que implica el ablandamiento de las astillas con ácido sulfuroso o bisulfito, -seguido por fricción o molienda para convertirlas en pulpas (6).

2.3 APLICACIONES DE LA CELULOSA

Su principal aplicación, es en la industria para la fabricación de papel.

Aunque también sus derivados tienen bastante aplicación, por ejemplo: La nitrocelulosa que se utiliza para la fabricación de pólvora sin humo, películas, plásticos de celuloide; el acetato de celulosa que reemplazó a la nitrocelulosa en la fabricación de películas de seguridad, para la fabricación de rayón; los derivados metálicos, etílicos y bencílicos, que son importantes en la producción de textiles, películas y diversidad de objetos de plástico.

Otros usos de los derivados de la celulosa en la industria farmacéutica son: La hidróxipropil metilcelulosa que se usa como agente de suspensión; la celulosa microcristalina, que se usa para la compresión de tabletas, y algunos otros, como la oxixelulosa, la acetilcelulosa, etc.

C A P I T U L O 3

DESCRIPCION DEL PROCESO DE PULPEO

3.1 DESFIBRADO

En este paso es donde se elimina por completo toda la carnaza que protege la fibra de la penca.

Para el cocimiento de las pencas se utiliza un AUTOCLAVE (Ver Apéndice A).

Los pasos a seguir previos al desfibrado son:

- a) Molienda de las pencas, para quitarle todo el jugo que contiene la penca.
- b) Cocimiento de la penca, a la presión de 45 lbs/plg² y - 60 minutos, utilizando un AUTOCLAVE (Ver Apéndice A).
- c) Molienda de la penca para la eliminación por completo - de todo el jugo y el agua que absorba durante el cocimiento.

Después de esto viene el desfibrado, que es donde se le elimina por completo toda la carnaza que protege la - fibra de la penca, utilizando un desfibrador rotatorio, dejando la fibra completamente limpia. (7).

3.2 COCIMIENTO

El paso de cocción es la siguiente fase después - de la obtención de fibra.

En este paso se busca remover todas las substancias que no sean celulosa, principalmente la lignina.

Aquí se logra, en ocasiones, un grado aceptable o a veces completo de la pulpa, que queda lista para los pa -

sos posteriores.

La cocción se realiza adentro de un AUTOCLAVE -- (Ver Apéndice A), usando una mezcla de sulfito de sodio -- (Na_2SO_3) e hidróxido de sodio (NaOH), disueltos en agua -- (H_2O), en los porcentajes posteriormente indicados en la sección 5.1.- Selección de Condiciones.

La relación de licor usada para la elaboración de este trabajo es de 1 : 40 (por cada gramo de pulpa se colocarán 40 mililitros), por la disponibilidad de la fibra y la forma del Autoclave, pero en la industria se usan otras relaciones.

Todas las soluciones se utilizarán cuando estén completamente disueltas.

La pulpa que aquí se obtendrá no es para la fabricación de papel, sino para celulosa química.

C A P I T U L O 4

SIMPLEX EVOP

4.1 GENERALIDADES SOBRE EL SIMPLEX EVOP

La planeación del SIMPLEX sigue los pasos siguientes:

- Elección de las variables independientes que van a ser variadas en el proceso, y que se puedan controlar. (Ver Inciso 5.1).
- Elección de la variable dependiente que se desea optimizar (variable respuesta). (Ver Inciso 5.2).
- Definición de los límites de variación para las variables independientes, tales como seguridad del proceso o calidad. (Ver Inciso 5.1).
- Definición de las condiciones iniciales de las variables independientes. (Ver Inciso 5.1).

El número de experimentos es uno más que el número de variables independientes. (No. Exp. = $n + 1$).

Se calculan por medio de la siguiente tabla:

EXPERIMENTO	VARIABLES				
#	X_1	X_2	X_3	X_4	X_n
1	$-A_1$	$-A_2$	$-A_3$	$-A_4$	$-A_n$
2	$+A_1$	$-A_2$	$-A_3$	$-A_4$	$-A_n$
3	0	$+2A_2$	$-A_3$	$-A_4$	$-A_n$
4	0	0	$+3A_3$	$-A_4$	$-A_n$
5	0	0	0	$+4A_4$	$-A_n$
6	0	0	0	0	$-A_n$
.
$n+1$	0	0	0	0	$+nA_n$

donde n = número de factores (variables independientes).

A_i = variación de la variable A sobre el valor inicial (0, 0).

e) Definición de la manera en que van a ser calculados los experimentos independientes.

Esta operación consiste en reflejar el experimento cuya variable respuesta haya resultado menos conveniente (X_n).

Se realiza en la siguiente forma:

i) Se calcula el promedio de los valores de cada una de las variables, en los experimentos seleccionados como aceptables.

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

ii) Este promedio se duplica: $2\bar{X}_i$

iii) Se le resta el valor de la variable correspondiente - que va a reflejarse (X_n), obteniéndose en esta forma - el valor de esa variable en el nuevo experimento --- (X_{n+1}^*).

$$X_{n+1}^* = 2\bar{X}_i - X_n$$

Se siguen reflejando experimentos hasta encontrar las condiciones óptimas.

Para cada grupo de condiciones se hace su reconocimiento (variable respuesta), y tomando como base esta in-

formación se calculan las nuevas condiciones.

Se tiene una alta probabilidad de que las nuevas condiciones sean de mejor rendimiento al efectuar el reconocimiento de la variable respuesta.

Tiene dos características principales:

- a) No es conveniente repetir observaciones para tratar de disminuir el error.
- b) Entre mayor sea el número de variables independientes, mayor será la eficiencia de la técnica.

En caso de que la variable respuesta para el nuevo experimento no sea mejor, se podrá:

- a) Reflejar otro punto.
- b) Diseñar otro SIMPLEX con centro en las mejores condiciones encontradas.
- c) Reducción de los límites de variación de las variables independientes. (2)

C A P I T U L O 5

DISEÑO EXPERIMENTAL

5.1 SELECCIÓN DE CONDICIONES

Se escogen como variables independientes X_1 = concentración de sulfito de sodio, X_2 = concentración de hidróxido de sodio, X_3 = presión y X_4 = tiempo.

Las condiciones iniciales para el sulfito de sodio (Na_2SO_3), hidróxido de sodio (NaOH), presión y tiempo - se tomaron de un estudio que se realizó en Japón sobre el - Agave Tequilana [1] y son:

(X_1) Sulfito de Sodio (Na_2SO_3)	15 % en peso
(X_2) Hidróxido de Sodio (NaOH)	6 % en peso
(X_3) Presión	70 lbs/plg ²
(X_4) Tiempo	240 minutos

Los límites de variación se establecen con objeto de cubrir un rango experimental que permita estudiar condiciones diferentes, como concentración de sulfito de sodio - entre 5 % y 25%, etc.

Se consideran adecuados los siguientes:

Para el sulfito de sodio	$\Delta X_1 = \pm 10$ % en peso
Para el hidróxido de sodio	$\Delta X_2 = \pm 6$ % en peso
Para la presión	$\Delta X_3 = \pm 40$ lbs/plg ²
Para el tiempo	$\Delta X_4 = \pm 100$ minutos

5.2 DEFINICIÓN DE LA VARIABLE RESPUESTA

La variable dependiente o respuesta será el número de Kappa, que se define, como el número de centímetros - cúbicos de KMnO_4 , 0.1 N, consumidos por un gramo de pulpa, - libre de humedad, bajo condiciones normales.

El número de Kappa es una de las formas indirectas para conocer el contenido de lignina en la pulpa, fue por lo que se escogió ésta como la variable respuesta, ya que la lignina es la impureza que se requiere remover, para así obtener una mejor pulpa de celulosa como fuente de celulosa química (α - celulosa) para utilizarse en la fabricación de derivados celulósicos sintéticos (acetado de celulosa, carboximetil celulosa, etc.).

El procedimiento será el TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry) T - 236 os - 76 (Ver Apéndice B).

5.3 DISEÑO

El número de experimentos será $n + 1$, en donde n es el número de variables, 4 en nuestro caso, por lo que se diseñarán 5 experimentos.

La matriz de diseño quedará de la manera que sigue:

Exp. #	X_1	X_2	X_3	X_4
1	$-A_1$	$-A_2$	$-A_3$	$-A_4$
2	$+A_1$	$-A_2$	$-A_3$	$-A_4$
3	0	$+2A_2$	$-A_3$	$-A_4$
4	0	0	$+3A_3$	$-A_4$
5	0	0	0	$+4A_4$

VARIABLE X_1 :

Sus límites de variación van desde $-A_1$ hasta $+A_1$, ó lo que es lo mismo $2A_1$.

Esta variación debe ser 10% según quedó establecido, de donde:

$$2A_1 = 10\% \quad A_1 = 5\%$$

VARIABLE X_2 :

Sus límites de variación van desde $-A_2$ hasta $+2A_2$ o lo que es lo mismo $3A_2$

La variación debe ser 6 % según quedó establecido, de donde:

$$3A_2 = 6\% \quad A_2 = 2\%$$

VARIABLE X_3 :

Sus límites de variación van desde $-A_3$ hasta $+3A_3$ o lo que es lo mismo $4A_3$.

Esta variación debe ser 40 lbs/plg², según quedó establecido, de donde:

$$4A_3 = 40 \text{ lbs/plg}^2 \quad A_3 = 10 \text{ lbs/plg}^2$$

VARIABLE X_4 :

Sus límites de variación van desde $-A_4$ hasta $+A_4$, o lo que es lo mismo $5A_4$.

La variación debe ser 100 minutos, según quedó establecido, de donde:

$$5A_4 = 100 \text{ minutos} \quad A_4 = 20 \text{ minutos}$$

Una vez establecidos los valores de A_1 , A_2 , A_3 y A_4 , los aplicamos a la matriz de diseño, tomando en cuenta las condiciones iniciales establecidas antes, quedando para el experimento # 1 :

Exp. #	% en peso Na_2SO_3 X_1	% en peso NaOH X_2	Presión en Lbs/plg^2 X_3	Tiempo en minutos X_4
1	15 - A_1	6 - A_2	70 - A_3	240 - A_4
2	15 - 5	6 - 2	70 - 10	240 - 20
1	10 %	4 %	60 lbs/plg^2	220 min.

En la misma forma para los demás experimentos, --
quedando finalmente:

Exp. #	% en peso Na_2SO_3 X_1	% en peso NaOH X_2	Presión en Lbs/plg^2 X_3	Tiempo en minutos X_4
1	10	4	60	220
2	20	4	60	220
3	15	10	60	220
4	15	6	100	220
5	15	6	70	320

C A P I T U L O 6

R E S U L T A D O S

6.1 RESULTADOS EXPERIMENTALES

El procedimiento para determinar el número de --- Kappa que se detalla en el apéndice B, utiliza las fórmulas que siguen:

$$\text{Log } K = \text{Log } p/w + 0.00093 (p - 50)$$

$$p = \frac{(b - a) N}{0.1}$$

donde:

K = Número de Kappa.

w = Gramos de pulpa libre de humedad, utilizados en la muestra (3.5 gramos).

N = Normalidad del Tiosulfato de Sodio (0.2 N).

b = Cms³ de Tiosulfato de Sodio (0.2 N), consumidos en la determinación del blanco.

p = Cms³ de KMnO₄ (0.1 N), actualmente consumidos por la muestra de prueba.

a = Cms³ de Tiosulfato de Sodio (0.2 N), consumidos por la muestra de prueba.

Los valores encontrados en nuestros experimentos se muestran en la siguiente tabla.

# Exp.	b (ml)	w (gr)	a (ml)	K
1	46.45	3.5	34.525	6.44
2	46.45	3.5	30.175	8.96
3	46.45	3.5	40.625	3.07
4	46.45	3.5	39.525	3.66
5	46.45	3.5	42.40	2.12

Quedando el diseño, ya con los resultados, de la manera que sigue:

# Exp.	X_1	X_2	X_3	X_4	K
1	10	4	60	220	6.44
2	20	4	60	220	8.96
3	15	10	60	220	3.07
4	15	6	100	220	3.66
5	15	6	70	320	2.12

Se aplica el método para reflejar el punto más malo, en este caso el experimento # 2 (ver cálculos en el --- Apéndice D) y se calcularon las condiciones del siguiente experimento:

Exp. #	% Na_2SO_3 X_1	% NaOH X_2	Presión en lbs/plg ² X_3	Tiempo en minutos X_4	a (ml)	K
6	7.5	9	85	270	54.35	6.54

Las últimas columnas muestran los resultados de esta prueba.

Como no es mejor que algunos de los demás puntos se reflejará el Experimento # 1, 2^o más alto de las pruebas iniciales (ver cálculos en el Apéndice D), y se encuentran los valores para el Experimento # 7.

Exp. #	% Na ₂ SO ₃ X ₁	% NaOH X ₂	Presión en lbs/plg ² X ₃	Tiempo en minutos X ₄	a (mL)	K
7	16.25	11.5	97.5°	295	23.5	12.99

Observamos que el valor de K, va aumentando. Tomaré como centro el mejor punto y haré el diseño alrededor de ese punto, reduciendo también los límites de variación, quedando:

X₁ = 15 % Na₂SO₃ en peso. Límite de variación ΔX₁ = ± 6 %

X₂ = 6 % NaOH en peso. Límite de variación ΔX₂ = ± 3 %

X₃ = 70 lbs/plg² Límite de variación ΔX₃ = ± 20 lbs/plg²

X₄ = 320 minutos Límite de variación ΔX₄ = ± 50 minutos

Siguiendo los mismos pasos que en la parte 5.3, se sacan los valores de A₁, A₂, A₃ y A₄. Por ejemplo, para X₁ los límites van desde -A₁ hasta +A₁, δ, lo que es lo mismo, 2A₁, y la variación es de 6 %, según quedó establecido. De donde:

$$2A_1 = 6 \%$$

$$A_1 = 3 \%$$

de la misma manera se sacan los demás, quedando:

$$A_1 = 3 \% \text{ Na}_2\text{SO}_3$$

$$A_2 = 1 \% \text{ NaOH}$$

$$A_3 = 5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$A_4 = 10 \text{ minutos}$$

Una vez establecidos los valores de A_1 , A_2 , A_3 y A_4 , se aplican a la matriz de diseño, tomando en cuenta las condiciones iniciales establecidas anteriormente, quedando para el Experimento # 8:

Exp. #	% en peso de Na_2SO_3 X	% en peso de NaOH X	Presión ₂ en Lbs/plg ² X	Tiempo en minutos X
8	15 - A_1	6 - A_2	70 - A_3	320 - A_4
8	15 - 3	6 - 1	70 - 5	320 - 10
8	12	5	65	310

De la misma forma se hace para los demás experimentos, quedando finalmente:

Exp. #	% en peso de Na_2SO_3 X_1	% en peso NaOH X_2	Presión ₂ en Lbs/plg ² X_3	Tiempo en minutos X_4
8	12	5	65	310
9	18	5	65	310
10	15	8	65	310
11	15	6	85	310
12	15	6	70	360

Los resultados experimentales se muestran en las siguientes tablas:

Exp. #	b (ml)	w (gr)	a (ml)	K
8	46.45	3.5	34.25	6.60
9	46.45	3.5	34.55	6.43
10	46.45	3.5	34.65	6.37
11	46.45	3.5	34.40	6.51
12	46.45	3.5	37.60	4.72

Exp. #	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	K
8	12	5	65	310	6.60
9	18	5	65	310	6.43
10	15	8	65	310	6.37
11	15	6	85	310	6.51
12	15	6	70	360	4.72

Como no disminuyó ninguno de los experimentos, se aplicó el método para reflejar el punto más malo, en este caso el Experimento # 8 (ver cálculos en el Apéndice D), -- quedando el Experimento número 13 como sigue:

Exp. #	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	a (ml)	K
13	19.5	7.5	77.5	335	34.35	6.54

Las dos últimas columnas muestran los resultados de esta prueba.

Como los valores encontrados no han mejorado con respecto al experimento # 5 del diseño inicial, se diseñará otro nuevo SIMPLEX, tomando como base o centro de nuevo el experimento # 5 inicial, pero reduciendo aún más los límites de variación, de la siguiente forma:

Límite de variación para el Na_2SO_3 $\Delta X_1 = \pm 2$ % en peso
 Límite de variación para el NaOH $\Delta X_2 = \pm 1.5$ % en peso
 Límite de variación para la presión $\Delta X_3 = \pm 10$ lbs/plg²
 Límite de variación para el tiempo $\Delta X_4 = \pm 25$ minutos

Siguiendo los mismos pasos que en la parte 5.3 -- se sacan los valores de A_1 , A_2 , A_3 y A_4 , por ejemplo para X_1 , los límites van desde $-A_1$ hasta $+A_1$, o lo que es lo mismo $2A_1$, y la variación debe ser 2 %, según quedó establecido anteriormente, de donde:

$$2A_1 = 2 \%$$

$$A_1 = 1 \%$$

de la misma forma se sacan los demás, quedando:

$$A_1 = 1 \%$$
 en peso de Na_2SO_3

$$A_2 = 0.5 \%$$
 en peso de NaOH

$$A_3 = 2.5$$
 lbs/plg²

$$A_4 = 5$$
 minutos

Una vez establecidos los valores de A_1 , A_2 , A_3 y A_4 , se aplican a la matriz de diseño, tomando en cuenta -- las condiciones iniciales establecidas anteriormente, quedando para el Experimento # 14 :

Exp. #	% peso de Na_2SO_3 X_1	% peso de NaOH X_2	Presión lbs/plg^2 X_3	Tiempo minutos X_4
14	15 - A_1	6 - A_2	70 - A_3	320 - A_4
14	15 - 1	6 - 0,5	70 - 2.5	320 - 5
14	14 %	5.5 %	67.5 lbs/plg^2	315 mín.

En la misma forma para los demás experimentos, -- quedando el diseño de la manera que sigue:

Variables Exp. #	% en peso de Na_2SO_3 X_1	% en peso de NaOH X_2	Presión en lbs/plg^2 X_3	Tiempo en minutos X_4
14	14	5.5	67.5	315
15	16	5.5	67.5	315
16	15	7	67.5	315
17	15	6	77.5	315
18	15	6	70	349

Los resultados experimentales se muestran en las-siguientes tablas:

Exp. #	b (ml)	w (gr)	a (ml)	K
14	46.45	3.5	39.55	3.65
15	46.45	3.5	39.15	3.87
16	46.45	3.5	40.55	3.11
17	46.45	3.5	36.55	5.30
18	46.45	3.5	38.30	4.33

Exp. #	X_1	X_2	X_3	X_4	K
14	14	5.5	67.5	315	3.65
15	16	5.5	67.5	315	3.87
16	15	7	67.5	315	3.11
17	15	6	77.5	315	5.30
18	15	6	70	340	4.33

Como no se han mejorado las condiciones del experimento # 5, se reflejará el punto más malo en este caso el experimento # 17 (ver cálculos en el Apéndice D), quedando los siguientes resultados:

Exp. #	% en peso Na_2SO_3 X_1	% en peso NaOH X_2	Presión, lbs/plg ² X_3	Tiempo minutos X_4	α (mL)	K
19	15	6	58.75	327.5	31.25	8.33

Las dos últimas columnas muestran los resultados experimentales.

6.2 CONDICIONES OPTIMAS

Después de intentar mejorar las condiciones del experimento # 5, esto no fue posible. El valor de Kappa = 2.12 nos indica un muy bajo contenido de lignina, ya que para la fabricación de papel se manejan pulpas con Kappa entre 50 y 70, de modo que podemos considerar que la Kappa = 2.12 es la mejor condición posible prácticamente.

Con el objeto de confirmar que las condiciones:

$X_1 = 15\%$ de Sulfito de Sodio (Na_2SO_3)

$X_2 = 6\%$ de Hidróxido de Sodio (NaOH)

$X_3 = 70$ lbs/plg²

$X_4 = 100$ minutos

dan ese valor de Kappa, se realizaron dos experimentos más con los valores antes mencionados para X_1 , X_2 , X_3 y X_4 , obteniéndose los siguientes resultados:

Exp. #	b (ml)	w (gr)	a (ml)	K
20	46.45	3.5	41.85	2.41
21	46.45	3.5	42.15	2.25

Estos valores confirman lo antes dicho, de modo que las condiciones óptimas de operación serán:

conc. $\text{Na}_2\text{SO}_3 = 15\%$ en peso

conc. $\text{NaOH} = 6\%$ en peso

presión = 70 lbs/plg²

tiempo = 320 minutos

obteniéndose pulpas con K promedio = 2.26

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Las condiciones de operación que se encontraron :

conc. Na_2SO_3	=	15 % en peso
conc. NaOH	=	6 % en peso
presión	=	70 lbs/plg ²
tiempo	=	320 minutos

nos permitirán obtener una pulpa de celulosa con un K prom. = 2.26 y, por lo tanto, muy bajo contenido de lignina.

El rendimiento en estas condiciones es aceptable- (0.369 Kgr. pulpa /Kgr. fibra), ya que la lignina eliminada queda en el licor residual, sería conveniente tratar de recuperarla pues sus derivados tienen elevado valor comercial.

El consumo de reactivos por kilogramo de pulpa, - es elevado, ya que se utilizó una relación de licor de 1:40 obligados por el tamaño del autoclave (4 litros) y la dispo- nibilidad de la fibra (muestras de 100 gramos).

En proceso industrial se puede utilizar una rela- ción de licor 1:10 con los mismos resultados, lo que dismi- nuiría los costos. (8)

Se recomienda preparar por separado las solucio- nes de Na_2SO_3 y de NaOH , y mezclarlas en las condiciones -- adecuadas en el momento de efectuar la reacción.

Las condiciones encontradas para la obtención de pulpa para celulosa química difieren bastante de las reco- mendadas para la preparación de pulpa que se utiliza en la- fabricación de papel.

B I B L I O G R A F I A

1. S. Mitsuhashi, T. Kurita, J. J. Trujillo, T.E. Herrera. Obtención de Papel a partir de Agave Tequilana. Instituto de Investigación de Polímeros y Textiles. (R. I. P. T.) Japón, 1981.
2. Box, G.E.P. "Evolutionary Operation : A Method for Increasing Industrial Productivity" Applied Statistics Vol. VI No. 2, 1957.
3. Martínez, M. Plantas Útiles de la Flora Mexicana. México Botas, 1959.
4. PLAT (Plan Lerma Asistencia Técnica). Industrialización Integral del Agave (Estudio de Preinversión). Guadalajara, 1974.
5. Emerton, H. W. Fundamentals of Beating Process : The Theory of the Development in the Pulps of Papermaking -- Characteristics by Mechanical Treatment. London : Ken - ley, 1957.
6. Libby, C. Earl. Ciencia y Tecnología sobre Pulpa y Papel. tr. Ing. Salvador Carrasco N., México : Continental, 1979. 2V.

7. Barrios, Salvador. Optimización del Proceso de Obtención de Fibra a partir de la penca del Agave Tequilana por medio del Método de Superficie de Respuesta. Tesis U.A.G. 1982.
8. R. Kirk y D. Othmer., Enciclopedia de Tecnología Química, Tomo II, UTEHA, 1962, México.

APENDICE "A"

Tipo y características del AUTOCLAVE utilizado para la elaboración de la pulpa de celulosa.

Tipo	CENCO MENZEL AUTOCLAVE
Características	Cenco Nat'l Board
	<u>790</u>
	(National Board serial number)
	<u>Central Cientific Co.</u>
	(Name of Manufacture)
	<u>350</u>
	(max: Allow working pressure when built)
	<u>2.6 SQ. FT.</u>
	(Heating surface area)
	<u>1971</u>
	(Year built)

APENDICE "B"

Pasos a seguir para encontrar el número de Kappa, TAPPI --- T - 236 os - 76 (Technical Association of the Pulp and Paper Industry).

- 1) Pesar 3.5 gramos de pulpa libre de humedad.
- 2) Desintegrar los gramos de pulpa en 500 cms^3 de agua destilada, en un vaso de precipitado.
- 3) Transferir a un vaso de precipitado de 2000 cms^3 , enjuagar los aparatos hasta tener un volumen de 795 cms^3 , el agua destilada debe de estar a $25 \pm 0.2^\circ\text{C}$.
- 4) Mantener la temperatura del vaso de precipitado por medio de un controlador de temperatura, de tal manera que la reacción se efectúe a 25°C .- Continuamente hay que estar agitando la solución de tal manera que se produzca un vértice de 25 mm de profundidad, pero que no sea muy rápido, porque entonces se introduciría aire a la mezcla.
- 5) Pipetear $100 \pm 0.1 \text{ cms}^3$ de solución de K Mn O_4 y 100 cms^3 de solución de H_2SO_4 , ponerlos en un vaso de precipitado de 250 ml y también mantener la temperatura de 25°C ., inmediatamente añadirla a la solución de agua y pulpa, y al mismo tiempo echar a andar un cronómetro.

Enjuagar todos los aparatos usados con no más de 5 ml. de agua destilada y añadirlos a la mezcla de reacción.

El volumen total deberá de ser de $1000 \pm 5 \text{ cms}^3$.

- 6) Parar la reacción cuando hayan pasado 10 minutos exactamente, después agregar 20 cms³ de la solución de Ioduro de Potasio mediante una probeta graduada.
- 7) Inmediatamente después de mezclar, sin filtrar, determinar por análisis volumétrico el Iodo libre, con la solución de Tiosulfato de Sodio, agregando 10 gotas de indicador de Almidón, casi al final de la reacción.
- 8) Determinar un blanco, siguiendo los mismos pasos anteriores, pero omitiendo la pulpa.

APENDICE "C"

Los cálculos se hicieron con la ayuda de las siguientes fórmulas:

$$SD_{KH} = SD_K (1 + T)$$

$$T = \frac{K}{x_i} \left(\frac{SD_{i+1} - SD_i}{SD_{i+1}} \right)^{K-1}$$

en donde:

SD_{KH} = Producción del año $k + 1$ SD_{i+1} = Producción del año $i+1$

SD_K = Producción del año k SD_i = Producción del año i

T = Factor de Tendencia

Se utilizaron los datos de 1960 hasta 1973 para calcular los valores de 1974 hasta 1984 de la manera que a continuación se explica:

SD_i	$SD_{i+1} - SD_i$	$\frac{SD_{i+1} - SD_i}{SD_{i+1}}$
72,427		
80,550	8,123	0.1008
98,950	18,400	0.1859
98,650	- 300	- 0.0030
115,150	16,500	0.1433
126,750	11,600	0.0915
133,200	6,450	0.0484
141,200	8,000	0.0566
143,650	2,450	0.0171
146,502	2,852	0.0195
148,850	2,348	0.0158
159,896	11,046	0.0691
165,176	5,280	0.0320
170,172	4,996	0.0294
		$\Sigma = 0.8064$

$$T = \frac{0,8064}{14-1} = 0,0620$$

$$1974 = 1973 (1 + 0,0620)$$

$$1974 = 170,172 (1,0620)$$

$$1974 = 180,722$$

de la misma manera se calculan los demás valores.

APENDICE "D"

Cálculos para el Experimento # 6. Punto a reflejarse - -
 ($X_1 = 20 \%$, $X_2 = 4 \%$, $X_3 = 60 \text{ lbs/plg}^2$, $X_4 = 220 \text{ minutos}$)

$$\bar{X}_1 = \frac{15 + 15 + 15 + 10}{4} = 13.75 \%$$

se duplica el promedio $2\bar{X}_1 = 27.5 \%$, y se le resta el valor a eliminarse (20 %), quedando:

exp. # 6 $X_1 = 27.5 - 20 = 7.5 \%$ $X_1 = 7.5 \%$ Na_2SO_3

$$\bar{X}_2 = \frac{4 + 6 + 6 + 10}{4} = 6.5 \%$$

$$2\bar{X}_2 = 13 \%$$

exp. # 6 $X_2 = 13 - 4 = 9 \%$ $X_2 = 9 \%$ NaOH

$$\bar{X}_3 = \frac{60 + 60 + 100 + 70}{4} = 72.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$2\bar{X}_3 = 145 \text{ lbs/plg}^2$$

exp. # 6 $X_3 = 145 - 60 = 85 \text{ lbs/plg}^2$ $X_3 = 85 \text{ lbs/plg}^2$

$$\bar{X}_4 = \frac{220 + 220 + 220 + 320}{4} = 245 \text{ min.}$$

$$2\bar{X}_4 = 490 \text{ min.}$$

exp. # 6 $X_4 = 490 - 220 = 270 \text{ min.}$ $X_4 = 270 \text{ minutos}$

Cálculos para el Experimento # 7. Punto a reflejarse - -
 ($X_1 = 10 \%$, $X_2 = 4 \%$, $X_3 = 60 \text{ lbs/plg}^2$, $X_4 = 220 \text{ minutos}$)

$$\bar{X}_1 = \frac{15 + 15 + 15 + 7.5}{4} = 13.125 \%$$

$$2\bar{X}_1 = 26.25 \%$$

$$\text{exp. \# 7} \quad X_1 = 26.25 - 10 = 16.25 \% \quad X_1 = 16.25 \% \text{ Na}_2\text{SO}_3$$

$$\bar{X}_2 = \frac{10 + 6 + 6 + 9}{4} = 7.75 \%$$

$$2\bar{X}_2 = 15.5 \%$$

$$\text{exp. \# 7} \quad X_2 = 15.5 - 4 = 11.5 \% \quad X_2 = 11.5 \% \text{ NaOH}$$

$$\bar{X}_3 = \frac{60 + 100 + 70 + 85}{4} = 78.75 \text{ lbs/plg}^2$$

$$2\bar{X}_3 = 157.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$\text{exp. \# 7} \quad X_3 = 157.5 - 60 = 97.5 \text{ lbs/plg}^2 \quad X_3 = 97.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$\bar{X}_4 = \frac{220 + 220 + 320 + 270}{4} = 257.5 \text{ min.}$$

$$2\bar{X}_4 = 515 \text{ min.}$$

$$\text{exp. \# 7} \quad X_4 = 515 - 220 = 295 \text{ min.} \quad X_4 = 295 \text{ minutos}$$

Cálculos para el Experimento # 13. Punto a reflejarse -
($X_1 = 12 \%$, $X_2 = 5 \%$, $X_3 = 65 \text{ lbs/plg}^2$, $X_4 = 310 \text{ minutos}$)

$$\bar{X}_1 = \frac{18 + 15 + 15 + 15}{4} = 15.75 \%$$

$$2\bar{X}_1 = 31.5 \%$$

$$\text{exp. \# 13} \quad X_1 = 31.5 - 12 = 19.5 \% \quad X_1 = 19.5 \% \text{ Na}_2\text{SO}_3$$

$$\bar{X}_2 = \frac{5 + 8 + 6 + 6}{4} = 6.25 \%$$

$$2\bar{X}_2 = 12.5 \%$$

$$\text{exp. \# 13} \quad X_2 = 12.5 - 5 = 7.5 \% \quad X_2 = 7.5 \% \text{ NaOH}$$

$$\bar{X}_3 = \frac{65 + 65 + 85 + 70}{4} = 71.25 \text{ lbs/plg}^2$$

$$2\bar{X}_3 = 142.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$\text{exp. \# 13} \quad X_3 = 142.5 - 65 = 77.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$X_3 = 77.5 \text{ lbs/plg}^2$$

$$X_4 = \frac{310 + 310 + 310 + 360}{4} = 322.5$$

$$2\bar{X}_4 = 645 \text{ minutos}$$

$$\text{exp. \# 13} \quad X_4 = 645 - 310 = 335 \quad X_4 = 335 \text{ minutos}$$

Cálculos para el Experimento # 19. Punto a reflejarse -
 ($X_1 = 15 \% \text{ Na}_2\text{SO}_3$, $X_2 = 6 \% \text{ NaOH}$, $X_3 = 77.5 \text{ lbs/plg}^2$, $X_4 = 315 \text{ minutos}$).

$$\bar{X}_1 = \frac{14 + 16 + 15 + 15}{4} = 15 \%$$

$$2\bar{X}_1 = 30 \%$$

$$\text{exp. \# 19} \quad X_1 = 30 - 15 = 15 \% \quad X_1 = 15 \% \text{ Na}_2\text{SO}_3$$

$$X_2 = \frac{5.5 + 5.5 + 7 + 6}{4} = 6 \%$$

$$2\bar{X}_2 = 12 \%$$

$$\text{exp. \# 19} \quad X_2 = 12 - 6 = 6 \% \quad X_2 = 6 \% \text{ NaOH}$$

$$\bar{X}_3 = \frac{67.5 + 67.5 + 67.5 + 70}{4} = 68.125 \text{ lbs/plg}^2$$

$$2\bar{X}_3 = 136.25 \text{ lbs/plg}^2$$

$$\begin{aligned} \text{exp. \# 19} \quad X_3 &= 136.25 - 77.5 = 58.75 \text{ lbs/plg}^2 \\ X_3 &= 58.75 \text{ lbs/plg}^2 \end{aligned}$$

$$\bar{X}_4 = \frac{315 + 315 + 315 + 340}{4} = 321.25 \text{ min.}$$

$$2\bar{X}_4 = 642.5 \text{ min.}$$

$$\text{exp. \# 19} \quad X_4 = 642.5 - 315 = 327.5 \text{ min.}$$

$$X_4 = 327.5 \text{ minutos}$$

S.A. de C.V.

TESIS PROFESIONALES

TESINAS • MEMORIAS • INFORMES
8 DE JULIO No. 13
(ENTRE P. MORENO Y MORELOS)
TELS. 14 - 01 - 22 y 13 - 61 - 42
GUADALAJARA, JAL.

PASAMOS SU TESIS
EN MAQUINA IBM



USAMOS EQUIPOS XEROX Y OFFSET

- TRANSCRIPCION
- PREPARACION DE TESIS
- PROCESOS DE
- IMPRESION PROFESIONAL
- RETOQUE DE FOTOCOPIAS
- EMPASTADO

HELIOGRAFICAS

- COPIAS BOND
- PAPELERIA PARA SU EMPRESA
- REDUCCIONES
- AMPLIFICACIONES