

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**APLICACION DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS EN
EL ESTUDIO DEL PROCESO GLSC, CON PINO, PARA
LA OBTENCION DE PULPAS SEMIQUIMICAS KRAFT**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A
BASILIO CALZADA MARTINEZ

México, D. F.

1 9 7 7



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.

Tesis 1977
ABO. M-~~2222~~ 63
FECHA _____
PROC. _____



QUÍMICA

PRESIDENTE	ADALBERTO TIRADO ARROYAVE
VOCAL	MARIO GUEVARA VERA
SECRETARIO	JORGE A. CASTAÑARES ALCALA
1er. SUPLENTE	FEDERICO LOPERENA GUERRERO
2o. SUPLENTE	GUILLERMO MOLINA GOMEZ

Sitio donde se desarrolló el tema:

LABORATORIOS NACIONALES DE FOMENTO INDUSTRIAL

Sustentante:

BASILIO CALZADA MARTINEZ

Asesor del Tema:

JORGE A. CASTAÑARES ALCALA

CON INFINITO CARIÑO A MIS PADRES:
MANUEL CALZADA SANCHEZ, y
VICTORINA MARTINEZ DE CALZADA.
que me forjaron como hombre con su
ejemplo de abnegación y cariño, dedico
esta tesis como producto de mi supera
ción.

A MI NOVIA:
GUILLE con el amor
que le tengo.

A MIS HERMANOS:
ENRIQUETA, JOSE, ANSELMO,
MA. LUISA, MARGARITA, FIDENCIO,
GUADALUPE MACRINA, ABEL, FELI-
CIANO Y LUCIA.
que el trabajo realizado sea un alicien-
te para cada uno de ellos.

MI SINCERO AGRADECIMIENTO:
al Ing. Jorge Alberto Castañares Alcalá
por su valiosa y oportuna orientación que
hicieron posible la realización de este -
trabajo.

CON AGRADECIMIENTO:
A mis compañeros de la unidad
de Celulosa y Papel y LANFI,
por los conocimientos adquiridos
de ellos y la ayuda proporcionada.

CON PROFUNDO AGRADECI-
MIENTO a la Facultad de Quími-
ca, en la cual encuentre mi voca-
ción y en la que me realice como
profesionista, gracias al ambiente
sano que reina en ella.

A MEXICO MI QUERIDA
PATRIA de la cual me
siento orgulloso.

I N D I C E

- I. ANTECEDENTES Y OBJETIVOS DEL ESTUDIO.
- II. CARACTERISTICAS DEL LICOR DE COCIMIENTO DEL PROCESO GLSC, COMPARADO CON - OTROS PROCESOS SEMIQUIMICOS.
- III. PRESENTACION DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS Y SU APLICACION EN LA INVESTIGACION.
 - 3.1 Exposición del Diseño de Experimentos.
 - 3.2 Variables Independientes.
 - 3.3 Variables Dependientes.
 - 3.4 Diseño de Experimentos.
 - 3.5 Realización del Diseño Factorial.
- IV. PARTE EXPERIMENTAL.
 - 4.1 Modelo del Diseño Empleado.
 - 4.2 Descripción de la Materia Prima Empleada en el Estudio.
 - 4.3 Digestión.
 - 4.4 Desfibración y Depuración.
 - 4.5 Evaluación.
- V. RESULTADOS.
 - 5.1 Resultados Experimentales.
 - 5.2 Análisis de Resultados.
- VI. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.
 - 6.1 Conclusiones.
 - 6.2 Recomendaciones.
- VII. BIBLIOGRAFIA .

I. ANTECEDENTES Y OBJETIVOS DEL ESTUDIO.

En México como en otros países, la demanda para la producción de papeles "Medium" y "Liner", así como papeles de sacos, bolsas y envolturas, aumenta año tras año. En 1974, la producción de pulpa para papeles Medium y Liner fué de 444,127 toneladas métricas y para 1976, la producción de este mismo tipo de pulpa fué de 452,115 toneladas, habiendo un incremento de 7,988 toneladas que corresponden a una producción de 11 toneladas/día, debiendo aumentar la capacidad a un 11% para una planta con una producción de 100 ton/día. Asimismo, la producción de pulpa para papeles de resistencia en 1976, fué de 213,025 toneladas⁽¹⁾, este dato sin tomar en cuenta el papel de desperdicio que se reprocesa, importándose una gran cantidad de este tipo de papel, en 1976 (se importó 55,446 toneladas), que resulta un gran porcentaje comparado con otro tipo de pulpas importadas.

Con lo anterior, se denota la necesidad de aumentar la capacidad de producción de pulpa celulósica grado semiquímico, siendo una de las formas el uso de procesos de alto rendimiento. Por las características que se presentan en la industria de la celulosa kraft Nal., es factible el empleo de un nuevo proceso conocido como GLSC (Green Liquor Semi Chemical), ya que éste utiliza como licor de cocimiento el licor verde generado en la etapa de recuperación de reactivos del proceso kraft.

En cuanto a la investigación de nuevos procesos, así como - también, en cuanto a las modificaciones de procesos ya establecidos, es necesaria una planeación sistemática, empleando toda clase de elementos habidos hasta el momento, como es el diseño de experimentos y la computación en los cálculos matemáticos. LANFI, como centro de investigación y servicio, -(lugar donde se desarrolló el tema)- dentro de sus diferentes estudios, a aplicado este tipo de técnicas, siendo en el presente trabajo los procesos semiquímicos y químicos de - alto rendimiento.

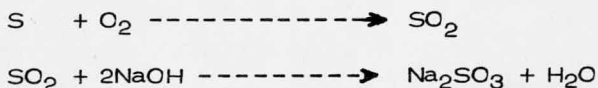
De acuerdo a la necesidad de aumentar la producción de pulpa celulósica y satisfacer las necesidades del mercado nacional, y el de dar mayor realce a la investigación aplicada, tenemos como objetivos:

- 1.- Aprovechar el licor verde procedente de un proceso de recuperación de reactivos Kraft, como licor de cocimiento en digestiones con el proceso GLSC, así como buenas propiedades de la pulpa en papeles Medium y Liner.
- 2.- Emplear el diseño de experimentos en la realización de estudios o proyectos, empleando para esto a la computación y lográndose así, darle una mayor fluidez a la investigación.

II. CARACTERISTICAS DEL LICOR DE COCIMIENTO DEL PROCESO GLSC, COMPARADO CON OTROS PROCESOS SEMIQUIMICOS.

Los procesos empleados para la obtención de pulpas semiquímicas, que tienen como materia prima a la madera, son en general: NSSC y Semi-Kraft.

El licor empleado en el proceso NSSC, tiene como reactivos al sulfito de sodio y al carbonato de sodio. En la preparación de este licor se requieren reactivos nuevos, como carbonato de sodio y azufre para la formación del sulfito de sodio, el azufre es quemado formando dióxido de azufre gaseoso, a este gas se le hace reaccionar con hidróxido de sodio, obteniéndose así el sulfito de sodio; las reacciones que se efectúan son:



Con este proceso se obtienen pulpas semiquímicas de buenas propiedades.

Otro de los procesos semiquímicos; el llamado semi-kraft, como su nombre lo indica, es un proceso Kraft "incompleto", es decir, que el licor de cocimiento empleado es el mismo que se usa en el proceso Kraft, diferenciándose en las condiciones generales de digestión produciéndose así, una reacción menos violenta, menos drástica, que -

las resultantes del proceso Kraft.

Por lo que se refiere al proceso GLSC, tema de este estudio, el licor verde del sistema de recuperación de reactivos del proceso Kraft es empleado en este proceso GLSC como licor de cocimiento y está compuesto de sulfuro de sodio, sosa, carbonato de sodio y una mínima cantidad de sulfato de sodio. De acuerdo a esto, podría pensarse que el licor de cocimiento de este proceso y el NSSC actúan en una forma parecida, ya que en ambos aparece el carbonato de sodio como sustancia buffer.

Estas características particulares de los dos licores, los hacen tener una acción más tenue en el ataque a la lignina, a las pentosanas y a otros compuestos de la madera, impartiendo a la pulpa características deseables para la elaboración de papeles Medium y Liner.

Para obtener el licor verde, se parte de un proceso de recuperación de reactivos Kraft, basado en la conservación de la materia, es decir, el licor negro obtenido de la digestión, estará formado por la misma cantidad de Na_2O en sus diferentes formas, ya sea como carbonato, sulfato, sulfuro, hidróxido remanente, que son alimentados como licor blanco.

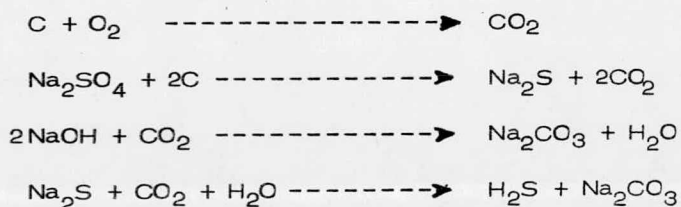
Las sustancias contenidas en el licor negro, representadas como sólidos en el licor, están diluidas en un 15-20%, por lo que es -

necesario concentrarlas a un nivel de sólidos más alto para poder quemarlo. Puesto que con la cantidad de agua con la que sale del digestor, es difícil hacerlo; se lleva a cabo una evaporación de múltiple efecto del licor negro, seguido de una evaporación directa. Esto se debe a las características adoptadas por el licor concentrado en el paso anterior. De la evaporación de múltiple efecto, el licor negro sale con una concentración del 50-60% de sólidos y del evaporador de contacto directo se tiene un licor concentrado a 65% de sólidos.

Una vez que se tiene el licor a un nivel del 65% de sólidos, se pasa al horno de recuperación, en el horno, el licor es atomizado por una o varias espreas oscilantes o fijas, dirigiendo el flujo al hogar. Estas espreas dan un tamaño de partícula adecuada, para evitar el acarreo de polvo por los gases. El flujo del licor caerá en el hogar del horno, obteniéndose en el fondo una masa fundida que estará formada por sulfuro y carbonato de sodio. El sulfato, que era la forma en que venían las sales en el licor y el añadido como producto químico de reposición, es reducido por la presencia del carbón, proveniente de la combustión de la materia orgánica que trae consigo el licor, o sea la lignina y otros extractos de la madera. Los gases de combustión con un exceso de oxígeno se transforman en bióxido de carbono. Este gas reacciona con cualquier traza de hidróxido de sodio remanente en el licor, formando carbonato de sodio; los gases ca

lentes son empleados en la reducción de sulfato a sulfuro, como catalizador, y para el evaporador de contacto directo. Además de los compuestos anteriores, se obtienen algunos compuestos intermedios - como son: ácido sulfhídrico, de la reacción del sulfuro de sodio con el bióxido de carbono, y compuestos complejos de azufre como mercaptanos, sulfuro de metilo y bióxido de azufre. En algunas compañías donde se tiene además del proceso Kraft, un proceso al sulfito, son empleados estos gases de salida para generar licor.

Algunas de las reacciones efectuadas son las siguientes:



La masa de cenizas fundida en el fondo del horno, están compuestas principalmente por: carbonato de sodio, sulfuro de sodio y una pequeña cantidad de sulfato de sodio que no logra reducirse a - sulfuro de sodio. Del fondo del horno se vierte la masa fundida a una solución débil de licor, para formar lo que se conoce con el -- nombre de "Licor Verde".

Es de pensar que este licor está lleno de impurezas como pueden ser: sólidos del tabique refractario, y la erosión causada en el equipo en general, por esto se clarifica al licor, los lodos proceden

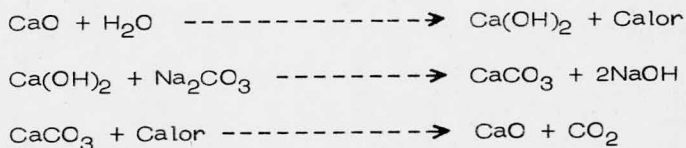
tes del clarificador, se lavan y se desechan. El licor verde clarificado es el empleado en este estudio y estará formado principalmente por sulfuro de sodio, hidróxido de sodio procedente del licor de dilución, carbón en suspensión y un poco de sulfato de sodio. Estos compuestos le van a dar una coloración verde, de la cual proviene su nombre.

El análisis químico del licor verde empleado para este estudio cae dentro de los parámetros clásicos de un licor verde, a continuación se representa el análisis del licor proporcionado por una compañía nacional y que fué el empleado en el estudio.

	De un 1er. Lote	De un 2o. Lote	Licor Típico ⁽²⁾
Na_2S	22.4	21.1	33.0
NaOH	22.4	20.2	--
Na_2CO_3	87.7	85.1	95.0
Alcali total	132.5	126.4	130.0
Sulfatos	1.5	1.8	2.0
Alcali activo	131.0	124.6	128.0

Las cantidades están expresadas en g/l de reactivo como Na_2O , la relación de componentes en el licor para ambos totales es muy semejante; por lo tanto es igual en efectividad, tomándose con esto al reactivo como una variable fijada por las condiciones del proceso que provenga.

Obtenido el licor verde, se transforma en licor blanco llevándose para tal efecto una caustificación por medio de hidróxido de calcio. Que se prepara a partir de cal. La cal es puesta en contacto con el licor verde formando hidróxido de calcio iniciando así la caustificación. La reacción finaliza en los caustificadores, donde son agitados los reactivos. Formándose además del hidróxido de sodio, carbonato de calcio, el cual es insoluble en agua. El licor se pasa por clarificadores y por decantación se separa el licor blanco del carbonato de calcio, los sólidos obtenidos son llevados a filtros rotatorios que a la vez le sirven de lavadores, una vez libres de sosa y con un contenido bajo de agua se llevan a un horno de recuperación de cal, donde se obtiene cal con características necesarias para que se efectúe la caustificación. Sus reacciones que se llevan a cabo durante esta etapa son:



Para una visión más objetiva de la procedencia del licor verde, se presenta el ciclo de un proceso Kraft, involucrando dentro de éste al proceso GLSC, el cual parte de los tanques de almacenamiento de licor verde para volverse a unir al ciclo en los evaporadores de múltiple efecto.

III. PRESENTACION DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS Y SU APLICACION EN LA INVESTIGACION.

La técnica de investigación científica, comprende esencialmente dos procesos:

- (a). La proyección de experimentos sugeridos por las apreciaciones del investigador, de la situación anterior y proyectos por dilucidar más adelante, y
- (b). El análisis de los resultados de los experimentos realizados a la luz de los conocimientos disponibles, con el objeto de postular teorías susceptibles de prueba en futuras experimentaciones.

Durante una investigación científica, estos procesos de síntesis y análisis usados en forma alterna, son empleados con frecuencia pudiendo llamarlos "Iteración Experimental", es decir que los investigadores deben dirigirse más a la verdad.

Esta iteración experimental es exactamente análoga a la "Iteración computacional" o de "Relajación", la cual frecuentemente es el único método por el cual pueden ser resueltos los problemas matemáticos (3).

Tener una técnica tal para ser usada eficientemente (llamada diseño de experimentos), y que es la que se empleó en este estudio, sustituyéndola por los tanteos empleados comúnmente.

3.1 Exposición del Diseño de Experimentos.

El desarrollo del diseño de experimentos se puede aplicar de acuerdo a los siguientes puntos:

Como primer punto, se determinan los factores predictores, o sea, las variables independientes, que en este caso los constituyeron todas aquellas variables que se saben influyen en la respuesta, completándose con los que aparecen en la literatura. Fue necesario realizar un "malleo" de criterio para seleccionar los factores que intervendrían en la experimentación. El segundo paso es seleccionar las respuestas a medir, variables independientes. Siendo éstas las que se sugieren para desarrollar el experimento o que se busca mejorar.

Tanto las variables independientes, como las variables dependientes, deben reunir dos características importantes:

- a). Sus unidades de medición deben ser objetivas, y
- b). El rango de operación debe ser conocido y perfectamente establecido.

El tercer punto comprende la obtención de una relación funcional entre las variables independientes y cada una de las variables dependientes. Para esto, se empleó la metodología estadística considerando que debe ser altamente predictora sin ajustarse a un modelo demasiado complejo, ya que es recomendable empezar con modelos lineales.

3.2 Variables Independientes.

Para la selección de los factores predictores, se siguió una metodología⁽⁴⁾, que consiste básicamente en los siguientes pasos:

- 1). Anotar sin discriminación, todas aquellas variables que se sepa o sospeche, influyen en la respuesta.
- 2). A la lista anterior se le complementa con lo que diga la bibliografía al alcance.
- 3). La lista se ordena según la anterior clasificación. (Este agrupamiento estimula el encuentro de nuevos factores al encontrarse en "continums" de condiciones.
- 4). La lista clasificada se somete a un malleo de criterio, - bajo la guía siguiente:
 - 4.1 Factores que se sospecha de muy poca influencia.
 - 4.2 Factores que se sospecha son nombres distintos del mismo factor (ej.: concentración de sosa y pH).
 - 4.3 Factores cuya maneobrabilidad es problemática.
(Los factores que por alguna razón de entre las anteriores baja en importancia, tienen menor jerarquía y se bajan realmente de su lugar en la lista).
- 5). El malleo anterior se completa con un malleo de criterio simétrico del anterior según la importancia que se sospeche del factor. También se resecuencian en la lista consecuentemente.

- 6). Selección de factores para la experimentación: por razones prácticas limitarlos a 6, y preferentemente a 4 ó 5. Se eligen, en un principio, factores de receta y de proceso. Estos se seleccionan de los primeros lugares de la lista.
- 7). Cuantificación de factores: cada factor, para ser admitido, deberá podersele asignar:
 - 7.1 Una definición cuantitativa dentro de nuestras posibilidades de medición y experimentación. Esta definición incluye el hacerla en términos de una unidad aceptada y objetiva.
 - 7.2 Un conocimiento del rango operable del factor. Se acepta un desconocimiento de los límites superior e inferior (fuera de los cuales desaparecería la -- respuesta), siempre y cuando no haya sospecha de peligrosidad.

Hecho lo anterior, se genera un reporte de selección de factores predictores, que en el caso del presente estudio fueron:

- Cantidad de materia prima
- Relación de baño
- Temperatura de cocimiento
- Tiempo de impregnación
- Calidad del licor verde.

3.3 Variables Dependientes.

Las variables que se tomaron como respuesta en el estudio - en cuestión, el cual estuvo encaminado a la optimización de - un proceso semiquímico de obtención de pulpa celulósica, fueron:

- Rendimiento de digestión
- Número de Kappa, y
- "Concora Medium Test".

3.4 Diseño de Experimentos.

En base a lo anterior se aplicó el diseño factorial de la forma 2^f ampliándolo con un alfa igual a $2^{f/4}$, donde f es el número de factores. El número total de experimentos realizados fue de diez, más sus duplicados, haciendo un total de 20 experimentos.

El modelo matemático para ajustar al modelo planteado es el siguiente:

$$Y = f(C, \theta)$$

$$Y = A_1 + A_2C + A_3 \theta$$

Y como las respuestas fueron el CMT y el rendimiento, ya - que el Núm. de Kappa, por no tener explicación en el modelo, se eliminó. Las ecuaciones empleadas quedaron así:

$$I \quad \text{CMT} = A_1 + A_2C + A_3\theta$$

$$II \quad R = A_1 + A_2C + A_3\theta$$

donde:

CMT = Concora Medium Test (resistencia al aplastamiento).

A = Coeficiente constante

C = Concentración

θ = Tiempo

R = Rendimiento.

3.5 Realización del Diseño Factorial.

Pasos para seguir el diseño factorial (4).

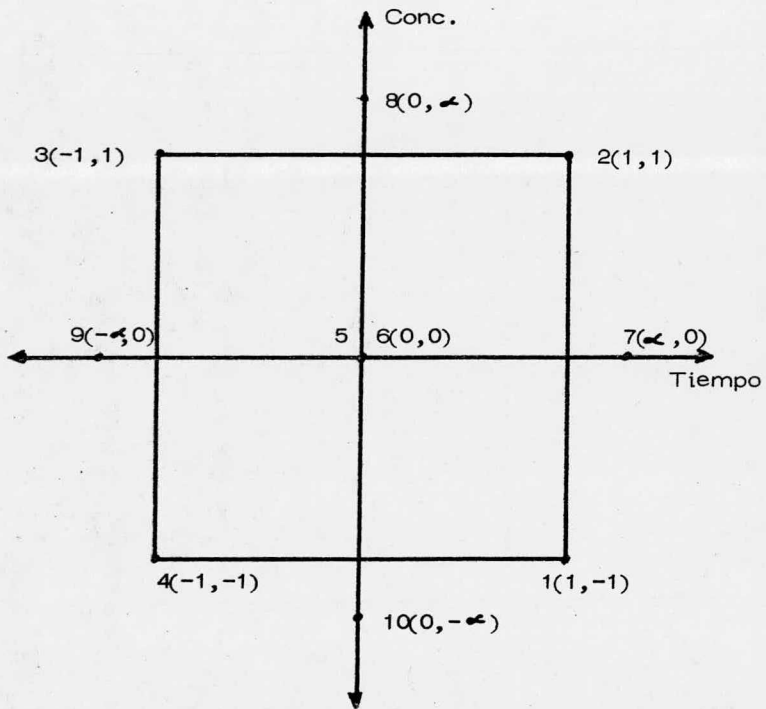
1.- Nombre del factor	Concentración	Tiempo
2.- Designación	C	θ
3.- Unidades	%/MPBS*	Minutos
4.- Límite mínimo (L_{α}^{-}) $L_{\alpha}^{-} = S_i^{+} - \alpha S_i^{-}$	10.86	8.79
5.- Límite inferior experimental (-1)	15	15
6.- Límite superior experimental (+1)	35	45
7.- Límite máximo (L_{α}^{+}) $L_{\alpha}^{+} = S_i^{+} + \alpha S_i^{-}$	39.14	51.21
8.- Centro experimental $S_i^{+} = [(5) + (6)] / 2$	25	30
9.- Unidad experimental $S_i^{-} = [(6) - (5)] / 2$	10	15
10.- (-1) F veces	-1	-1
11.- Alternar grupos de $2^{(\#col.-1)}$ de -1 y de +1	1 -1	-1 1
12.- Línea 2^F siempre (+1)	1	1

*MPBS = Materia Prima Base Seca.

Codificando la matriz del diseño, quedaría:

Núm. de Experimento	C	θ
1	-1	+1
2	+1	+1
3	+1	-1
4	-1	-1
5	0	0
6	0	0
7	0	+ α
8	+ α	0
9	0	- α
10	- α	0

Representando a la matriz en el plano, los experimentos que darían colocados en la forma siguiente:



IV. PARTE EXPERIMENTAL.

4.1 Modelo del Diseño Empleado.

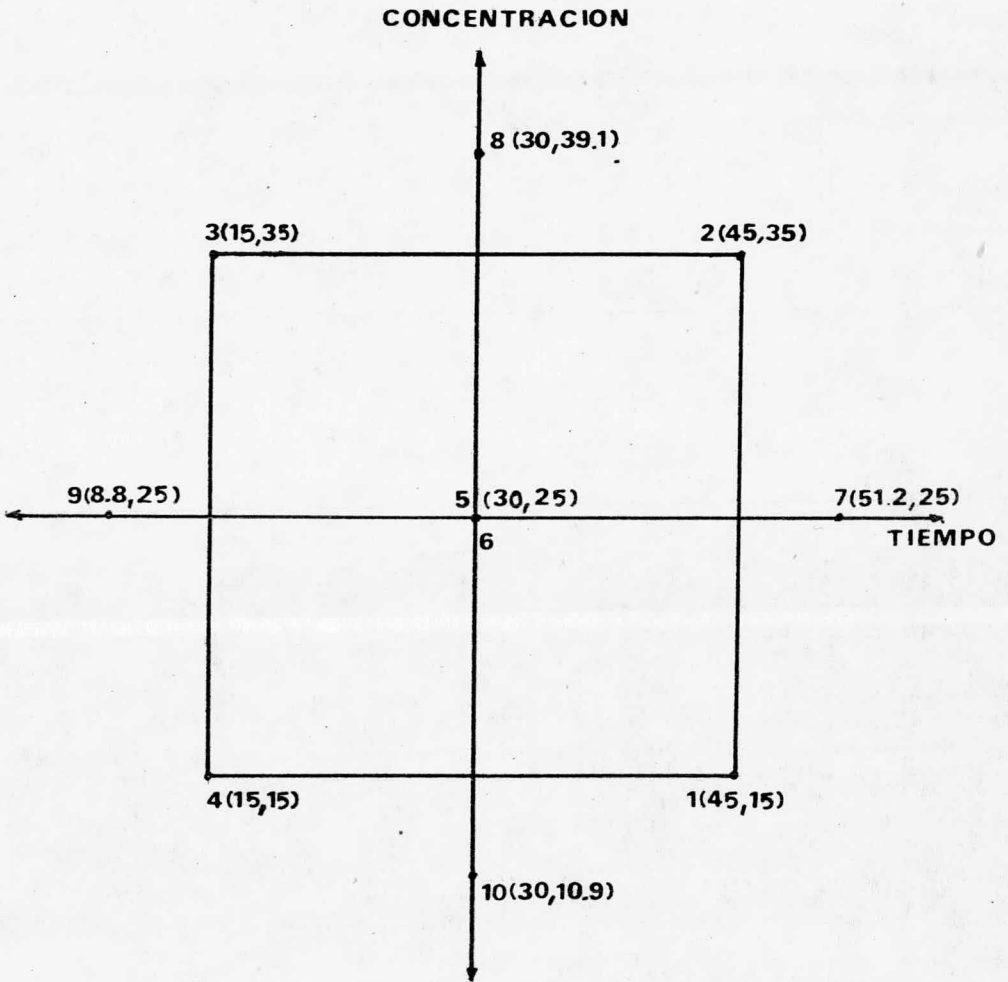
El modelo del diseño empleado se sujetó a uno de tipo lineal y de primer orden, debido al comportamiento que siguen las variables en otros procesos semejantes. En este caso se propuso la siguiente forma:

$$Y = A_1 + A_2C + A_3\theta$$

Del análisis de variables hecho en el capítulo anterior, se tomaron a la concentración y al tiempo como factores decisivos que influyen en el experimento. Llevando los valores de estos factores a la matriz propuesta se tiene:

No. de Experimento	Concentración	Tiempo
1	15	45
2	35	45
3	35	15
4	15	15
5	25	30
6	25	30
7	25	51.21
8	39.14	30
9	25	8.79
10	10.86	30

Estos valores representados en el plano, quedarían:



4.2 Descripción de la Materia Prima Empleada en el Estudio.

La materia prima empleada en el estudio consistió básicamente de astilla de madera de coníferas.

Las astillas de dimensiones convencionales procedieron de una compañía Papelera Nacional con una humedad de 12_{-2}^{+} %, se les determinó su densidad, empleando para esto un recipiente cilíndrico de 2.5 dm^3 , el cual se llenó de astillas hasta el nivel acomodándose al azar, a esta determinación se le consideró: densidad de astilla "floja" y fué de 0.146 kg/dm^3 . En el mismo recipiente, pero ahora sujetando a la astilla a un reacomodo severo, se determinó la densidad de astilla "apretada" y fué de 0.185 kg/dm^3 .

El licor verde estuvo sujeto a variaciones en sus componentes durante el tiempo en que duró la experimentación. Esto se notó en la cantidad de álcali activo presente en el licor, por lo que fué necesario realizar un análisis en cada corrida de digestiones. Los análisis químicos de los licores empleados están descritos en un capítulo anterior.

4.3 Digestión.

De acuerdo al número de experimentos planteados, diez y sus duplicados, y a las condiciones del equipo de microdigestores empleado en el estudio, fué necesario realizar varias corridas, cuatro en total.

Las digestiones se llevaron a cabo a nivel piloto laboratorio - empleándose, un equipo de microdigestores de acero inoxidable 316 con baño de aceite como medio de calentamiento. La capacidad de cada unidad es de 2.4 litros. El calentamiento del aceite se realiza por medio de un cambiador de calor, - los microdigestores giran a 2.8 RPM y tienen una inclinación con respecto a la horizontal de 10° para asegurar un adecuado "baño" de la materia prima.

La operatoria se realizó de la manera siguiente: la materia prima fue pesada de antemano y puesta en los microdigestores, añadiéndose la cantidad necesaria del licor, y se colocó en el equipo una vez que este alcanzó la temperatura de trabajo. Al cabo de 5 ± 2 minutos se desalojaron los gases no condensables. La temperatura se controló en forma indirecta por medio de la presión interna de los microdigestores, para lo cual se presenta la curva que desarrolla el incremento de la presión con respecto al tiempo en la figura 2, en el caso del control por medio de la temperatura se tiene la gráfica de temperatura contra tiempo en la figura 1. En éstas gráficas se puede observar el tiempo necesario para alcanzar la temperatura máxima, llamado tiempo de impregnación, fué de 40 ± 5 minutos, el tiempo a partir de este momento se consideró como "tiempo en condiciones de digestión".

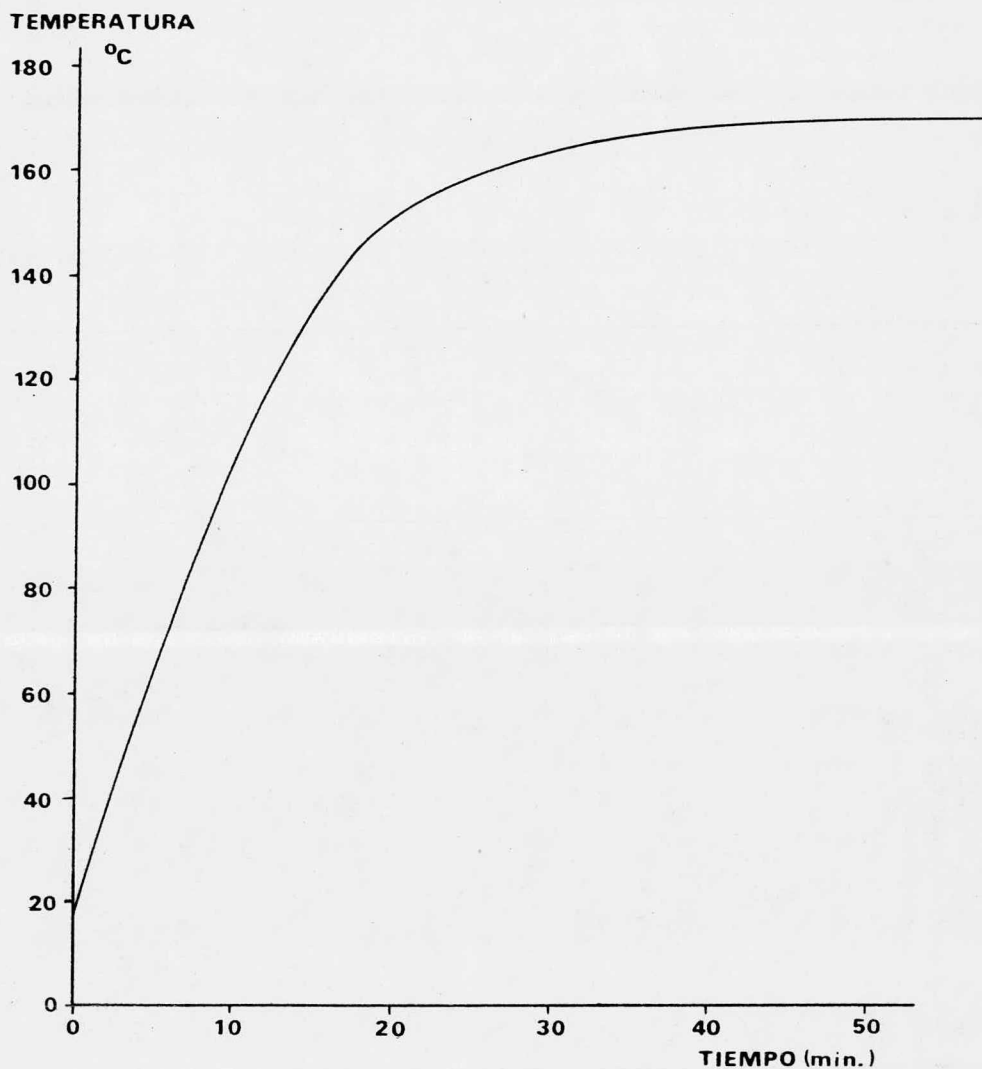


FIG.1.- COMPORTAMIENTO DE LA TEMPERATURA EN LOS MICRODIGESTORES.

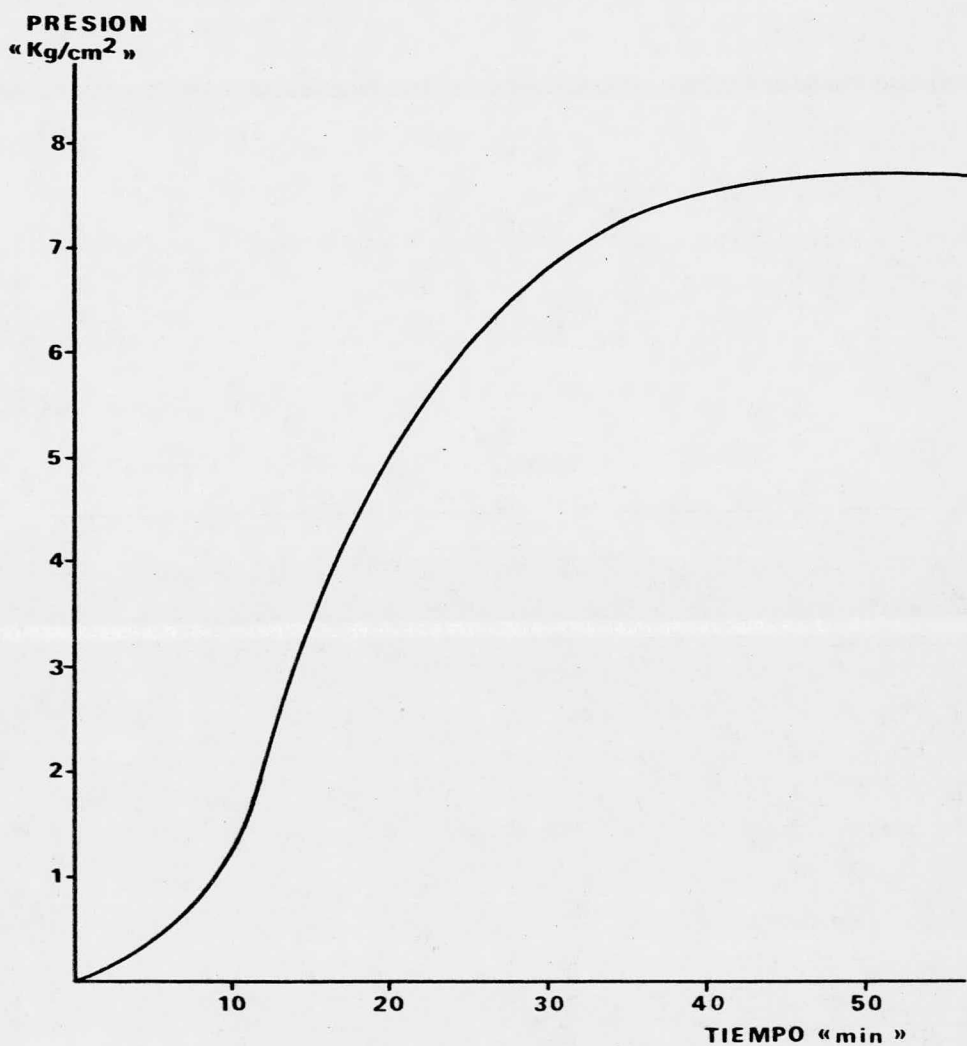


FIG.2.-COMPORTAMIENTO DE LA PRESION EN LOS MICRODIGESTORES

Al término de la digestión, cada unidad fue enfriada con agua hasta 40 ± 5 °C tomando de aquí a la pulpa y llevándola al des_fibrador. Las condiciones así como factores de cada una de las digestiones, son presentados en las tablas I y II.

4.4 Desfibración y Depuración.

La desfibración se hizo en caliente a 40 ± 5 °C en un molino -- Bauer, de discos de 8 pulgadas a 2890 RPM, usándose el dis_co mas apropiado para este tipo de pulpas y que es el regis_trado con el N° 6946.

El material procedente del digestor fué pasado por el molino a diferentes aberturas de discos en forma decreciente, para -- evitar la formación excesiva de finos; las aberturas usadas -- fueron: 200, 100, 50, 25, 10 y 5 milésimas de pulgadas y só-- lo se paso por éstas una vez. La consistencia varió de 25% para los primeros pasos hasta un 4% en los últimos; la pulpa obtenida se depuró, usando para tal efecto, un depurador con las siguientes características: plano, vibratorio, de platina ra_nurada, con una abertura y longitud de ranura de 0.3302 mm y 120 mm respectivamente.

El rechazo obtenido, se paso nuevamente por el molino a una abertura de discos de 5 milésimas de pulgada, depurándose -- de tal forma, que se minimizó el rechazo a 6 ± 2 g y que co-- rresponde a un 2% de la pulpa obtenida.

T A B L A I I

No. de Experimento		1.1	2.1	3.1	4.1	5.1	6.1	7.1	8.1	9.1	10.1
Humedad	%	12	12	12	12	12	12	12	12	12	15
Astilla seca a la Estufa	g	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Concentración del Licor (como Na ₂ O)	g/l	116.8	116.8	116.8	116.8	116.8	116.8	116.8	116.8	116.8	104.4
pH del Licor	-	12.90	13.15	13.15	12.90	13.05	13.05	13.05	13.20	13.05	12.80
Alcali total/MPSE	%	15	35	35	15	25	25	25	39.14	25	10.86
Relación de Baño	-	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1
Tiempo de Impregnación	min	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Tiempo de Cocimiento	min	45	45	15	15	30	30	51.21	30	8.79	30

T A B L A II

No. de Experimento		1.2	2.2	3.2	4.2	5.2	6.2	7.2	8.2	9.2	10.2
Humedad	%	9.4	9.4	9.4	9.4	15	15	15	15	9.4	9.4
Astilla seca a la Estufa	g	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
Concentración del licor (como Na ₂ O)	g/l	124.6	124.6	124.6	124.6	104.4	104.4	104.4	104.4	124.6	124.6
pH del Licor	-	12.90	13.15	13.15	12.90	13.05	13.05	13.05	13.20	13.05	12.80
Alcali total/MPSE	%	15	35	35	15	25	25	25	39.14	25	10.86
Relación de Baño	-	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1
Tiempo de Impregnación	min	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Tiempo de Cocimiento	min	45	45	15	15	30	30	51.21	30	8.79	30

4.5 Evaluación.

Para poder evaluar a la pulpa obtenida, se tomó la parte depurada y se refinó en una pila Valley de acuerdo con los métodos TAPPI a baja consistencia debido a la cantidad de pulpa procesada y para un mejor manejo de esta en la pila. La pulpa se llevó a un nivel de refinación de 400 ml de Canadian Standard Freeness y se le determinó el No. de Kappa. Se formaron también hojas con un Peso Base Seco al Aire de $128 \pm 2 \text{g/m}^2$, tratando de imitar las características de peso en los papeles Medium y Liner. Finalmente se evaluaron las características de las hojas formadas, efectuándose para tal efecto la prueba del "CMT". Las pruebas realizadas fueron de acuerdo con los métodos TAPPI⁽⁵⁾.

V. RESULTADOS.

5.1 Resultados Experimentales.

Los resultados obtenidos de las pruebas sobre la pulpa y sobre el papel formado, así como la determinación del rendimiento obtenido fueron:

No. de Experimento	Rendimiento, %	No. de Kappa	CMT Kg
1.1	74.3	102.8	24.6
2.1	60.6	99.2	29.4
3.1	60.6	100.4	28.0
4.1	74.0	102.4	22.2
5.1	68.4	102.1	26.8
6.1	65.1	101.2	26.8
7.1	67.6	101.6	26.6
8.1	59.4	97.5	30.2
9.1	67.9	101.8	27.6
10.1	70.1	101.6	22.8

De la misma forma son presentados los resultados para los experimentos realizados por duplicado:

No. de Experimento	Rendimiento	No. de Kappa	CMT
1.2	67.5	102.5	25.2
2.2	60.4	99.1	28.1
3.2	61.1	100.4	27.3
4.2	69.4	101.9	25.8
5.2	60.8	99.9	27.4
6.2	64.6	101.2	26.0
7.2	63.1	101.8	26.8
8.2	59.4	92.1	26.5
9.2	65.3	101.5	26.1
10.2	75.7	101.7	25.5

5.2 Análisis de Resultados.

Con los valores obtenidos en las pruebas realizadas, se observó la trayectoria lineal que tienen los factores propuestos, tomando como cierto el diseño del modelo planteado, además de que se toma el antecedente de la tendencia seguida por estos factores en procesos semejantes. De las respuestas a medir, la del número de Kappa presentó muy poca variación entre los experimentos, tomándolo como una respuesta poco influenciada por los factores.

Los valores obtenidos se alimentaron a una computadora (4), para determinar los coeficientes del modelo propuesto y su funcionalidad. Primero se analizó la influencia de los factores con el rendimiento y con el CMT, realizando para esto, regresiones. Los valores obtenidos de los coeficientes fueron muy altos y con poca explicación por parte de los factores. La respuesta de la computadora al hacer una regresión para el número de Kappa, fué de una influencia nula, siendo esto lo que sirvió de guía para desecharla como respuesta en el experimento.

Como los resultados no fueron satisfactorios, se pensó que existía alguna otra variable que no se estaba tomando en cuenta y que podría proporcionar más información, por lo que se optó por plantear nuevamente el modelo, introduciendo las

cantidades correspondientes de sulfuro, sosa y carbonato, empleadas en cada una de las digestiones. Se tomó en cuenta - el análisis químico realizado, siendo las cantidades empleadas las que se presentan en la Tabla III.

Las regresiones se realizaron con los siguientes modelos:

$$I \quad CMT = A_1 + A_2NaOH + A_3Na_2S + A_4Na_2CO_3 + A_5\theta$$

$$II \quad R = A_1 + A_2NaOH + A_3Na_2S + A_4Na_2CO_3 + A_5\theta$$

los valores de los coeficientes fueron:

	A ₁	A ₂	A ₃	A ₄	A ₅	% Explicación
I	47.58	5.56	-5.46	0.23	0.03	78.53
II	79.65	-0.47	--	-0.16	-0.26	86.01

Por otra parte, la computadora empleada para este estudio, - tiene integrado un programa, que permite la optimización de varias respuestas al mismo tiempo, ya que estas se combinan en un "Coeficiente de Deseabilidad" único (6), el cual nos dá el experimento más deseable, tomando para esto un rango en el cual se quiera calificar a la respuesta y siguiendo la trayectoria sugerida. En cuanto al rendimiento, se tomó el rango de acuerdo a las características deseadas para una pulpa semiquímica; teniendo el límite inferior el valor de 62 correspondiente al 30% de deseabilidad y el valor de 65 al 80%. Para el CMT, se tomó el rango correspondiente al empleado para la fabricación de papeles Medium y Liner, siendo el valor del límite inferior de 53 correspondiente al 30% de deseabilidad.

bilidad y el límite superior el valor de 65 al 80%. Ambas -
respuestas se calificaron con una función doble exponencial.

T A B L A I I I

COMPOSICION DEL LICOR DE COCIMIENTO
PARA CADA EXPERIMENTO, EN GRAMOS

No. EXPERIMENTO	NaOH	Na ₂ S	Na ₂ CO ₃
1.1	7.64	7.64	24.55
2.1	17.83	17.83	57.31
3.1	17.83	17.83	57.31
4.1	7.64	7.64	24.55
5.1	12.77	12.77	41.04
6.1	12.77	12.77	41.04
7.1	12.77	12.77	41.04
8.1	20.00	20.00	64.30
9.1	12.77	12.77	41.04
10.1	6.55	6.99	19.66
1.2	7.29	7.62	30.72
2.2	17.03	17.79	71.74
3.2	17.03	17.79	71.74
4.2	7.29	7.62	30.72
5.2	15.78	16.08	45.23
6.2	15.78	16.08	45.23
7.2	15.78	16.08	45.23
8.2	23.62	25.20	70.87
9.2	12.16	12.70	51.23
10.2	5.27	5.51	22.21

Los valores de los coeficientes de deseabilidad obtenidos son los siguientes:

No. de Experimento	Coeficientes de Deseabilidad		
	I	II	Promedio
1	0.8172	0.9043	0.8608
2	0.2666	0.0388	0.1527
3	0.2665	0.3680	0.3173
4	0.0000	0.9667	0.4834
5	0.9799	0.3065	0.6432
6	0.8965	0.8558	0.8762
7	0.9692	0.7201	0.8447
8	0.0747	0.0742	0.0745
9	0.9775	0.8967	0.9371
10	0.0017	0.9565	0.4991

Como fueron diez experimentos y sus duplicados, se tomó el promedio aritmético de los coeficientes de deseabilidad de cada pareja, para seleccionar al experimento más deseable, resultando ser el experimento número 9. Este experimento se repitió a escala piloto para comprobar la confiabilidad del modelo empleado. Las condiciones, así como las cantidades - y resultados de esta digestión, se presentan en las Tablas IV y V. Además, para ver la integración de los licores negros procedentes de esta digestión tipo, al ciclo Kraft, se determinaron las siguientes características del licor negro:

Sólidos Orgánicos	%	6.17
Sólidos Inorgánicos	%	9.99
Sólidos Totales	%	16.16
Capacidad Calorífica	Cal/g	2344
Alcali residual	g/l	1.16

T A B L A I V

DIGESTION A PARTIR DE CONIFERAS
CON EL PROCESO GLSC

Cantidad de Materia Prima	g	2000
Concentración	%/MPBS	25
Sulfuro*	g/l	20.48
Sosa*	g/l	23.36
Carbonatos*	g/l	70.08
Alcali Activo*	g/l	112
Relación de Baño	- -	4.1
Tiempo de Impregnación	min	45
Tiempo de Cocimiento	min	8.8
Rendimiento	%/MPBS	67.25
No. de Kappa	- -	99.4
Lignina	%	25.12
C M T	Kg	24.2

* Como Na₂O

T A B L A V

EVALUACION DEL BATIDO DE LA PULPA
DEL EXPERIMENTO 9 A ESCALA PILOTO

Tiempo de refinación	min	60	99	115
Canadian Standard Freeness (CSF)	ml	675	401	248
Peso base seco a la estufa	g/m ²	62.7	62.6	60.8
Espesor	mm	0.131	0.116	0.101
Volumen específico aparente	cc/g	2.089	1.853	1.663
Peso específico aparente	g/cc	0.479	0.539	0.601
Resistencia a la explosión	Kg/cm ²	1.6	2.4	2.5
Factor de explosión	- - -	26.1	39.5	41.5
Resistencia a la tensión	Kg/15 mm	4.2	6.1	6.5
Largo de ruptura	m	4487	6529	7090
Resistencia al rasgado	g	82.0	68.9	53.6
Factor de rasgado	- - -	130	110	88
Porosidad Gurley Hill	seg/100ml	Inst.	20	92

NOTA: El punto a cero minutos no se hizo, puesto que a este nivel de CSF (765 ml) no se pueden formar hojas.

VI. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

6.1 Conclusiones.

Del análisis de los coeficientes obtenidos para los modelos - planteados y de los valores de las respuestas, dentro del - rango establecido para las variables independientes, se puede concluir que:

- 1.- Los valores de los términos constantes muy cercanos a los de las respuestas, indican que existen otros factores que tienen influencia sobre éstos, uno de esos factores es la temperatura.
- 2.- El tiempo de cocimiento casi no presenta influencia sobre las respuestas.
- 3.- La concentración del sulfuro de sodio no tiene influencia sobre el rendimiento, permaneciendo casi constante el rendimiento en los experimentos del diseño.
- 4.- Los valores del "CMT" se ven afectados: en forma directamente proporcional por las concentraciones de sosa y de carbonato de sodio, aunque este último en menor grado y, en forma inversamente proporcional por la concentración del sulfuro de sodio.
- 5.- El diseño factorial aumentado que se empleó, permite obtener la información capaz de caracterizar el "CMT"

en función de las variables independientes, siendo el modelo lineal empleado altamente predictor.

- 6.- La calidad de la pulpa obtenida por este proceso, en cuanto al "CMT", es superior a la de las pulpas semi químicas comerciales, como se puede ver en la figura 3.
- 7.- Los valores del "CMT" obtenido con este tipo de pulpa, permanecen altos dentro de un intervalo de rendimientos también altos, como se puede ver en la figura 4.

6.2 Recomendaciones.

- 1.- Se podría tomar a esta experimentación como el centro experimental de una segunda etapa, en la cual se incluirían otras variables independientes como la temperatura y se ampliarían los rangos de las mismas.
- 2.- Abocarse a la mejor medición de la respuesta "CMT" que al parecer es la más influenciada por las variables independientes; sin perder de vista el rendimiento, pero considerando que este último puede variar aceptablemente dentro de un rango determinado.
- 3.- Realizar estudios de viabilidad económica y establecer la factibilidad de aplicación de este proceso en el futuro.

4.- Aplicar ésta técnica y este proceso para realizar estudios en otras materias primas como podrían ser: Pajas y Maderas Duras.

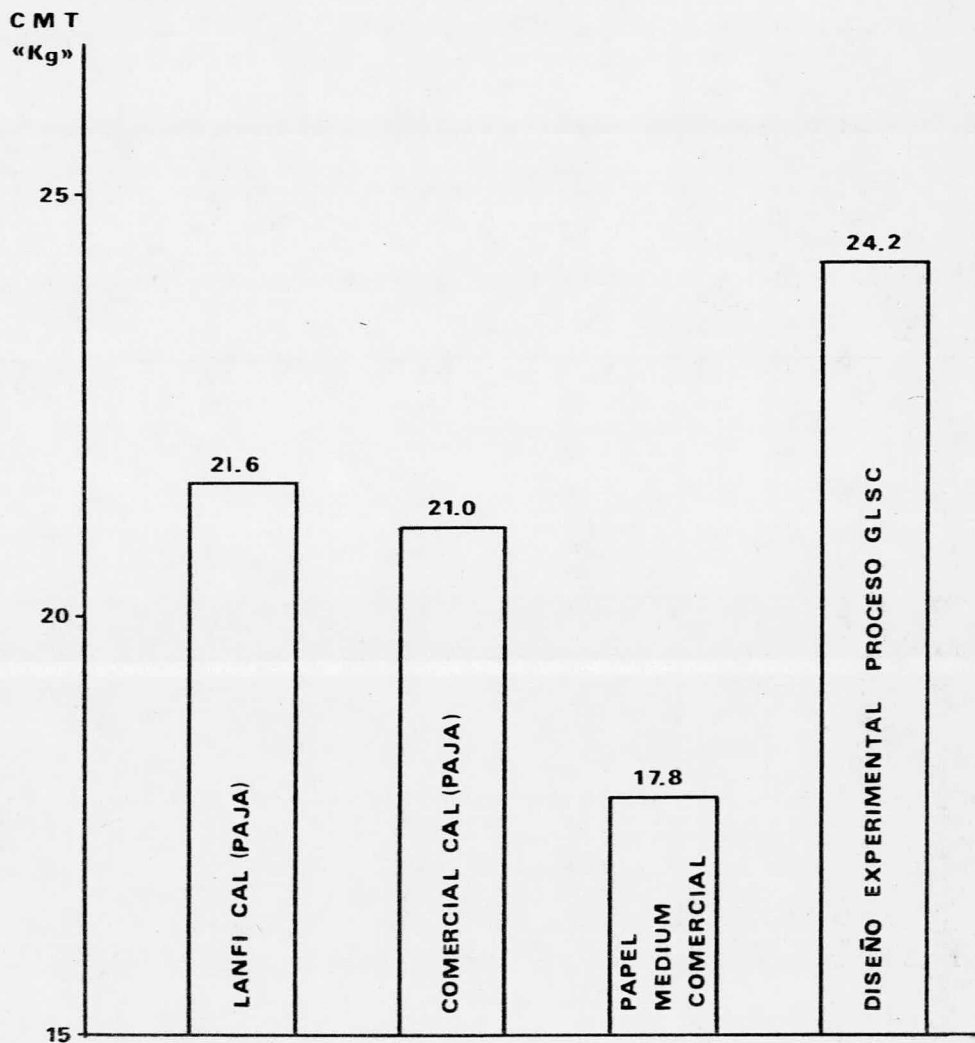


FIG.3.-CMT DE DIFERENTES TIPOS DE PAPEL MEDIUM A 400 ml (CSF).

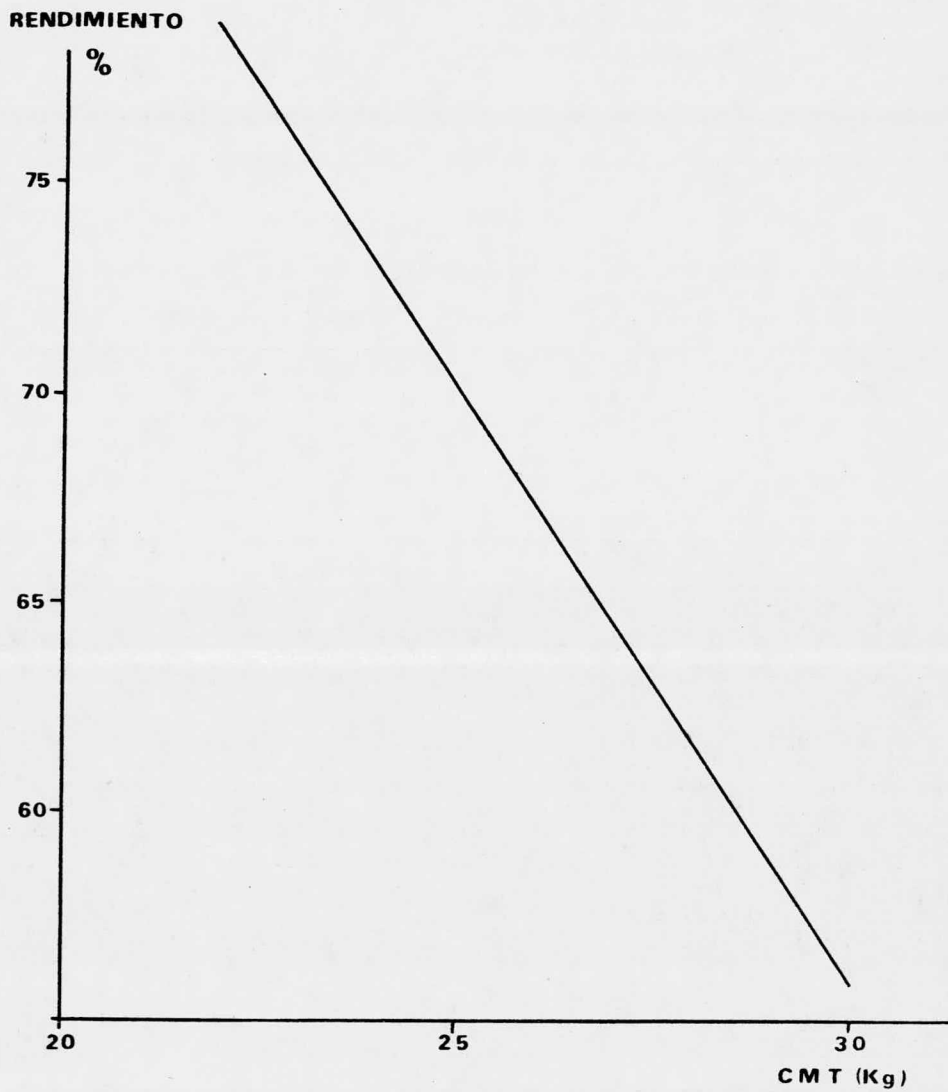


FIG.4.-RENDIMIENTO CONTRA CMT

VII. BIBLIOGRAFIA .

- 1.- Memoria Estadística de la CNICP (1976)
- 2.- S.A. Rydholm.
"Pulping Processes" Intercience Publishers, N.Y. 1965
- 3.- Víctor Chew
"Experimental Designs in Industry".
John Wiley & Sons, Inc. N.Y. 1958
- 4.- "ORFA" Analistas de Sistemas
Guty Cárdenas Nte. 16
México 20, D.F.
- 5.- TAPPI
"Testings Methods Recommended Practices Especifica-
tion of"
155 East 44th Street. New York, 17. N.Y. 1975
- 6.- Función Deseabilidad
ORFA, México-1977
- 7.- H.Y Charbonier, J.D. Rushton y H.C. Shwalbe
"Semichemical Pulp of Pino with Green Liquor"
TAPPI/Dic. 1974 Vol. 57, No. 12.
- 8.- Julios Grant
Manual sobre Pulpa y Papel, Tomo I. Compañía Edito
ra Continental, S.A. 1974
- 9.- Castañares A., Rojas G., Rentería L.
Proceso a la Cal Modificado (A.T.), para la Obtención
de Pulpas Celulósicas Semiquímicas, a Partir de Pa--
jas de Cereales. XVI Reunión Anual ATCP, México,
1976

IMPRESO EN
EDITORIAL JUAREZ
Ciprés 134-1
Tel. 547-70-21