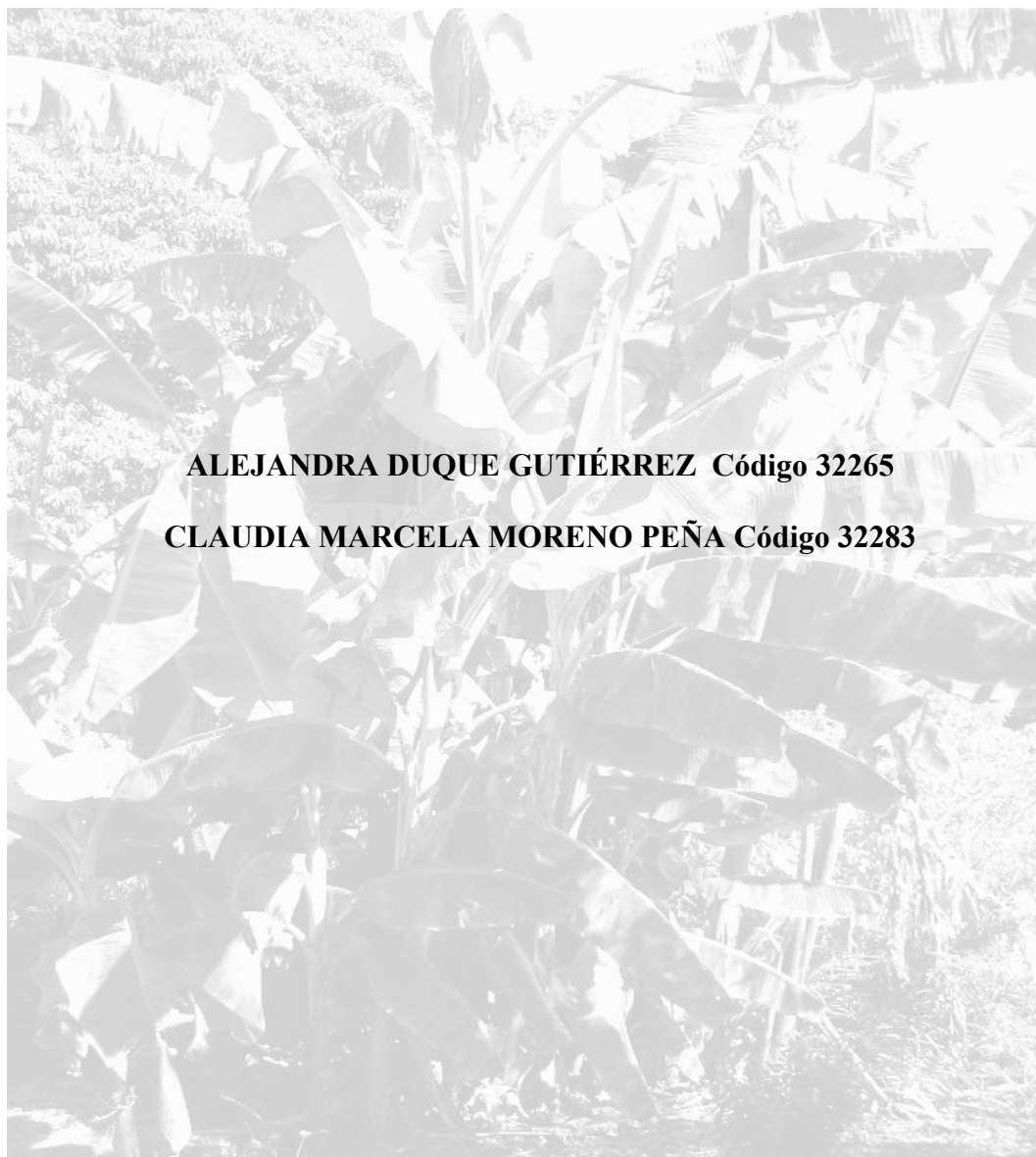


**OBTENCIÓN DE CELULOSA POR EL MÉTODO ORGANOSOLV A PARTIR  
DEL SEUDOTALLO DEL PLÁTANO DOMINICO HARTÓN**

*(Musa paradisiaca L.)*



**ALEJANDRA DUQUE GUTIÉRREZ Código 32265**

**CLAUDIA MARCELA MORENO PEÑA Código 32283**

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO**

**FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS**

**PROGRAMA DE QUÍMICA**

**ARMENIA, QUINDÍO**

**2004**

**OBTENCIÓN DE CELULOSA POR EL MÉTODO ORGANOSOLV A PARTIR  
DEL SEUDOTALLO DEL PLÁTANO DOMINICO HARTÓN**

*(Musa paradisiaca L.)*

**ALEJANDRA DUQUE GUTIÉRREZ Código 32265**

**CLAUDIA MARCELA MORENO PEÑA Código 32283**

**Proyecto de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de Químico**

**Director del Proyecto de Grado:**

**PEDRO NEL MARTÍNEZ YEPES**

**Ing. Químico, M.Sc., Ph.D., profesor del Programa de Química**

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO**

**FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS**

**PROGRAMA DE QUÍMICA**

**ARMENIA, QUINDÍO**

**2004**

**ACEPTACIÓN**

**Firma Jurado 1** \_\_\_\_\_

**Firma Jurado 2** \_\_\_\_\_

**Firma Jurado 3** \_\_\_\_\_

**Armenia, Quindío**

\_\_\_\_\_

**Día Mes Año**

## **DEDICATORIA**

Este trabajo lo dedicamos especialmente a nuestros padres que durante toda una vida han sido el apoyo que nos motiva a seguir adelante sin importar los obstáculos.

## AGRADECIMIENTOS

La realización de este proyecto no hubiera sido posible sin la orientación y asesoría del Ing., M.Sc., Ph.D., profesor del Programa de Química Pedro Nel Martínez Yepes, Director del Proyecto de Grado, a quien se le agradece por la atención prestada, por facilitarnos el trabajo a través de su experiencia y ayuda ofrecida a lo largo de todo el proceso de investigación.

A la doctora Judith Elena Ramírez, Gerente COLOMA, por facilitarnos el Etanol empleado a lo largo de la investigación.

Al Instituto Interdisciplinario de las Ciencias de la Universidad del Quindío por facilitar los equipos y el personal para capturar por medio de la luz la microestructura de las fibras.

A Martín Emilio Montoya y Gerardo Zuluaga, Técnicos de Almacén de Materiales y Reactivos de la Universidad del Quindío, que con su colaboración facilitaron nuestro trabajo a lo largo del desarrollo de la Investigación.

Al profesor Oscar Otálvaro, que innumerables veces nos brindó asesoría estadística y así, orientando nuestro trabajo por un buen camino.

A la Doctora Magda Ivonne Pinzón, Directora Laboratorio de Investigación en Post - Cosecha y al profesor Germán Giraldo por orientarnos y facilitarnos los equipos, materiales y reactivos necesarios para la determinación de proteínas en el licor residual.

Al profesor Milton Gómez por orientarnos en el uso del micrómetro para la medición de diámetro y longitud de la fibra obtenida.

A los Técnicos del Laboratorio de Biología por facilitarnos el material y equipo requerido de esta dependencia.

A todos los profesores que de una manera u otra nos brindaron su colaboración resolviendo nuestras dudas, facilitándonos material requerido y orientándonos a realizar un buen trabajo.

## CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>24</b>
<b>1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA .....</b>	<b>26</b>
<b>2. JUSTIFICACIÓN.....</b>	<b>28</b>
<b>3. OBJETIVOS .....</b>	<b>30</b>
<b>3.1.OBJETIVO GENERAL.....</b>	<b>30</b>
<b>3.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....</b>	<b>30</b>
<b>4. MARCO TEÓRICO.....</b>	<b>31</b>
<b>4.1. EL PLÁTANO .....</b>	<b>31</b>
4.1.1. Importancia Socio - Económica .....	31
4.1.2. Clasificación Taxonómica .....	33
4.1.3. Uso de Subproductos después de la Cosecha .....	40
4.1.4. Uso Integral de la Planta de Plátano .....	40
<b>4.2. PROCESO ORGANOSOLV.....</b>	<b>42</b>
4.2.1. Descripción del proceso .....	42

	8
4.2.2. Antecedentes.....	43
<b>4.3. ORGANOSOLV vs. KRAFT Y OTROS PROCESOS .....</b>	<b>46</b>
4.3.1. Ventajas e Inconvenientes del proceso ORGANOSOLV frente a los procesos químicos convencionales.....	46
4.3.2 Procesos ORGANOSOLV con Mayor Proyección Industrial.....	50
<b>4.4. PROCESO KRAFT O AL SULFATO .....</b>	<b>60</b>
4.4.1. Descripción del Proceso Kraft.....	61
<b>4.5. OTROS PROCESOS.....</b>	<b>63</b>
<b>4. 6. CELULOSA .....</b>	<b>65</b>
<b>4.7. HEMICELULOSA .....</b>	<b>73</b>
<b>4.8. LIGNINA.....</b>	<b>74</b>
4.8.1. Estructura Química.....	75
4.8.2. Propiedades físicas .....	75
<b>4.9. EL ETANOL.....</b>	<b>76</b>
<b>5. METODOLOGÍA.....</b>	<b>80</b>
<b>5.1. Reconocimiento del Equipo .....</b>	<b>81</b>
<b>5.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima.....</b>	<b>81</b>
<b>5.3. Obtención de Pulpa celulósica.....</b>	<b>82</b>
5.3.1. Porcentaje de Humedad de la Materia prima.....	82



	9
5.3.2. Digestión.....	82
<b>5.4. Elección de la Mejor Digestión .....</b>	<b>83</b>
5.4.1. Determinación de Número Kappa .....	83
5.4.2. Diseño Experimental .....	84
<b>5.5. Determinación de Rendimiento de la Pulpa celulósica .....</b>	<b>85</b>
<b>5.6. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa.....</b>	<b>85</b>
<b>5.7. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida .....</b>	<b>86</b>
<b>5.8. Análisis del Licor Residual .....</b>	<b>86</b>
5.8.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford .....	86
5.8.2. Caracterización preliminar de Azúcares y Lignina .....	87
5.8.3. Tratamiento.....	87
<b>6. CÁLCULOS Y RESULTADOS .....</b>	<b>89</b>
<b>6.1. Reconocimiento del Equipo .....</b>	<b>89</b>
<b>6.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima.....</b>	<b>90</b>
<b>6.3. Obtención de Pulpa celulósica .....</b>	<b>90</b>
6.3.1. Porcentaje de Humedad de la Materia Prima .....	90
6.3.2. Digestión.....	91
<b>6.4. Elección de la Mejor Digestión .....</b>	<b>91</b>
6.4.1. Determinación de Número Kappa .....	91

	10
6.4.2. Diseño Experimental .....	95
<b>6.5. Determinación de Rendimiento de la Pulpa celulósica .....</b>	<b>96</b>
<b>6.6. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa.....</b>	<b>98</b>
6.6.1. Determinación de Porcentaje de Humedad para la Pulpa celulósica obtenida.....	98
6.6.2. Determinación de Alfa celulosa .....	99
6.6.3. Beta y Gama Celulosa .....	99
6.6.4. Gama celulosa.....	100
6.6.5. Beta celulosa.....	101
<b>6.7. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida .....</b>	<b>102</b>
<b>6.8. Análisis del Licor Residual .....</b>	<b>105</b>
6.8.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford .....	105
6.8.2. Caracterización Preliminar de Azúcares y Lignina .....	107
6.8.3. Tratamiento.....	108
<b>7. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>	<b>114</b>
<b>7.1. Reconocimiento del Equipo .....</b>	<b>114</b>
<b>7.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima.....</b>	<b>114</b>
<b>7.3. Elección de la Mejor Digestión .....</b>	<b>115</b>
7.3.1. Selección del Tipo de método ORGANOSOLV.....	115
7.3.2. Posibles Reacciones en la Determinación de Número Kappa.....	115

	11
7.3.3. Análisis de Parámetros y Variables que influyen en el Número Kappa de la Pulpa celulósica obtenida .....	116
7.3.4. Análisis de las posibles reacciones ocurridas dentro de la Digestión.....	118
7.3.5. Análisis del Diseño Experimental .....	120
<b>7.4. Análisis de Rendimiento de la Pulpa celulósica obtenida .....</b>	<b>121</b>
<b>7.5. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa.....</b>	<b>121</b>
<b>7.6. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida .....</b>	<b>122</b>
<b>7.7. Análisis del Licor Residual .....</b>	<b>122</b>
7.7.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford .....	122
7.7.2. Caracterización Preliminar de Azúcares y Lignina .....	123
7.7.3. Análisis para Posibles tratamientos del Licor Residual.....	124
<b>7.8. Posibilidades de Aplicación Industrial .....</b>	<b>126</b>
<b>8. CONCLUSIONES .....</b>	<b>130</b>
<b>9. RECOMENDACIONES .....</b>	<b>132</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>134</b>
<b>10. Anexos.....</b>	<b>136</b>
<b>Anexo A. Fotografía del Equipo.....</b>	<b>138</b>
<b>Anexo B. Especificación de los Equipos empleados en el Proyecto de Investigación</b>	<b>140</b>

<b>Anexo C. Diseño Experimental .....</b>	<b>142</b>
<b>Anexo D. Norma Icontec 1284. “Pulpa celulósicas. Determinación del Número Kappa”.....</b>	<b>145</b>
<b>Anexo E. Norma ICONTEC 697. “Pulpa celulósicas para papel. Método para determinar las celulosas alfa, beta y gama” .....</b>	<b>159</b>
<b>Anexo F. Método de desecación por infrarrojo .....</b>	<b>172</b>
<b>Anexo G. Determinación de la longitud y diámetro de las fibras .....</b>	<b>174</b>
<b>Anexo H. Determinación de Proteínas por el Método Bradford.....</b>	<b>176</b>
<b>Anexo J. Estándares y Curva de Calibración Cuantificación de Proteína del Licor Residual .....</b>	<b>182</b>
<b>Anexo K. Comportamiento del Equipo (Relación Temperatura – Tiempo – Presión alcanzada).....</b>	<b>185</b>
<b>Anexo L. Datos de Longitud y Diámetro para ambas mezclas .....</b>	<b>188</b>
<b>Anexo M. Microfotografías de las Diferentes Fibras Obtenidas.....</b>	<b>195</b>

## LISTA DE FIGURAS

	<b>pág.</b>
Figura 1. Taxonomía, Clasificación y Nomenclatura de los plátanos comestibles que se cultivan en Colombia	34
Figura 2. Diagrama de un proceso “ORGANOSOLV” para la obtención de pasta, lignina y azúcares.	43
Figura 3. Diagrama de Proceso Kraft a partir de Madera	62
Figura 4. Diagrama Global del Proceso de Digestión	80
Figura 5. Adición Nucleofílica del Permanganato de Potasio a una cadena insaturada	115
Figura 6. Oxidación Alcohólica con reordenamiento	116
Figura 7. Oxidación Alcohólica Sencilla	116
Figura 8. Monómero fenólico ionizado en medio alcalino.	119

## LISTA DE GRÁFICAS

	<b>pág.</b>
Gráfica 1. Comportamiento del Digestor	89
Gráfica 2. Resultados de la Determinación de Número Kappa	95
Gráfica 3. Neutralización de Licor Residual Mezcla 1	109
Gráfica 4. Neutralización del Licor Residual Mezcla 2	111
Gráfica 5. Comparación de la Neutralización de los Licores Residuales	113

## LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Algunos resultados del Proyecto de Investigación	22
Tabla 2. Área cosechada producción por Regiones Naturales de Colombia	32
Tabla 3. Condiciones Proceso ORGANOSOLV con Etanol – Alcalino	51
Tabla 4. Condiciones Proceso ORGANOSOLV Alcell	53
Tabla 5. Condiciones Proceso ORGANOSOLV Organocell	56
Tabla 6. Condiciones Proceso ORGANOSOLV ASAM	58
Tabla 7. Comparación Procesos ORGANOSOLV vs. Procesos Convencionales	64
Tabla 8. Grados de polimerización de celulosa de distintos orígenes	69
Tabla 9. Datos Humedad Materia Prima	90
Tabla 10. Diferentes Digestiones realizadas	91
Tabla 11. Datos Números Kappa	93
Tabla 12. Promedios de Número Kappa	94
Tabla 13. Porcentaje Lignina en la pulpa celulósica	94
Tabla 14. Comparación F calculado y F tabla (nivel de significación al 5 %)	96
Tabla 15. Datos Rendimiento mezcla 1 a 12 psi	97
Tabla 16. Datos Rendimiento mezcla 2 a 60 psi	97
Tabla 17. Rendimientos (%) de las Digestiones	98
Tabla 18. Porcentajes de Humedad Pulpa celulósica obtenida	98
Tabla 19. Porcentajes $\alpha$ , $\beta$ , y $\gamma$ celulosa	102

Tabla 20.	Resultados Estadísticos para Longitud de la fibra obtenida	103
Tabla 21.	Resultados Estadísticos para Diámetro de la fibra obtenida	103
Tabla 22.	ANOVA Medidas Longitud de la fibra obtenida	104
Tabla 23.	ANOVA Medidas Diámetro de la fibra obtenida	104
Tabla 24.	Resultados Cuantificación de Proteínas	106
Tabla 25.	Resultados Pruebas Fitoquímicas	107
Tabla 26.	Datos Neutralización Licores Residuales en mezcla 1	108
Tabla 27.	Datos Neutralización Licores Residuales en mezcla 2	110
Tabla 28.	Datos de la neutralización Licores Residuales Comparación mezcla 1 y mezcla 2	112
Tabla 29.	Análisis de Resultados Análisis fitoquímico de Azúcares y Lignina en el Licor Residual	123
Tabla 30.	Comparación de Resultados Métodos ORGANOSOLV y Kraft	130



## GLOSARIO

- **ALFA CELULOSA:** es la fracción de celulosa insoluble en bases fuertes (Celulosa de cadena larga).
- **BETA CELULOSA:** es la fracción soluble en bases fuertes, pero que puede precipitar parcialmente en medio neutro.
- **CELULOSA:** es el componente estructural mayoritario de la pared celular y se encuentra en íntima asociación con la lignina y la hemicelulosa, constituyendo la denominada lignocelulosa. La proporción de estos polímeros varía según el origen del residuo lignocelulósico considerado. La celulosa es un polímero tridimensional que determina en las plantas fibrosas el carácter de su fibra y permite su utilización en la fabricación del papel.
- **DIGESTIÓN:** infusión prolongada, en un líquido apropiado, de aquel cuerpo del que se quiere extraer un determinado compuesto.

- **ECF:** libre de Cloro Elemental (Pulpa blanqueada sin cloro elemental).
  
- **FIBRA:** la fibra es un material vegetal que desde sus inicios se extraía de plantas como el algodón, la cebada, el lino, etc.
  
- **FIBRA CORTA:** la fibra corta se extrae de árboles como el abedul, haya y eucaliptus. Ésta le aporta las siguientes cualidades estéticas al papel:
  - Propiedades visuales y táctiles a la superficie
  - Superficie más pareja
  
- **FIBRA LARGA:** la fibra larga se extrae de árboles como el pino y el abeto. Ésta le aporta ciertas cualidades específicas al papel, como por ejemplo:
  - Alta resistencia y rigidez.
  - Alta propiedad mecánica (mayor resistencia para acuñar y troquelar, entre otros).
  
- **GAMA CELULOSA:** es la fracción remanente en bases fuertes (Celulosa de cadena corta).

- **KRAFT:** el proceso Kraft o de sulfato es de tipo alcalino por el cual se obtiene la mayor cantidad de pulpa celulósica que se fabrica actualmente. Es la superación del proceso obsoleto de soda que actuaba con una solución fuerte (12%) de NaOH y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
- **LIGNINA:** después de los polisacáridos, es el polímero orgánico más abundante en el mundo vegetal. Proporciona rigidez a la pared celular y actúa como puente de unión entre las células de la madera, creando un material que es notablemente resistente a los impactos, compresiones y flexiones.
- **NÚMERO KAPPA:** es una medida indirecta de la cantidad de lignina residual en la pasta, además, expresa el grado de deslignificación alcanzado durante la etapa de digestión, éste parámetro informa sobre la menor o mayor severidad con que se ha de llevar a cabo el posterior blanqueo. Operacionalmente se define como el volumen en centímetros cúbicos consumidos por gramo de pulpa celulósica libre de humedad, de una solución 0.1 N de Permanganato de Potasio, cuando el ensayo se realiza en las condiciones descritas en la Norma Técnica ICONTEC 1284.
- **ORGANOSOLV:** son procesos para obtención de pastas celulósicas, basados en el empleo de disolventes orgánicos como medio de digestión; la materia prima se

somete a una digestión bajo condiciones de temperatura y presión normalmente elevadas utilizando un disolvente orgánico en disolución acuosa como lejía de digestión, con o sin aditivos.

- **PORCENTAJE DE LIGNINA:** se define como el Número Kappa en la pulpa celulósica por 0,15 %.
- **PULPEO:** pulpeo es el proceso de convertir la fibra virgen en una forma conveniente para hacer papel y papel cartón.
- **SEUDOTALLO:** llamado también falso tallo, tronco o penca, está formado por las vainas o calcetas de las hojas, que entrelazados se vuelven unas a otras.
- **TCF:** totalmente Libre de Cloro (Totally Chlorine Free). Pulpa blanqueada sin ningún compuesto clorado.

## RESUMEN

El presente Proyecto es el producto de la investigación sobre la aplicación del Método ORGANOSOLV para obtención de Celulosa (alternativa menos contaminante con respecto al Proceso Convencional Kraft), a partir del Seudotallo del Plátano Dominicano Hartón (*Musa paradisiaca L.*), material que en la actualidad es tratado como desecho en la industria del cultivo del plátano y que posee un gran potencial de aprovechamiento en la industria de la Celulosa.

Este proyecto se llevó a cabo con tallos recolectados inmediatamente después del corte del fruto, (Vereda Calle Larga Finca la Fortuna, Barcelona Quindío). En la etapa inicial de la investigación la materia prima fue exprimida por medio de molienda con el fin de retirarle el látex y luego se determinó su porcentaje de humedad.

Una parte de la materia prima se sometió a digestiones por proceso ORGANOSOLV (Medio de Cocción: 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio) y otra parte a digestiones por proceso Kraft (Medio de Cocción: 92 % Agua – 0 % Etanol – 8 % Hidróxido de Sodio), ambos procesos a cuatro diferentes presiones aproximadamente de 12, 20, 40 y 60 psi con temperaturas aproximadas de 80, 110, 132 y 145 °C respectivamente. Posteriormente se determinó el Número Kappa de las pulpas celulósicas obtenidas (buscando conocer cuál era la mejor combinación de éstas condiciones) ya que éste valor indica qué tan efectivo fue el grado de separación celulosa – lignina. Teniendo los resultados de Número Kappa, se procedió a analizarlos estadísticamente, determinando

que la pulpa celulósica obtenida mediante digestión ORGANOSOLV a aproximadamente 60 psi fue la que presentó el mejor grado de separación, ya que su Número Kappa fue el menor.

La pulpa celulósica obtenida fue analizada químicamente por determinación de Número Kappa, determinación de Alfa, Beta y Gama Celulosa y físicamente, por determinación de Longitud y diámetro (Ver Tabla 1).

**Tabla 1. Análisis de las mejores pulpas obtenidas**

	<b>Kraft mezcla 1 a 12 psi</b>	<b>ORGANOSOLV mezcla 2 a 60 psi</b>
<b>Número Kappa (mL KMnO<sub>4</sub> 0,1 N / g pulpa)</b>	207,98	124,56
<b>% Lignina</b>	64,88	23,27
<b>% Alfa Celulosa</b>	11,76	15,69

El porcentaje de lignina en la pulpa celulósica (Número Kappa x 0,15%) reportado en la literatura en el proceso Kraft empleando madera blanda es generalmente de 32%; se destaca una mejor separación por el método ORGANOSOLV ya que este presentó un valor de 23,27%. El rendimiento en alfa celulosa es alto y casi idéntico para ambas mezclas, lo que quiere decir que ambos Procesos son buenos, siendo así, el medio-ambiental, el factor que marca gran ventaja para los Procesos ORGANOSOLV (Ver Tabla 1).

Con el fin de darle un manejo adecuado a los licores resultantes de estas dos digestiones, se trataron así:

1. Recuperación de Etanol.
2. Cuantificación de Proteínas por el método de Bradford.
3. Análisis fitoquímico (cualitativo) preliminar de Taninos, azúcares y lignina.
4. Neutralización.
5. Separación de la lignina por precipitación.

De este modo se propone el Método ORGANOSOLV para obtención de celulosa como una alternativa complementaria y quizás en un futuro como otra opción en reemplazo de los procesos convencionales, justificándose que el proceso en mención emplea como materia prima un recurso no maderero, económico y de gran abundancia en la región; además de representar una opción menos contaminante, ya que utiliza solventes orgánicos que no emiten gases perjudiciales al medio ambiente y los subproductos generados pueden ser manejados adecuadamente, incluso sacar provecho de estos ya que el principalmente obtenido, es la lignina, la cual posee diversos usos.

## INTRODUCCIÓN

El consumo de pulpa celulósica ha experimentado en los últimos años un incremento notable derivado principalmente del aumento de la población, el desarrollo general en el grado de instrucción y en el avance cultural y económico del país acelerando el consumo de madera, pulpa celulósica y papel.

El presente proyecto “Obtención de Celulosa por el Método ORGANOSOLV a partir del Seudotallo del Plátano Dominic Hartón (*Musa paradisiaca L.*) ”, nace como respuesta a la necesidad urgente de buscar otros métodos menos contaminantes para el medio ambiente en la obtención de pulpas celulósicas y aprovechar al máximo los recursos abundantes de la Región.

A diferencia de esto, las fibras agrícolas no madereras, se utilizan como fuente secundaria para la obtención de celulosa, y en la mayoría de los casos éstas son consideradas como producto de desecho, tal como ocurre con el Seudotallo del Plátano después del corte del fruto; mientras que la madera es la principal fuente de fibras celulósicas para la manufactura de pasta para papel.

Actualmente, son considerados los Procesos ORGANOSOLV como alternativa en el



campo de investigación en la Industria de la obtención de la Celulosa a nivel mundial, especialmente en países Europeos.

Por lo expuesto, el presente proyecto, tiene como objetivo introducir la aplicación del Método ORGANOSOLV en la Obtención de Pulpa Celulósica.

Se espera que la consideración de este método aporte un progreso social, económico a los habitantes del eje cafetero, especialmente a los cultivadores de plátano y especialmente beneficios al medio ambiente.

## 1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

A través de los años el medio ambiente ha sufrido continuos cambios no favorables a los diferentes ecosistemas existentes en el planeta. Una de las causas de este problema es la tala exagerada de árboles (coníferas y frondosas), de los cuales se utiliza su madera como materia prima para la obtención de pulpa celulósica. La madera es la principal fuente de fibras celulósicas para la manufactura de pasta para papel, suministrando el 90 % de los requerimientos mundiales de fibras vírgenes (Gilarraz, 1998, 13) mientras que las fibras agrícolas no madereras se utilizan como fuente secundaria para la obtención de celulosa. El uso de subproductos agrícolas ayuda a alcanzar dos metas de protección ambiental. En primer lugar, se soluciona el problema de qué hacer con el producto residual de la industria platanera, ya que el Quindío aporta aproximadamente 18.476.250 toneladas de seudotallo al año ([www.cci.org.co](http://www.cci.org.co)). En segundo lugar, se ayuda a aliviar un problema de los residuos inherente a la industria papelera (<http://www.papeldelasindias.com>).

Es mentira que obtener pulpa celulósica deba significar acabar con los bosques. Simplemente hay desconocimiento de los recursos agrícolas que pueden ser aprovechados (<http://www.gacetauniversitaria.com>).

Considerando estos hechos es de gran importancia la obtención de una pasta celulósica empleando el seudotallo del plátano, ya que éste es un recurso no maderero, económico y abundante en la región; dicha pasta celulósica fue obtenida por el método ORGANOSOLV,

que es una alternativa menos contaminante, ya que utiliza solventes orgánicos que no emiten gases perjudiciales al medio ambiente.

## 2. JUSTIFICACIÓN

Tradicionalmente al cosechar el racimo del plátano, se utiliza solamente de 20 a 30% de la biomasa de la planta (abono verde en la plantación). Sin embargo, existen otras posibilidades de utilizar algunas partes de la planta para: la alimentación animal y consumo humano para la industria, como es el caso de la elaboración de hojuelas tipo Corn Flakes a partir del vástago, las cuales tienen altos contenidos de fibra, proteína, minerales; además para la producción de colorantes naturales para telas (licor tánico) entre otros. Las maneras de aprovechamiento mencionadas anteriormente son todas de gran importancia, pero partiendo de que el tallo contiene una buena parte de celulosa y hemicelulosas (compuestos importantes en el desarrollo de la fibra) no es factible decir que su uso como alimento para animales y como abono orgánico es altamente potencial, ya que la obtención de material celulósico representa una mayor comercialización del producto y un aporte a la industria que lo anterior no ofrece (Cayón, 2000).

De esta forma podríamos aprovechar integral y eficientemente nuestros recursos agrícolas con el menor perjuicio a la naturaleza. Además, el empleo de especies diferentes a la madera, se justifica por la creciente escasez de recursos madereros para abastecer las necesidades del mercado. El empleo de estos materiales puede ayudar a contrarrestar la deforestación incontrolada, que es a su vez una de las causas de problemas ecológicos de mayor envergadura (Gilarraz, 12).

Ante la dificultad ambiental han surgido otras alternativas de obtención de pastas celulósicas, como lo son los procesos ORGANOSOLV. Estos procesos de obtención de pastas para papel están basados en el empleo de disolventes orgánicos como medio de digestión. Estos procesos que no son contaminantes ni tampoco requieren una elevada inversión inicial (Gilarraz, 8) pueden llegar a ser un complemento o incluso una alternativa a los métodos convencionales, los cuales presentan una serie de inconvenientes: Elevada inversión, olores desagradables, bajos rendimientos, pastas de difícil blanqueo, elevada contaminación y deforestación (Gilarraz, 10).

### 3. OBJETIVOS

#### 3.1.OBJETIVO GENERAL

Obtener celulosa por el método ORGANOSOLV a partir del Seudotallo del Plátano Dominico Hartón (*Musa Paradisiaca L.*) y determinar su calidad por métodos químicos y físicos.

#### 3.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS

3.2.1.Extraer celulosa del seudotallo del plátano (*Musa Paradisiaca L.*).

3.2.2.Caracterizar la pasta obtenida por métodos químicos (Determinación de Número Kappa y Alfa - Beta - Gama Celulosa).

3.2.3.Determinar la calidad de la pasta para la fabricación de papel mediante análisis físicos (Longitud y Diámetro).

## 4. MARCO TEÓRICO

### 4.1. EL PLÁTANO

#### 4.1.1. Importancia Socio - Económica

El cultivo del plátano en Colombia se ha constituido en un renglón de importancia socioeconómica, desde el punto de vista de seguridad alimentaria y generación de empleo. Dentro del sector agropecuario, ocupa el quinto lugar después del café, la caña de azúcar, la papa y las flores, participando con 6,8% del total de la producción agrícola del país.

En Colombia, se cultivan alrededor de 381.000 ha, con una producción total / año de 2,9 millones de racimos, de las cuales 95% se destinan al mercado interno y el resto a la exportación. Los principales centros productores se encuentran en la zona cafetera de la Región Andina, donde se cultivan 234.000 ha (61% del área cultivada), que aportan 59% de la producción nacional (Ver Tabla 2) (Aranzazu, 2002, 1).

El departamento del Quindío, es uno de las principales productores de plátano en el país. Según estudios realizados en 1997 por el Sistema de Información Geográfica, S.I.G., de la Universidad Tecnológica de Pereira, el plátano, junto con el café, constituyen las

principales fuentes de ingreso en esta región.

En los últimos años el cultivo de plátano ha aumentado, debido a que se utiliza como sombrío, intercalándolo con el café; además, se encuentran regiones en el departamento que son especializadas en el cultivo del plátano.

**Tabla 2. Área cosechada producción por Regiones Naturales de Colombia, 2001**

Región Natural	Área (ha)	Producción (t/año)	Rendimiento (t/ha/año)	Participación del área (%)	Participación Producción (%)
Caribe	42.502	365.436	8.6	11.1	12.5
Pacífica	44.990	273.058	6.1	11.8	9.3
Andina e Interandina	233.971	1.721.442	7.4	61.4	58.8
Orinoquía	29.878	390.700	13.1	7.8	13.4
Amazonía	29.966	175.777	5.9	7.9	6.0
San Andrés	46	169	3.7	0	0
Total	381.352	2.926.581	7.7	100	100.0

Fuente: Carlos Humberto Gutiérrez, Minagricultura (Aranzazu, 2002, 2)

El cultivar una hectárea de plátano tecnificado, tradicional e intercalado genera 1.68, 0.39 y 0.19 empleos directos permanentes por ha / año, respectivamente. En el país, el cultivo genera aproximadamente 286.000 empleos directos permanentes por año, que equivalen, a 57.000 familias de 5 miembros cada una, dedicadas a las labores del cultivo. En los tres principales departamentos del Eje Cafetero Central, se estima que el cultivo genera 53.000 empleos permanentes por año.



#### 4.1.2. Clasificación Taxonómica

Los plátanos y bananos son plantas monocotiledóneas herbáceas, que pertenecen a la familia de las Musáceas y al género *Musa* que contiene de 30 a 40 especies diploides, siendo éstas nativas del Sudeste Asiático incluida la India, Tailandia y Australia (Aranzazu, 5).

La familia de las Musáceas que a su vez está dividida en tres subfamilias (Ver figura 1), una de las cuales es la Musoidea, está formada por dos géneros muy conocidos difundidos por todo el mundo, como son el *Ensete* y el *Musa*, siendo éste último el de mayor interés para el hombre.

Este género está constituido por series o secciones, de las cuales sobresale por su importancia la denominada *Eumusa* (Aranzazu, 47), siendo el plátano un híbrido triploide de *Musa acuminata* y *Musa balbisiana* (<http://www.infoagro.com>).

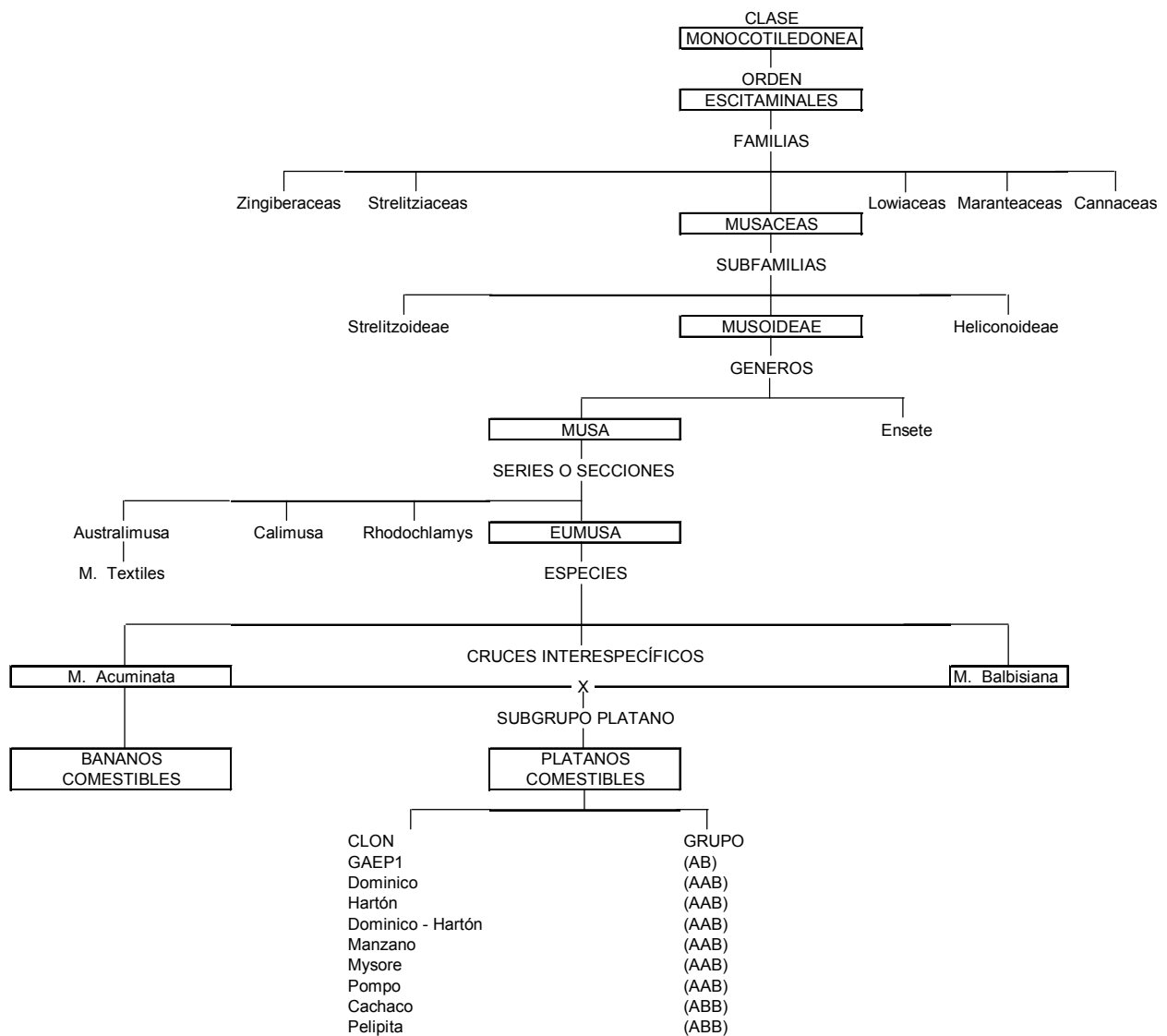


Figura 1. **Diagrama Taxonomía, Clasificación y Nomenclatura de los plátanos comestibles que se cultivan en Colombia**

#### 4.1.2.1. Morfología

Una planta de plátano está conformada por las siguientes partes: raíz, tallo, seudotallo, yemas, hojas y racimo o inflorescencia (Aranzazu, 2002, 5).

- El tallo. La unidad básica de multiplicación vegetativa de la planta es el colino, constituido por un tallo subterráneo denominado “cormo”, que es un bulbo con entrenudos cortos y yemas axilares. Estas yemas al desarrollarse, dan origen a nuevos colinos que conforman en conjunto la planta de plátano.

La parte superior del bulbo está conformada por brácteas fuertemente entrelazadas, que protegen el ápice vegetativo que es el que produce las hojas y en su etapa final la inflorescencia o racimo.

El cormo da origen a las raíces, sostiene la planta, genera los colinos (hijuelos, puyones o retoños) y produce las hojas y el racimo.

El cormo, después de su siembra, presenta una evolución que es necesario destacar. Sea cual fuera la profundidad de siembra o tamaño de semilla, siempre forma un segundo cormo. El cormo sembrado nunca crece de tamaño, solo germina y su punto de crecimiento casi a nivel del suelo, origina el segundo cormo, el cual se hace visible, o consolida entre los 6 y 7 meses después de la siembra. Además, es el responsable de producir el racimo. Para los ciclos posteriores, cada colino forma un solo cormo que está adherido al cormo madre por un tejido alargado a conducto comunicador.

- El Seudotallo. Llamado también falso tallo, tronco o penca, está formado por las vainas o calcetas de las hojas, que entrelazados se vuelven unas a otras (Aranzazu, 6).

La edad de la planta, el ciclo productivo y la variedad determinan la altura y grosor del seudotallo de la planta. El color del seudotallo que depende de la variedad cambia de verde claro a rojo. Las funciones principales del seudotallo son: sostener el racimo, y transportar agua y nutrientes.

- Las hojas. Se distribuyen en forma de espiral y aparecen con intervalos de tiempo, influenciados por la altura sobre el nivel del mar, la variedad y el régimen de lluvias.

Una hoja está conformada por el limbo, la nervadura central, el pecíolo y la vaina o calceta. En las hojas se elaboran los alimentos (fotosíntesis) y por allí respira la planta.

Cada planta de plátano forma durante su ciclo vegetativo entre 36 a 40 hojas las cuales se desarrollan aproximadamente cada 6 días en zonas cálidas, y cada 12 días en zonas de mayor altitud. En la zona cafetera, la planta emite una hoja aproximadamente cada 7 días; por lo tanto, la altitud y la temperatura son los factores condicionantes para la duración de los ciclos vegetativos.

- La inflorescencia o racimo. Se desarrolla en el interior del tallo o corno a partir del ápice de crecimiento. Está compuesta por el tallo floral o raquis que sostienen la bellota

o flor. Las flores femeninas del racimo salen envueltas en unas hojas modificadas de color morado o púrpura llamadas brácteas; estas se caen y dejan ver grupos de flores femeninas y originan las manos o gajos del racimo. Cada flor en las diferentes manos se denomina dedo, que para la variedad Dominico, Dominico Hartón y Hartón no producen semilla.

Desde la aparición de la bellota hasta el llenado del racimo transcurren entre tres y cinco meses, según las condiciones climáticas (Aranzazu, 7).

#### 4.1.2.2. Variedades

En el subgrupo de los plátanos hay muchas variedades cultivadas, de las cuales las más conocidas son el Hartón, Dominico Hartón, Dominico, Morado, Maqueño y Truncho.

Se encuentran algunas variedades afines a los plátanos como el Cachaco o Espermo, Pelipita, Pompo o Comino.

Las variedades de plátano más cultivadas en Colombia son: El Hartón, Dominico Hartón y Dominico (Aranzazu, 8).

- Clon *Dominico*. Generalidades. Pertenece al subgrupo, Musa AAB. Su nombre vulgar más común es el de “Dominico” o plátano “French Plantain” (Belalcázar, 30).

Se caracteriza por producir un mayor número de manos y dedos por racimo que el Dominico Hartón, su peso supera fácilmente los 30 Kg. Se adapta bien a las condiciones entre 1500 y 1900 m.s.n.m<sup>\*</sup>. A este grupo pertenecen también los plátanos conocidos como “hembra 300” o madre del plátano (Aranzazu, 2002, 9).

- Seudotallo. Puede alcanzar 3.66 m de altura y 18.65 cm de diámetro, tomado éste último a un metro de la superficie del suelo en el momento de aparecer la inflorescencia. Presenta un fondo verde con manchas oscuras y los bordes y las vainas un tinte rosado. Sus rebrotes tienen mayor contenido de cera en las vainas y en las hojas que las plantas adultas. Los retoños de hojas anchas muestran manchas rojas que luego desaparecen.
- Clon *Dominico – Hartón*. Generalidades. Este clon pertenece al subgrupo plátano, Musa AAB. Su nombre vulgar en el país corresponde a “Dominico Hartón” y en otros países de América Latina corresponde a “Macho por Hembra”, “Maricongo” o “Bastard”. Es un rico material bastante inestable, que de acuerdo con la altitud de siembra muestra el efecto de la interacción genotipo – ambiente sobre el fenotipo de la planta y su racimo. Es considerado como un cultivo intermedio entre el “Dominico” y el “Hartón” (Belalcázar, 30).

Es la variedad mejor adaptada a la zona cafetera, produce racimos con aproximadamente 7 manos y 50 dedos de tamaño mediano, su peso oscila entre 9 y 28

---

\* m.s.n.m : Indica la altura en metros sobre el nivel del mar

Kg, siendo frecuentemente un peso promedio de 16 Kg cada racimo. Se cultiva entre 1000 y 1500 m.s.n.m (Aranzazu, 2002, 9).

- Seudotallo. Puede alcanzar 3.3 m de altura y 18 cm de diámetro, tomado a un metro del nivel del suelo en el momento de aparecer la inflorescencia. Presenta un color verde claro con manchas ligeramente oscuras y los bordes de las vainas como en las hojas. Los rebrotes de hojas anchas presentan manchas rojas y luego desaparecen.
- Clon *Hartón*. Generalidades. Pertenece al subgrupo plátano, Musa AAB. Su nombre vulgar es “Hartón”, que es un “falso cuerno”. Genéticamente es más estable que el “Dominico – Hartón” (Belalcázar, 30).

Se cultiva principalmente en clima cálido entre 0 y 1000 m.s.n.m. Es una variedad que produce racimos con pesos entre 6 y 15 Kg., con aproximadamente 5 manos y 25 dedos de gran tamaño (Aranzazu, 2002, 9).

- Seudotallo. Es el más alto del subgrupo, alcanza una altura promedio de 3.78 m y un diámetro de 18 cm, medido a un metro de la superficie del suelo en el momento de aparecer la inflorescencia. Su color es verde claro con manchas oscuras pero sin tonalidades rojizas. Sus rebrotes no son muy numerosos y presentan bastante cera tanto en las vainas como en las hojas. Se ha observado que forman hojas funcionales a mayor altura (1.50m) que los rebrotes de otros clones. También en las hojas de rebrotes denominados como “orejones” se observan manchas rojas (Belalcázar, 30).

#### 4.1.3. Uso de Subproductos después de la Cosecha

Tradicionalmente al cosechar el racimo, se utiliza solamente de 20 a 30% de la biomasa de la planta (abono verde en la plantación). Sin embargo, existen otras posibilidades de utilizar algunas partes de la planta para la alimentación animal, consumo humano, para la industria, como es el caso de la elaboración de hojuelas tipo Corn Flakes a partir del vástago, las cuales tienen altos contenidos de fibra, proteína y minerales y la producción de colorantes naturales para telas (licor tánico).

#### 4.1.4. Uso Integral de la Planta de Plátano

- Cormo: Compost, alimentación humana.
- Seudotallo: Alimentación animal, licor tánico, papel, aglomerados, medicinal.
- Calcetas: Artesanías, empaques.
- Tallo Floral: Alimentación humana (palmitos), medicinal.
- Hojas: Empaque (tamal), platos, papel, concentrado para animales.
- Bellota: Alimentación humana (pasteles), adornos florales, medicinales.



- Vástago: Elaboración de papel, alimentación humana (hojuelas), elaboración de mermeladas.
- Cáscara: Elaboración de harinas, alimentación humana (deshidratada), alimentación animal.
- Pulpa: Frituras, patacón prefrito y congelado, tostones, harina, aborrajado, bocadillos, vinagre, tortas, mermelada, alcohol (Aranzazu, 2002, 99).

## 4.2. PROCESO ORGANOSOLV

### 4.2.1. Descripción del proceso

Los procesos ORGANOSOLV para obtención de pastas para papel están basados en el empleo de disolventes orgánicos como medio de digestión. Estos procesos pueden llegar a ser un complemento o incluso una alternativa a los métodos convencionales, ya que no son contaminantes ni tampoco requieren una elevada inversión inicial.

En la Figura 2 se esquematiza un proceso ORGANOSOLV en general: la materia prima se somete a una digestión bajo condiciones de temperatura y presión normalmente elevadas utilizando un disolvente orgánico en disolución acuosa como lejía de digestión, con o sin aditivos. Tras la etapa de digestión, se obtiene una pasta celulósica cruda (ya lavada) con rendimientos del 50-60%. La lejía negra resultante del proceso se lleva a una etapa en la que se recupera el disolvente y se separa la lignina de bajo peso molecular y una disolución acuosa de azúcares.

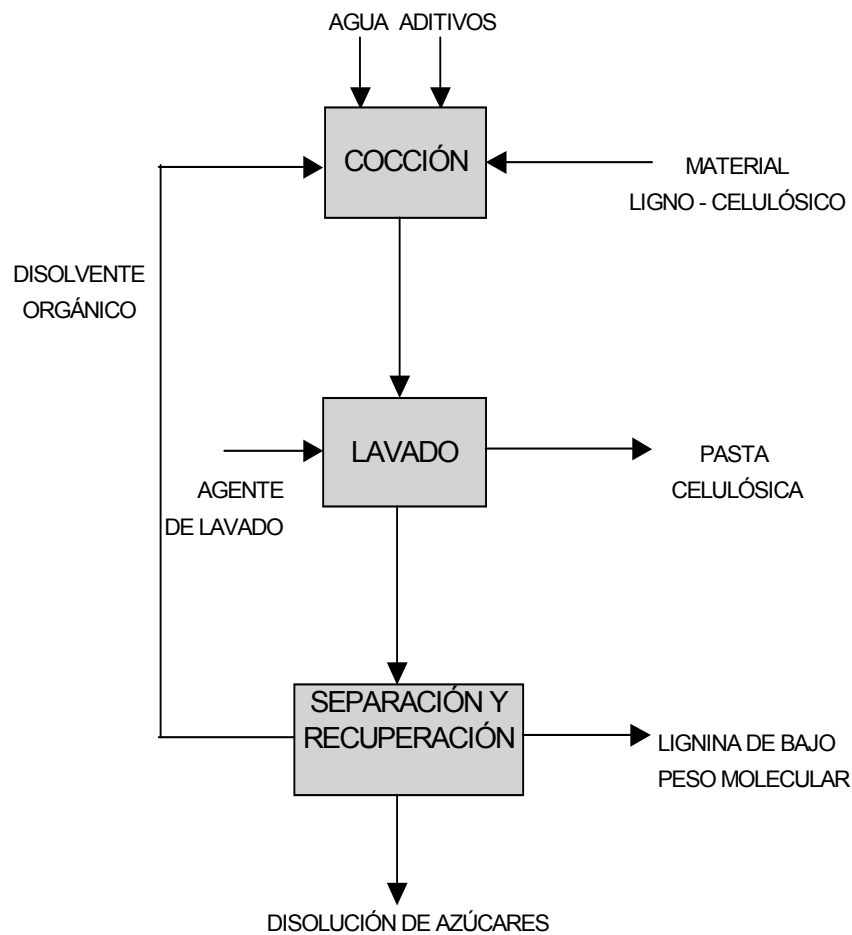


Figura 2. Diagrama de un proceso “ORGANOSOLV” para la obtención de pasta, lignina y azúcares.

#### 4.2.2. Antecedentes

Algunos de los primeros estudios referentes a digestiones ORGANOSOLV se deben a Aronovsky en los años 30. Este estableció una lejía compuesta por una mezcla disolvente orgánico/agua que era capaz de deslignificar la biomasa lignocelulósica a alta temperatura.

También observó que las lejías ácidas deslignificaban mejor y su pH descendía merced a la liberación de ácidos orgánicos de la madera durante su digestión. Otros pioneros en estos procesos fueron Kleinert y Tayenthal quienes, unos años antes, propusieron la utilización de Etanol como disolvente en el pretratamiento de la madera.

Desde entonces, un gran número de investigadores han ensayado procesos organosolv a escala de laboratorio empleando lejías de digestión tanto de naturaleza ácida como básica; también se han llevado a cabo experiencias en planta piloto con producciones de hasta 15 T/día de pasta. (Gilarraz, 1998, 9).

Ya por los años 70 se empezó a pensar en estos procesos como una alternativa a los procesos químicos existentes, los cuales presentaban (y presentan) una serie de inconvenientes: elevada inversión, olores desagradables, bajos rendimientos, pastas de difícil blanqueo, elevada contaminación, etc. Primero se modificaron los procesos existentes (proceso Kraft al bisulfuro, procesos con polisulfuro, etc); después se plantearon otros procedimientos que operaban en ausencia de azufre, evitándose así los malos olores. Estos nuevos procesos convencionales acarreaban nuevas dificultades en la recuperación de los reactivos o presentaban problemas de corrosión o de toxicidad.

A mediados de los años 80 los procesos ORGANOSOLV recobran interés por la insistente búsqueda de alternativas eficaces, en ausencia de azufre, que no requieran una elevada inversión para su implantación. Ello coincidió con el gran aumento en la demanda de pasta y con el periodo en que los procesos al sulfato empiezan a ser cuestionados por su repercusión medioambiental. Los procesos con disolventes orgánicos podían llegar a jugar

un papel, si no relevante, sí complementario a los métodos convencionales de obtención de pasta. En algunos estudios de esos años estos procesos eran considerados más como un tratamiento de la biomasa en tres importantes materias primas: celulosa (enzimáticamente hidrolizable), polímero fenólico de lignina y azúcares procedentes de la degradación de la hemicelulosa. De todas ellas pueden obtenerse productos de interés comercial.

A pesar de que en la actualidad las plantas Kraft no tienen serios competidores dentro de los procesos químicos, por la elevada calidad del producto obtenido a partir, tanto de especies duras como blandas y la eficaz recuperación de sus reactivos, los problemas medioambientales y de elevada inversión anteriormente comentados no parecen aconsejar la construcción de nuevas plantas o la ampliación de la capacidad de las existentes. Por otro lado, la filosofía actual es diferente a la considerada en su día en el desarrollo de los procesos convencionales: la madera ya no es solamente vista como una fuente de fibras celulósicas, sino como un material multicomponente del que puede aprovecharse todo; incluso se hace un paralelismo con el fraccionamiento del crudo de petróleo al hablarse de “refinería de la madera”. Es en este punto donde los procesos ORGANOSOLV adquieren su mayor sentido, ya que pueden separar los distintos subproductos, con lo que ello supondría para la economía del proceso.

El resurgimiento de estos procesos se confirma por la aparición de numerosos trabajos desde principios de los años 80 hasta los años 92/93, fechas a partir de las cuales se observa una disminución en el número de artículos publicados, quizás por la búsqueda de nuevas alternativas o, incluso, por el conservadurismo de la industria papelera en su conjunto. Es a partir del año 1995 cuando parece que el tema recobra de nuevo interés. Conviene resaltar

que desde este momento, la mayoría de los trabajos publicados en este campo están basados en la deslignificación de residuos lignocelulósicos de plantas anuales y no solamente de especies madereras (Gilarraz, 10).

Hoy por hoy cualquier proceso ORGANOSOLV lleva implícita la idea de obtener conjuntamente pasta celulósica, lignina y azúcares, es decir, se busca el aprovechamiento integral del material lignocelulósico de partida. La lignina separada puede tener un valor de cinco veces superior a la lignina Kraft utilizada como combustible y, además, esta lignina parece tener unas mayores posibilidades de aplicación. La corriente de azúcares puede emplearse para obtener Etanol, furfural, proteínas para alimentos, edulcorantes, etc. Haciendo un balance económico, la venta de la pasta podría representar un 62% del total de los ingresos, la lignina el 22% y el Etanol obtenido vía fermentación el 16% (Gilarraz, 11).

#### 4.3. ORGANOSOLV vs. KRAFT Y OTROS PROCESOS

##### 4.3.1. Ventajas e Inconvenientes del proceso ORGANOSOLV frente a los procesos químicos convencionales

Los procesos ORGANOSOLV presentan en muchos aspectos claras ventajas si se comparan con los procesos químicos convencionales. A la vista de su impacto medioambiental y atendiendo a las propiedades de las pastas obtenidas, se entiende a aquellos que defienden la posibilidad de utilizar estos procesos como alternativa o complemento de los procesos convencionales. A pesar de que los procesos ORGANOSOLV, en general, requieren largos tiempos de digestión y temperaturas

superiores a los 170 °C, no se produce una excesiva pérdida de rendimiento en pasta debido a que el disolvente ayuda a la eliminación selectiva de la lignina de la madera. Además se consiguen pastas de cierta calidad, que presentan las siguientes ventajas frente a las convencionales:

- Para un mismo número Kappa las pastas ORGANOSOLV dan lugar a mayores rendimientos que los de las pastas Kraft, consecuencia de la mayor selectividad de la deslignificación. Además, muestran un excelente rendimiento en celulosa merced a la buena retención de los polisacáridos.
- Las pastas alcalinas presentan una calidad para formar hojas similar a la de las Kraft, mientras que las ácidas incluso superan la calidad de las pastas al sulfito.
- Las pastas ácidas poseen un elevado contenido en  $\alpha$ -celulosa, así como una notable reactividad química. La alta riqueza en celulosa reduce sus pérdidas por disolución en el circuito de aguas blancas y su reactividad hace posible su empleo como “pasta para disolver”.
- Presentan una muy buena aptitud para el blanqueo, que se explica por el bajo peso molecular de la lignina ORGANOSOLV, la cual por otra parte, no está tan enredada con la pared celular como la lignina Kraft. Ello permite reducir el consumo de reactivos durante el blanqueo y/o utilizar secuencias libres de cloro. Existe, pues, la posibilidad de obtener ECF y TCF.
- Su bajo contenido en extractos dificulta la deposición de éstos a lo largo del proceso. (Gilarraz, 100)

- Las pastas obtenidas en medio alcohólico contienen bajos niveles de lignina condensada siempre que el pH de digestión esté comprendido entre los de las pastas Kraft y los de las pastas al sulfito.

Desde el punto de vista del proceso en su conjunto, estos métodos manifiestan una serie de ventajas de índole industrial respecto a los procesos convencionales, a saber:

- El consumo relativo de agua, de energía y de reactivos es muy inferior al del proceso al sulfato.
- La mayor facilidad en la recuperación de reactivos y en el control de la contaminación dan lugar a unos costos de amortización y operación muy razonables, lo que denomina una capacidad mínima rentable reducida para casi todos los procesos ORGANOSOLV. La inversión necesaria para el ciclo de recuperación de una planta Kraft tiene tal impacto sobre la economía del proceso que es determinante a la hora de comparar el tamaño mínimo rentable de toda la instalación. A título comparativo una planta Kraft para ser rentable necesita producir aproximadamente tres veces más de pasta que una planta ORGANOSOLV, para la que incluso se han considerado capacidades válidas desde solamente 60 t/día.
- Aunque algunos de los procesos considerados no plantean la recuperación de la lignina como subproducto, hay que destacar que su aprovechamiento como combustible es más rentable que en un método convencional. La lignina obtenida



presenta un mayor poder calorífico, además de permitir un diseño de caldera de recuperación de leñas de mayor eficiencia energética.

- Como la mayoría de los procesos ORGANOSOLV la capacidad mínima rentable es reducida, los subproductos no son necesariamente esenciales para la economía de estos procesos. No obstante, la facilidad que presenta su separación permite aumentar su valor y, por extensión, mejorar la rentabilidad económica de la instalación. En todo caso, la diversificación de la producción es siempre una medida aconsejable. La lignina, principal subproducto del proceso, se puede aislar sin dificultad, como un producto sólido con posibles salidas comerciales, en tanto que los azúcares se pueden extraer como un jarabe valioso (Gilarraz, 101).

Los procesos ORGANOSOLV también presentan ciertas ventajas en materia medioambiental frente a los métodos convencionales de obtención de pastas químicas. Esta circunstancia es, sin duda, la que ha motivado un mayor interés por el desarrollo tecnológico de este tipo de procesos. Así:

- La mayoría de los procesos operan en ausencia de azufre. Cuando esto no es así, la transformación de los compuestos sulfurosos no da lugar a la emisión de mercaptanos, que son los principales responsables de los olores desagradables de las plantas convencionales. En resumen, la atmósfera no estará contaminada por compuestos volátiles de azufre.
- Como ya se ha indicado, las pastas crudas pueden blanquearse en ausencia de  $\text{Cl}_2$ , lo que se traduce en un efluente exento de compuestos orgánicos clorados.

- Los procesos en medio ácido, además de su sencillez, al no precisar una caldera de recuperación de leñas negras, apenas proporcionan emisiones gaseosas contaminantes.
- El vertido hídrico resultante es de naturaleza biodegradable, siempre que se recupere o se quemé la lignina.
- El volumen de vertido por unidad producida es muy inferior al que pudiera darse en la producción de pastas químicas por métodos convencionales (Gilarraz, 102).

#### 4.3.2 Procesos ORGANOSOLV con Mayor Proyección Industrial

- Proceso ORGANOSOLV con Etanol Alcalino

Marton y Granzow han patentado un método para producir pulpa celulósica de madera usando una mezcla de Etanol e Hidróxido de Sodio. El licor del pulpeo acuoso contiene 10 - 25 % P de Hidróxido de Sodio y 10 – 60 % V de Etanol. El tiempo del pulpeo es 0.5 - 4.0 horas y la temperatura del pulpeo es 373 - 473 K (99.85 – 199.85 °C) (Ver Tabla 3). Esencialmente, cualquier madera puede ser pulpeada.

**Tabla 3. Condiciones Proceso ORGANOSOLV con Etanol - Alcalino**

<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>
Concentración de Etanol en la lejía de digestión (% en volumen)	10- 60
Concentración de NaOH en la lejía de digestión (% en peso)	10- 25
Temperatura de digestión (°C)	99.85 – 199.85
Tiempo de digestión (min)	30- 240

El Etanol agregado a la digestión cáustica mejora su selectividad grandemente con respecto a la lignina. Igualmente la presencia de Hidróxido de Sodio mejora la habilidad deslignificante del Etanol. El pulpeado de las astillas con una mezcla acuosa de Etanol e Hidróxido de Sodio es más fácil de desfibrar que con soda o por el proceso Kraft. El solvente orgánico reduce la tensión de la superficie del licor de pulpeo a temperatura alta, la cual promueve la penetración del álcali en las astillas y la difusión de los productos de descomposición que se originan a partir de la lignina en las astillas del licor.

Pulpas celulósicas de tipo semiquímico pueden ser producidas cocinando bagazo de caña de azúcar en Etanol acuoso (40 - 60 % P). Estas pulpas celulósicas tienen rendimientos altos, Números Kappa altos y bajas propiedades de fuerza. Agregar Hidróxido de Sodio al licor de pulpeo aumenta la selectividad de deslignificación y resulta en pulpas celulósicas con rendimientos buenos, Números Kappa bajos y propiedades de fuerza aceptables. Agregando antraquinona como catalizador al sistema Etanol- agua - Hidróxido de Sodio aumenta el rendimiento de la pulpa celulósica, disminuye el Número Kappa y mejora las propiedades de fuerza.

La adición de Etanol tiene una influencia compleja en la actuación de varios derivados de antraquinona en el pulpeo alcalino. El Etanol aumenta la solubilidad del aditivo en el sistema solvente. Con la mayoría de aditivos también se estabilizan los hidratos de carbono. Un efecto positivo en la eficacia de la deslignificación puede ser observado con una pequeña adición de Etanol, pero a concentraciones altas (>50%) de Etanol se obstruye la deslignificación (<http://herkules.oulu.fi>).

- Proceso Alcell

El primer nombre de este proceso, patentado en 1978 por la empresa Canadiense C.P Associates of Montreal, Québec, fue el de “Alcohol pulping Recovery”, APR process. Otra empresa Canadiense, BEC, construyó en 1983 una planta piloto. Un año después se fundó Repap Enterprises Inc. Para desarrollar el proceso a escala industrial, que en 1987 pasó a denominarse Alcell, término derivado de “alcohol cellulose”. En marzo de 1989 esta compañía puso en funcionamiento una planta de demostración industrial en el complejo de Miramichi en New Castle, provincia de New Brunswick (Canadá), con una capacidad de 15 T/día de pasta. Durante esta etapa se probaron numerosos materiales lignocelulósicos y se ensayaron distintas secuencias de blanqueo TCF. Como resultado de la operación en planta se han podido verificar las ventajas del proceso en lo que se refiere a inversión, impacto ambiental, características de la pasta y aplicaciones de la lignina y otros co- productos del proceso (Gilarraz, 109).

La experiencia acumulada llevó a Alcell Technologies Inc., empresa filial de Repap Enterprises Inc., a proyectar una fábrica en Atholville, New Brunswick (Canadá), con el

propósito de que empezara a producir en 1997 300 T/día de pasta Alcell. Sin embargo, este proyecto se encuentra en la actualidad paralizado (Ver Tabla 4).

**Tabla 4. Condiciones Proceso ORGANOSOLV Alcell**

<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>
Concentración de Etanol en la lejía de digestión (% en volumen)	50
Temperatura de digestión (°C)	195
Tiempo de digestión (min)	60

La viabilidad de este proceso a escala industrial ha sido verificada mediante estudios en la planta piloto ya reseñada. Entre sus ventajas destacan las siguientes:

- Ventajas

Las propiedades de las pastas obtenidas son muy similares a las de las Kraft, pudiendo construir por si solas o mezcladas en gran proporción la alimentación de la máquina de papel. Las pastas pueden ser aptas también con materia prima en la preparación de “pastas para disolver” o de “pastas fluff”.

El rendimiento en pastas es de 2 a 3 unidades más alto que el del proceso Kraft.

Las cortezas de la madera alteran la calidad de la pasta producida en mucha menor medida que en el resto de procesos químicos.

La pureza en alfa celulosa de las pastas resultantes, muy elevada, reduce las pérdidas de producto por disolución de la fracción hemicelulósica en las aguas blancas.

Su capacidad mínima rentable es una cuarta parte de correspondiente a una planta al sulfato. Esto se explica por la sencillez del sistema de recuperación de reactivos, que determina unos costes de operación y mantenimiento reducidos. Es el circuito de recuperación más sencillo de los procesos analizados en este punto.

La rentabilidad del proceso se puede ver potenciada si se amplía el mercado de subproductos.

La repercusión medioambiental gaseosas de olor desagradable son prácticamente inexistentes. El vertido hídrico asociado a la producción viene a ser una tercera parte del debido a un proceso convencional (Gilarraz, 110). El efluente final de blanqueo puede estar exento de compuestos organoclorados al admitir consecuencias TCF.

Las pastas crudas presentan un índice Kappa superior al de Kraft. Su facilidad de blanqueo permite reducir el valor de este índice por debajo del de las Kraft, con menores pérdidas de viscosidad.

- Entre sus inconvenientes se destacan los siguientes:

Su producción está limitada a un reducido número especies frondosas y anuales, no siendo admitido el empleo de maderas de coníferas o frondosas densas.

Como el sistema de recuperación de disolvente no implica combustión alguna de la lignina disuelta, el proceso es energéticamente deficitario, a diferencia de lo que sucede con sus competidores, que son enérgicamente autosuficientes, cuando no excedentarios.

La comercialización de la lignina, principal subproducto, se encuentra muy condicionada por la escala de demanda.

Las condiciones de operación, muy elevadas en relación a las de los procesos convencionales, junto a la volatilidad e inflamabilidad de la mezcla disolvente, suponen un riesgo de explosión considerable, cuya cobertura mediante las medidas de seguridad oportunas implica un sobre costo de inversión y de operación.

- Proceso Organocell

El proceso MD (*Munich – Dacha procedure*) Organocell es, sin duda, el más desarrollado de los ORGANOSOLV. En 1979 se comenzó a operar con una pequeña planta piloto, donde se verificó la idoneidad del medio de digestión, que se amplió en 1982. En la antigua República Federal Alemana, en las afueras de Munich (Passing), se construyó una planta de demostración que empezó a funcionar en 1987 produciendo 5 T/día de pasta. Debido a los

buenos resultados de esta planta, la empresa licenciataria del proceso, Organocell Thyssen GMBH, remodeló una planta al sulfito en Kelheim, a 120 Km de Munich, para instalar una fábrica de 150.000 T/año de pasta Organocell, que entró en funcionamiento en 1992 y que operaba en una sola etapa alcalina con metanol. En la actualidad esta planta se encuentra cerrada por problemas financieros. Las condiciones de operación de este proceso serán expuestas a continuación en la Tabla 5 (Gilarraz, 111):

**Tabla 5. Condiciones Proceso ORGANOSOLV Organocell**

<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>
NaOH (% sobre madera seca)	17- 22
Antraquinona (% sobre madera seca)	0,1
Concentración de metanol en la lejía de digestión (% en volumen)	25-30
Temperatura de digestión (°C)	155-170
Tiempo de digestión (min)	60-120

- Entre sus ventajas se destacan las siguientes:

Las pastas ya blanqueadas presentan propiedades comparables a las obtenidas por el proceso Kraft.

El proceso es muy versátil en cuanto a la materia prima. No tiene limitaciones en este sentido y puede utilizar frondosas y coníferas.



Las pérdidas de disolvente son muy bajas, entre 5 y 10 Kg/t de pasta. Además, su reposición es tan solo parcial, ya que la liberación de grupos metoxilo durante la digestión contribuye a reducirla.

La recuperación de sosa y de energía se realiza en condiciones oxidantes, frente a las reductoras de un proceso Kraft, lo que permite una considerable eficiencia térmica. Así, el proceso genera un exceso de energía.

Las emisiones atmosféricas no presentan olores desagradables, en tanto las hídricas están exentas de compuestos organoclorados.

- Sus inconvenientes más señalados son:

El proceso debe contemplar tanto la recuperación del metanol como la del álcali, lo que aumenta la inversión necesaria y la capacidad mínima rentable.

El manejo de metanol es especialmente peligroso, lo que lleva consigo toda una serie de inversiones y costes adicionales.

La caldera de recuperación de reactivos debe prever de depuración del vertido atmosférico, centrada en la recolección de partículas suspendidas (Gilarraz, 112).

- Proceso ASAM

Patt y Kordsachia investigaron el proceso ASAM a escala de laboratorio en la Universidad de Hamburgo. Las buenas expectativas mostradas por el medio de digestión llevaron a la compañía alemana Kraftanlagen Heidelberg a adquirir los derechos sobre el proceso en 1985. En septiembre de 1989 entró en funcionamiento una planta piloto en Baienfurt, en la antigua República Federal Alemana, que producía 5 T/día de pasta a partir de frondosas. Tras la experiencia acumulada en dicha planta piloto, Kraftanlagen decidió construir una planta a escala industrial junto con la firma Feldmuhle, pero el proyecto se paralizó en 1990 después de la compra de esta última por Stora. Las condiciones de operación de este proceso se expondrán en la Tabla 6:

**Tabla 6. Condiciones Proceso ORGANOSOLV ASAM**

<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>
Carga química (como NaOH, % sobre madera seca)	15- 25
Ratio de álcali (Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> : NaOH / Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	85/15 – 70/30
Antraquinona (% sobre madera seca)	0,05- 0,10
Concentración de metanol en la lejía de digestión (% en volumen)	15 – 30
Temperatura de digestión (°C)	170- 180
Tiempo de digestión (min)	60 – 150

En este proceso se destaca el alto contenido en pasta. Además, las plantas poseen buenas propiedades mecánicas y alta blancura. En principio, la viabilidad técnica del proceso está contrastada mediante la experimentación a escala de planta piloto.

- El proceso ASAM presenta las siguientes ventajas:

Las pastas obtenidas se blanquean con facilidad debido a su bajo contenido en lignina. Ello da lugar a condiciones de blanqueo muy moderadas y exentas de compuestos clorados, lo que repercute muy favorablemente sobre los costes de esta etapa y sobre su impacto ambiental.

Los efluentes del blanqueo se reutilizan parcialmente en el lavado previo de la pasta cruda, lo que supone minimizar los consumos de agua, muy reducidos en relación a los procesos convencionales.

Es capaz de producir pastas a partir de especies de todo tipo.

Los compuestos de azufre utilizados en las condiciones del proceso no dan lugar a la formación de mercaptanos.

Los efluentes hídricos de la planta son biodegradables (Gilarraz, 113).

Las condiciones del proceso hacen posible su adaptación a una instalación al sulfito, aun cuando quedaría pendiente el diseño y la construcción del circuito de recuperación del metanol.

La tasa de recuperación del metanol está cercana al 99%.

La baja viscosidad de las lejías facilita su concentración por evaporación.

La composición de la carga alcalina, constituida parcialmente por carbonato sódico, limita el grado de caustificación necesario.

- Sus principales inconvenientes son:

El sistema de recuperación es complejo, lo que da lugar a una capacidad mínima rentable de consideración, similar a la del proceso Kraft.

El coste por consumo de reactivos es superior al de una fábrica Kraft. Como en el caso del proceso Organocell, la operación se encuentra sometida a un cierto riesgo de explosión, con el sobrecosto que esto lleva consigo. Otra analogía con este proceso viene dada por la necesidad de controlar la emisión de partículas a la atmósfera (Gilarráz, 114).

#### 4.4. PROCESO KRAFT O AL SULFATO

El proceso Kraft o de sulfato es de tipo alcalino por el cual se obtiene la mayor cantidad de pulpa celulósica que se fabrica actualmente. Es la superación del proceso obsoleto de soda que actuaba con una solución fuerte (12%) de NaOH y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. El proceso de soda proporcionaba bajos rendimientos y solo funcionaba bien con maderas duras de fibra corta. Se añade Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al licor de cocimiento del proceso Kraft y de ahí el nombre de proceso con sulfato. Sin embargo, la digestión se hace con una solución que contiene Na<sub>2</sub>S, NaOH y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> formado del sulfato durante la preparación y recuperación del licor para la

digestión. Aunque se pueden cocer todo tipo de maderas por el proceso Kraft y las fibras obtenidas son blanqueables y fuertes, es muy importante que las soluciones utilizadas se puedan recircular y regenerar, para reducir o eliminar el problema de la contaminación de los ríos. Las sustancias odoríferas que se desprenden durante la digestión son fuertes contaminantes del aire y difíciles de controlar.

Casi todos los procesadores que utilizan el proceso Kraft emplean madera de coníferas, y el proceso trata directamente las cantidades grandes de aceite y resinas que contienen estas maderas (Austin, 725).

#### 4.4.1. Descripción del Proceso Kraft

Los rollizos de maderas son descortezados y luego fragmentados para ser enviados a una pila de astillas para su homogenización.

Desde la pila de astillas, los chips son extraídos, clasificados y conducidos al proceso de digestión en el digestor continuo con licor blanco, una solución alcalina de soda cáustica y sulfato de sodio. Lo resultante de la digestión, la pasta de celulosa, se clasifica, se lava y posteriormente se blanquea. Una vez blanqueada, se procede al secado y embalado final de la celulosa (Ver Figura 3).

El mencionado licor blanco usado en la digestión, junto con la lignina disuelta, se convierte en un licor negro, el cual se concentra para luego ser quemado en calderas recuperadoras. La parte orgánica (lignina y otros compuestos de la madera) del licor negro producen la

energía en el proceso de combustión, generando el vapor usado para la generación de energía eléctrica y posteriormente en diferentes procesos dentro de la planta. La parte inorgánica, las sales minerales (cenizas), se recuperan después del proceso de combustión y son usados en la etapa de caustificación para regenerar el licor blanco usado en digestión.

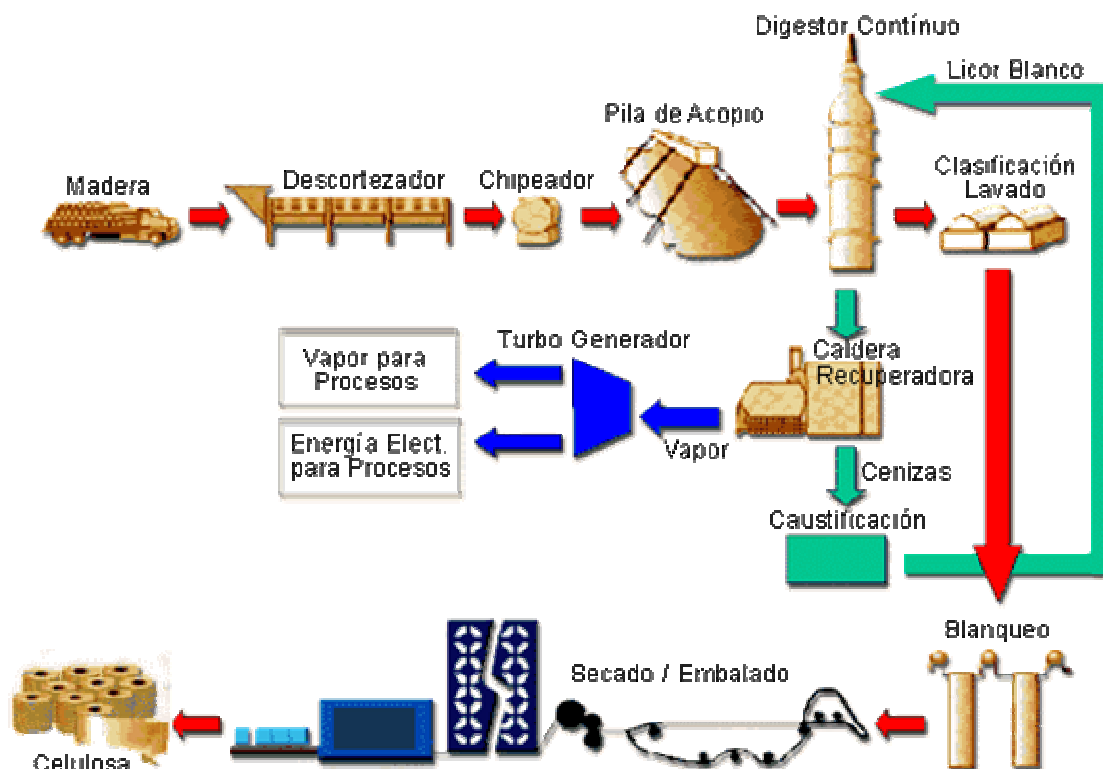


Figura 3. **Diagrama de Proceso Kraft a partir de Madera** (<http://www.papelnet.cl>)

Las cortezas de los rollizos de madera, recuperadas en los descortezadores, son quemadas en calderas de poder para producir vapor y energía eléctrica, usados para los diversos procesos productivos de la planta (<http://www.papelnet.cl>).

## 4.5. OTROS PROCESOS

### 4.5.1. Proceso al Sulfito y al Sulfito Neutro

El proceso al sulfito neutro de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), conocido también, impropiaemente como el monosulfito de sodio. El proceso convencional al sulfito ácido, da rendimientos de 45 a 55%, no se aplica a maderas resinosas, y no todas las maderas de latifoliadas pueden ser adecuadamente tratadas. Con residuos agrícolas se consigue una pulpa celulósica de baja calidad. La pulpa celulósica obtenida por el proceso al sulfito neutro es de un color bastante claro y de fácil blanqueamiento y refinación. Sus propiedades mecánicas son semejantes a las de las pulpas celulósicas químicas (<http://redinfor.lamolina.edu.pe>).

### 4.5.2. Proceso a la Sosa

Patentado en 1865, se trata del primer procedimiento químico desarrollado para obtener pasta celulósica. Este método está basado en la digestión de astillas de madera a altas temperaturas, 160 – 170 °C, con una disolución de hidróxido sódico al 10 – 15 % en peso. Una vez que la digestión ha terminado, se obtienen la pasta celulósica y las llamadas lejías negras, constituidas fundamentalmente por lignofenolatos sódicos en disolución, productos de degradación de la lignina, celulosa hidrolizada y sales sódicas de ácidos orgánicos. El método a la sosa es adecuado para la deslignificación de frondosas (Gilarraz, 1998, 97).

A continuación se presenta un cuadro comparativo de los Procesos ORGANOSOLV vs. Procesos Convencionales (Ver Tabla 7).

**Tabla 7. Comparación Procesos ORGANOSOLV vs. Procesos Convencionales**

Parámetro	Procesos ORGANOSOLV				Procesos Convencionales		
	Etanol - Alcalino	Alcell	Organocell	ASAM	Proceso KRAFT o al Sulfato (más utilizado)	Proceso al Sulfito y al Sulfito Neutro	Proceso a la Sosa
<b>Condiciones de Operación</b>	<b>Medio de Digestión:</b> Etanol – NaOH  <b>Alta Presión</b>  <b>T digestión °C:</b> 99.85 – 199.85  <b>Tiempo digestión (min):</b> 30- 240	<b>Medio de Digestión:</b> Etanol (varias etapas)  <b>Alta Presión</b>  <b>T digestión °C:</b> 195  <b>Tiempo digestión (min):</b> 60	<b>Medio de Digestión:</b> Metanol NaOH Antraquinona  <b>Alta Presión</b>  <b>T digestión °C:</b> 155-170  <b>Tiempo digestión (min):</b> 60 -120	<b>Medio de Digestión:</b> Metanol NaOH Antraquinona Sulfato de Sodio  <b>Alta Presión</b>  <b>T digestión °C:</b> 170- 180  <b>Tiempo digestión (min):</b> 60 – 150	<b>Medio de Digestión:</b> Acuoso NaOH Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Na <sub>2</sub> S Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	<b>Medio de Digestión:</b> Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	<b>Medio de Digestión:</b> NaOH  <b>Tiempo digestión (min):</b> 160 – 170
<b>Factores Medio-ambientales</b>	No emite Gases Contaminantes Menor cantidad efluente Aprovecha separación subproductos (lignina) Facilidad recuperación solvente				Emisión de Gases Contaminantes No contempla separación subproductos Subproductos utilizados como combustible		
<b>Calidad de la Pulpa</b>	Facilidad de Blanqueo Mejor separación celulosa - lignina				Blanqueo utilizando secuencias de Cloro Menor separación celulosa – lignina		



#### 4. 6. CELULOSA

La celulosa es el componente estructural mayoritario de la pared celular y se encuentra en íntima asociación con la lignina y la hemicelulosa, constituyendo la denominada lignocelulosa. La proporción de estos polímeros varía según el origen del residuo lignocelulósico considerado. La celulosa es un polímero tridimensional que determina en las plantas fibrosas el carácter de su fibra y permite su utilización en la fabricación del papel (Gilarraz, 15).

Los árboles son la principal fuente de fibras naturales para más del 90% de la producción de celulosa a nivel mundial; el restante 10% de las fibras son aportadas por otras plantas tales como pastos, bambúes, bagazos, algodones, linos, cáñamos y otros.

La manufactura de la celulosa se obtiene a partir de la separación de las fibras naturales, las que son mantenidas unidas en la estructura de las plantas por un material conocido como la lignina.

Estas fibras pueden ser separadas mecánicamente o mediante un proceso químico de disolución de la lignina para recuperar las fibras.

Dependiendo del proceso de producción, las celulosas se clasifican en los siguientes tipos:

#### 4.6.1. Tipos de Celulosa

- Celulosa Química

Se obtiene a partir de un proceso de digestión química de la madera a altas temperaturas y presiones, cuyo objetivo es disolver la lignina contenida en la madera con una solución alcalina, liberando las fibras. Dependiendo de los aditivos químicos usados en la digestión, existen celulosas químicas KRAFT y al sulfito, siendo la primera la más utilizada a nivel mundial. La celulosa química se caracteriza por tener un rendimiento total relativamente bajo, es decir, sólo entre un 40% y un 60% del material original (madera) queda retenido en el producto final (fibras), el resto (lignina) se disuelve en la solución alcalina para ser posteriormente quemada y generar la energía térmica y eléctrica necesaria en los procesos productivos. Estas celulosas son más resistentes, ya que las fibras quedan intactas, son más fáciles de blanquear y menos propensas a perder sus cualidades en el tiempo.

- Celulosa Mecánica

Se obtiene a partir de un proceso en el cual la madera es molida y triturada mecánicamente, siendo sometida a altas temperaturas y presiones. Posteriormente la pasta es clasificada, lavada y eventualmente blanqueada. Este proceso requiere un alto consumo de energía eléctrica. La celulosa mecánica se caracteriza por tener un alto rendimiento, normalmente entre un 85% y un 95%, pero la lignina remanente en el producto es susceptible a oxidarse, generando el color amarillo que caracteriza los diarios viejos. Los principales usos de estas celulosas son la fabricación de papel para periódicos y papeles para impresión y escritura

de menor calidad. Esta celulosa es menos resistente que la química, no por la presencia de la lignina remanente, sino porque las fibras en ella contenida han sido cortadas en el proceso de fabricación. A nivel mundial, del total de 175 millones de toneladas de celulosas producidas (1998), cerca de un 76 % correspondieron a celulosas químicas y sólo un 24 % a celulosas mecánicas.

Otra forma de clasificar la celulosa corresponde al tipo de materia prima usada para su fabricación. Dependiendo de ella existen celulosas de fibra larga (softwood pulp) y celulosas de fibra corta (hardwood pulp). La diferencia principal entre estas 2 celulosas es su resistencia, la cual depende básicamente de las uniones moleculares que se establecen entre las fibras. La celulosa de fibra larga genera en los papeles una red de uniones más resistentes que las de fibra corta. La longitud de las fibras largas fluctúa entre 2.5 y 4.5 mm, contra los 0.7 a 1.8 mm de las fibras cortas.

#### 4.6.2. Utilidad de la Celulosa



La celulosa es el principal componente en la manufactura de papeles y cartones y también, en pequeñas cantidades, se encuentra en productos como el rayón, películas fotográficas, celofanes, explosivos, por mencionar sólo algunos.

Del proceso de manufactura de la celulosa se extraen,

además, otros derivados como la trementina y el "tall oil", que son usados como insumos en la industria química para la producción de aromas, diluyentes, jabones y alimentos.

La celulosa blanca de fibra larga se usa principalmente para agregar resistencia a los papeles y cartulinas, y la celulosa blanca de fibra corta se usa para dar suavidad y como relleno. Dependiendo de la proporción en las mezclas se obtienen papeles para diferentes usos.

Actualmente existen más de 450 variedades de papeles según la clasificación de la International Pulp and Paper Directory (<http://www.papelnet.cl>).

#### 4.6.3. Propiedades fisicoquímicas de la celulosa

Químicamente, la celulosa está formada por cadenas lineales de D-glucosa unidas por enlaces glicosídicos  $\beta(1\rightarrow4)$ ; se conocen como dímeros de celobiosa (4-O- $\beta$ -D-glucopiranosil- $\beta$ -D-glucosa).

Uno de los extremos de la cadena presenta un grupo aldehído, de carácter reductor, propiedad de gran importancia en las reacciones de la celulosa en medio alcalino. La longitud de las cadenas de celulosa viene dada por su grado de polimerización (GP), que varía según las diferentes fuentes de celulosa y el tratamiento recibido (Ver Tabla 8).

**Tabla 8. Grados de polimerización (GP) de celulosa de distintos orígenes**

<b>Fuente de celulosa</b>	<b>GP</b>
“Linters” de algodón	1000-3000
Pastas comerciales de madera	600-1500
Celulosa regenerada (p.e)	200-600
Celulosa nativa (in situ)	3500

(Gilarraz, 1998, 15)

La fracción de celulosa insoluble en bases fuertes se llama  $\alpha$ -celulosa (celulosa de cadena larga) y la soluble, pero que puede precipitar parcialmente en medio neutro, se denomina  $\beta$ -celulosa. El remanente se conoce por  $\gamma$ -celulosa (celulosa de cadena corta). Las propiedades de los materiales celulósicos están relacionadas con el grado de polimerización de su molécula (GP). Así, por ejemplo, la disminución del peso molecular por debajo de un cierto nivel causará una reducción en la resistencia del material.

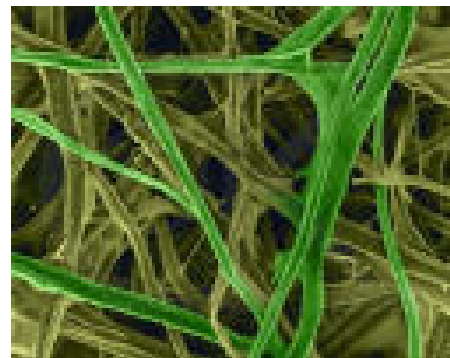
Las unidades estructurales más pequeñas de la pared celular son las fibrillas elementales o micelas, formadas aproximadamente por 100 cadenas simples de celulosa. Las moléculas de glucosa se encuentran en conformación de silla, giradas  $180^\circ$  cada una con respecto a la siguiente, lo que origina una estructura rígida y recta que favorece la unión entre las cadenas de celulosa, formando las microfibrillas, que son los filamentos de celulosa de categoría superior, constituidos por unas 20 fibrillas elementales, en las que las moléculas de celulosa se disponen en posición antiparalela.

A su vez, un agregado de unas 250 microfibrillas dará origen a una fibrilla microscópica cuya aglutinación conforma las fibras de celulosa. Esta estructura flexible se mantiene gracias a un elevado número de puentes de hidrógeno intra e intermoleculares e interacciones de Van der Waals, que proporcionan en conjunto una unión muy fuerte, haciendo a la fibra de celulosa insoluble en agua y muy resistente al ataque químico.

Aunque no se conoce exactamente la estructura fibrilar de la celulosa, todos los modelos propuestos coinciden en señalar la existencia de regiones cristalinas, con alto grado de ordenación, que se alternan con regiones amorfas, menos ordenadas (Gilarraz, 16). La proporción en que aparecen varía según el origen de la celulosa y el tratamiento a que se someta. En los lugares en los que las moléculas se ordenan en largos segmentos se desarrollan regiones de cristalinidad elevada, difíciles de penetrar por disolventes o reactivos. Por el contrario, las regiones relativamente más amorfas son fácilmente penetradas y, en consecuencia, más susceptibles a las reacciones de hidrólisis. Junto a la celulosa en la madera y en residuos como la paja se encuentran otros polisacáridos denominados xilatos, de cuya hidrólisis ácida completa se obtiene la xilosa (Gilarraz, 17).

- Otras Propiedades físicas y químicas de la Celulosa

Las propiedades físicas y químicas que se miden de la celulosa tienen que ver con variables que son relevantes para predecir su desempeño una vez que se convierta en papel.



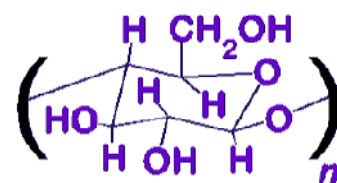
Microfotografía de fibras de Celulosa

En el papel, las fibras de celulosa individuales se conforman en una red, tal como se puede ver en el borde roto de una hoja. Estas fibras se adhieren unas a otras por enlaces de hidrógeno. Estos enlaces son débiles comparados con los enlaces iónicos y los enlaces covalentes. Por tanto, los papeles son diferentes a los "Textiles", en que las fibras se mantienen juntas por el entrelazamiento mecánico, y los "Nonwovens" como el plástico, en que las fibras se enlazan mediante agentes que forman enlaces químicos fuertes o por fusión térmica.

Ahora bien, la celulosa es un carbohidrato, que forma naturalmente un polímero (cadena de unidades químicas iguales, más de 2000 eslabones en el caso de la celulosa). En la madera, las fibras de celulosa se mantienen adheridas por una sustancia denominada Lignina. En el proceso de producción de celulosa química la mayor parte de la lignina es removida de manera de hacer solubles las fibras y de evitar que al oxidarse la lignina le de un color amarillo al papel (cosa que pasa con el papel periódico que no se hace con celulosa química sino que, con pulpa celulósica mecánica). También existe la hemicelulosa que consiste en carbohidratos mucho más cortos (principalmente pentosanos).

Por tanto, las principales propiedades que se miden de la celulosa son:

- Volumen Específico. Es el inverso de la densidad. En general se prefieren fibras con alto volumen específico debido a que permite hacer una hoja de igual espesor con un menor peso.



Unidad Monomérica de  
Celulosa

- Índice de Tensión. Mide la resistencia a la tracción que tiene un papel con esa celulosa.
  
- Índice de Rasgado. Mide la energía que es necesaria para rasgar un papel, tal como se hace cuando se corta una hoja con las manos.
  
- Largo de fibra. Mide el largo promedio de las fibras de celulosa (en milímetros).
  
- Drenabilidad. Mide la facilidad con que la celulosa evacua el agua que contiene. Es importante para producir papel dado cuando se forma la hoja; el contenido de agua está entre 98% y 99% en peso.
  
- Contenidos de finos. Mide la cantidad de elementos no fibra en la celulosa.
  
- Viscosidad. Mide la fricción interna de una mezcla de agua con fibras de celulosa. Es un indicador del grado de polimerización (largo de las cadenas) de las fibras de celulosa.
  
- Contenido. Distribución en peso del contenido de la celulosa. Por tradición el contenido se clasifica en Alfa-celulosa: celulosa propiamente tal; Beta-Celulosa: celulosa degradada (acortada) y algo de hemicelulosa; Gamma-Celulosa: principalmente hemicelulosa; Lignina; Cenizas: principalmente compuestos de silicio; y extraíbles: que consisten en ácidos resinosos y ácidos grasos.



#### 4.6.4. Mercado Mundial de la Celulosa



La producción de celulosa a nivel mundial alcanzó cerca de 189 millones de toneladas en el 2000, de las cuales 33 millones de toneladas fueron comercializadas vía exportaciones y el resto fueron consumidas internamente en las fábricas de papeles de los mismos

productores.

La industria de la celulosa se caracteriza por una alta integración vertical, es decir, una gran parte de la producción es usada internamente para la producción de papeles y cartones y otros productos finales (<http://www.papelnet.cl>).

#### 4.7. HEMICELULOSA

Se considera a la hemicelulosa como el agente cementante que mantiene aglomeradas las microfibrillas y evita fisuras cuando las fibras de la madera son sometidas a esfuerzos de torsión, flexión o compresión que actúan sobre ellas.

La hemicelulosa, también un polímero, cuyas fórmulas  $(C_5 H_8O_4)_n$  y  $(C_6H_8O_4)_n$  siendo el valor de n de centenares de unidades. Su grado de polimerización es menor que el de la celulosa (<http://www.geocities.com>).

Esta se ha definido como la porción de celulosa que se hidroliza fácilmente. Es una sustancia amorfa y está compuesta por manosa, galactosa, arabinosa, xilosa, ácidos urónicos y en algunos casos, ramnosa. La distinción entre celulosa "verdadera" y hemicelulosa es principalmente de interés científico. No existe ningún método que permita la separación neta de ambas (<http://grupouruguay.iespana.es>).

#### 4.8. LIGNINA

La palabra lignina proviene del término latino *lignum*, que significa madera; así, a las plantas que contienen gran cantidad de lignina se las denomina leñosas. Se caracteriza por ser un complejo aromático (no carbohidrato) del que existen muchos polímeros estructurales (ligninas). Resulta conveniente utilizar el término lignina en un sentido colectivo para señalar la fracción lignina de la fibra. Después de los polisacáridos, la lignina es el polímero orgánico más abundante en el mundo vegetal. Es importante destacar que es la única fibra no polisacárido que se conoce.

Este componente de la madera realiza múltiples funciones que son esenciales para la vida de las plantas. Por ejemplo, posee un importante papel en el transporte interno de agua, nutrientes y metabolitos. Proporciona rigidez a la pared celular y actúa como puente de unión entre las células de la madera, creando un material que es notablemente resistente a los impactos, compresiones y flexiones. Realmente, los tejidos lignificados resisten el ataque de los microorganismos, impidiendo la penetración de las enzimas destructivas en la pared celular.

#### 4.8.1. Estructura Química:

La molécula de lignina es una macromolécula, con un elevado peso molecular, que resulta de la unión de varios ácidos y alcoholes fenilpropílicos (cumarílico, coniferílico y sinapílico). El acoplamiento aleatorizado de estos radicales da origen a una estructura tridimensional, polímero amorfo, característico de la lignina.

La lignina es el polímero natural más complejo en relación a su estructura y heterogenicidad. Por esta razón no es posible describir una estructura definida de la lignina; sin embargo, se han propuesto numerosos modelos que representan una “aproximación” de dicha estructura.

#### 4.8.2. Propiedades físicas

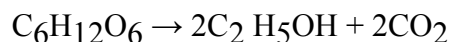
Las ligninas son polímeros insolubles en ácidos y en álcalis fuertes, que no se digieren ni se absorben y tampoco son atacados por la microflora del colon. Pueden ligarse a los ácidos biliares y otros compuestos orgánicos (por ejemplo, colesterol), retrasando o disminuyendo la absorción en el intestino delgado de dichos componentes.

El grado de lignificación afecta notablemente a la digestibilidad de la fibra. La lignina, que aumenta de manera ostensible en la pared celular de la planta con el curso de la maduración, es resistente a la degradación bacteriana, y su contenido en fibra reduce la digestibilidad de los polisacáridos fibrosos (<http://enciclopedia.us.es>).

#### 4.9. EL ETANOL

El Etanol tiene un punto de fusión de  $-114,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ , un punto de ebullición de  $78,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  y una densidad relativa de 0,789 a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Desde la antigüedad, el Etanol se ha obtenido por fermentación de azúcares. Todas las bebidas con Etanol y casi la mitad del Etanol industrial aún se fabrican mediante este proceso. El almidón de la patata (papa), del maíz y de otros cereales constituye una excelente materia prima. La enzima de la levadura, la cimasa, transforma el azúcar simple en dióxido de carbono. La reacción de la fermentación, representada por la ecuación:



Es realmente compleja, ya que los cultivos impuros de levaduras producen una amplia gama de otras sustancias, como el aceite de fusel, la glicerina y diversos ácidos orgánicos. El líquido fermentado, que contiene de un 7 a un 12% de Etanol, se concentra hasta llegar a un 95% mediante una serie de destilaciones. En la elaboración de ciertas bebidas como el whisky y el brandy, algunas de sus impurezas son las encargadas de darle su característico sabor final. La mayoría del Etanol no destinado al consumo humano se prepara sintéticamente, tanto a partir del etanal (acetaldehído) procedente del etino (acetileno), como del eteno del petróleo. También se elabora en pequeñas cantidades a partir de la pulpa celulósica de madera.

El butadieno, utilizado en la fabricación de caucho sintético, y el cloroetano, un anestésico local, son otros de los numerosos productos químicos que se obtienen del Etanol. Este alcohol es miscible (mezclable) con agua y con la mayor parte de los disolventes orgánicos. Es un disolvente eficaz de un gran número de sustancias, y se utiliza en la elaboración de perfumes, lacas, celuloideas y explosivos. Las disoluciones alcohólicas de sustancias no volátiles se denominan tinturas. Si la disolución es volátil recibe el nombre de espíritu (Encarta, 2001).

El Etanol ha sido utilizado para separar los componentes de la madera con el fin de estudiarlos. Hoy, es uno de los químicos de pulpeo orgánico más promisorios.

Cuando son aplicadas altas temperaturas de pulpeo, no se necesita la adición de catalizador.

Lyublin et al. establece como resultado de sus estudios que el pulpeo etanólico podría reemplazar la gran polución de la industria del Sulfito.

La lignina puede ser eliminada de la madera que se explota por lavado con alcohol u otros alcoholes.

Kleinert ha demostrado que el Etanol y el agua forman mezclas azeotrópicas que contienen alrededor de 95 % en peso a temperaturas entre 393 K (120 °C) y 453 K (180 °C). Este comportamiento no causará problemas en la restitución de Etanol debido a que no es necesario Etanol puro en ningún método empleado hasta ahora (<http://herkules.oulu.fi>).

El alcohol etílico que se utiliza en las lejías blancas de los procesos organosolv actúa más como disolvente que como agente deslignificante, aunque se sospecha que forma un grupo etóxido ( $C_2H_5O^-$ ), que es una base fuerte y nucleófila, que acelera notablemente la deslignificación.

El empleo de un disolvente en base alcohólica como el Etanol en la lejía de digestión presenta una serie de ventajas respecto a los agentes deslignificantes convencionales e incluso frente a otros disolventes orgánicos no alcohólicos. Así, se logra una mayor selectividad, pues las reacciones de degradación de la celulosa y de las hemicelulosas se producen en menor grado, lo que se traduce en un aumento del rendimiento. El Etanol es un medio de digestión menos agresivo que los utilizados en procesos convencionales (Gilarraz, 1998, 41). Por otro lado, la presencia del Etanol reduce la viscosidad de la lejía, lo que provoca una mejor penetración y difusión de los reactivos en el seno de las astillas.

El Etanol ya se ha utilizado en las lejías Kraft para mejorar el rendimiento del proceso y ayudar a la deslignificación. Se ha comprobado que la presencia de este alcohol induce a una deslignificación más rápida. El aumento en el rendimiento se justifica por la combinación de dos efectos: la presencia del alcohol disminuye la energía de activación de la deslignificación y aumenta su velocidad. La menor energía de activación da lugar a que la deslignificación sea menos sensible a la temperatura, en otras palabras, la presencia de Etanol aminora la dependencia de la deslignificación con la temperatura. El Etanol empleado en condiciones alcalinas evita la precipitación de lignina sobre la superficie de las fibras.

El Etanol es un disolvente muy utilizado en los procesos organosolv por su bajo costo y su fácil recuperación. Los ensayos realizados con este alcohol demuestran que puede utilizarse en medio acuoso como agente deslignificante a elevadas temperaturas de operación ( $> 170^{\circ}\text{C}$ ) con buenos resultados en cuanto a Número Kappa, rendimiento y viscosidad de la pasta cruda se refiere. Un inconveniente es la elevada presión de operación a la que da lugar debido a su gran volatilidad (Gilarraz, 42).

## 5. METODOLOGÍA

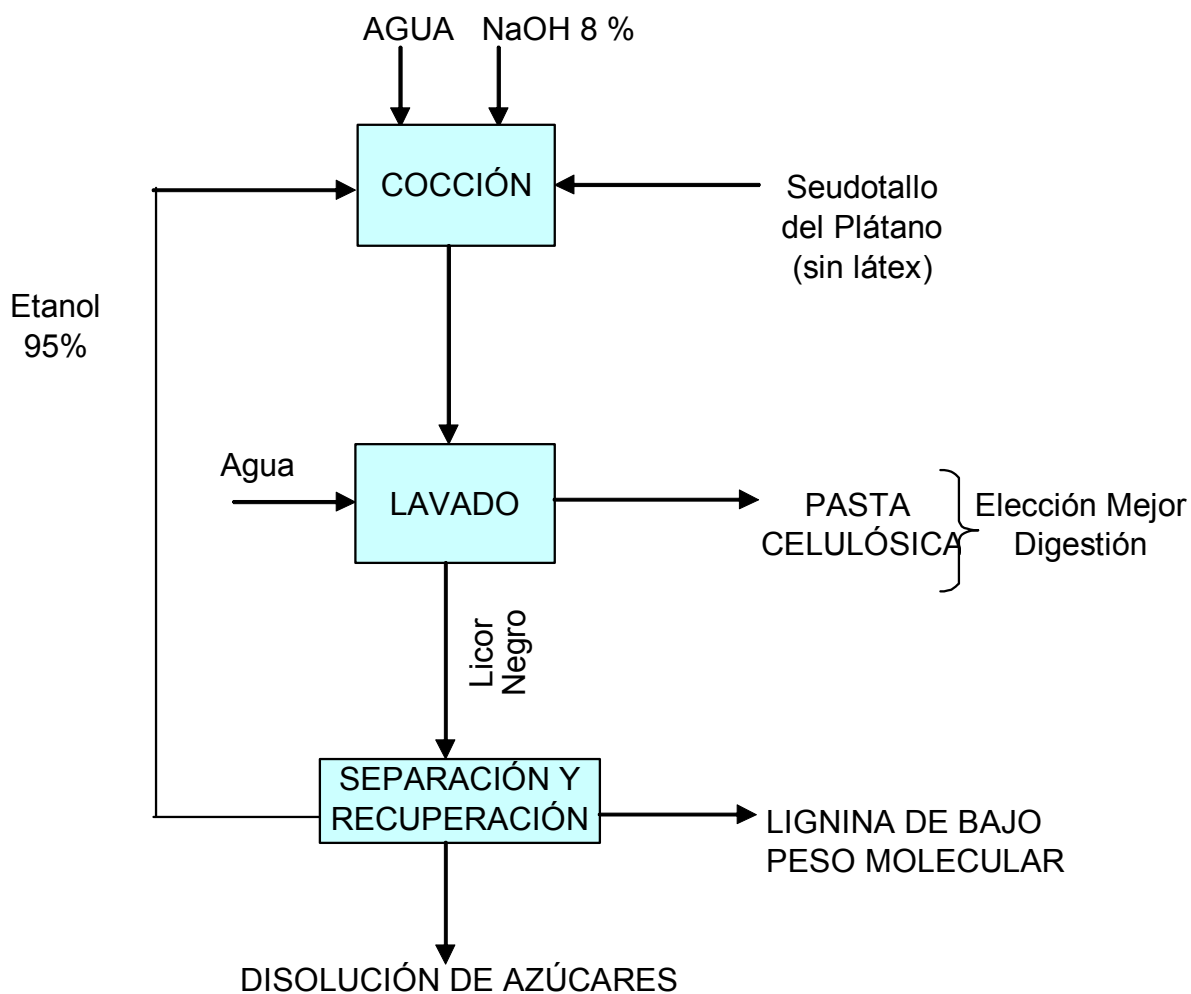


Figura 4. **Diagrama Global del Proceso de Digestión**

Se trabajó con una proporción de 40 g. aproximadamente de materia prima fresca en 250 mL como medio de cocción. En el caso del Proceso Kraft se empleó una solución acuosa de Hidróxido de Sodio al 8 % y en el ORGANOSOLV una mezcla de etanol – agua - Hidróxido de Sodio 46 % – 46 % – 8 % respectivamente; ambos procesos fueron sometidos a diferentes presiones.



### 5.1. Reconocimiento del Equipo

La investigación se inició conociendo el comportamiento del equipo provisto de cuatro resistencias a 110 V y capacidad de 9,5L (Ver fotografía en Anexo A), ya que no había sido empleado con anterioridad. Se valoró su seguridad, velocidad de calentamiento (relación temperatura - tiempo), escapes, presión alcanzada, capacidad en volumen.

Se realizaron curvas de comportamiento, que se anexan posteriormente (Ver Gráfica 1: T°C vs. tiempo), además de la Tabla de Datos (Ver Anexo K).

### 5.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima:

El seudotallo del plátano fue recolectado inmediatamente después del corte de la planta al retirar el racimo de plátano (Vereda Calle Larga Finca la Fortuna, Barcelona Quindío). Éste se tomó deshaciendo su envoltura en forma longitudinal y posteriormente se procedió a retirar el látex por medio de molienda (Molino Wiley).

### 5.3. Obtención de Pulpa celulósica

#### 5.3.1. Porcentaje de Humedad de la Materia prima

Al inicio de cada una de las digestiones se tomó aproximadamente 1 g de materia prima para determinar el porcentaje de humedad por triplicado (Método de desecación por infrarrojo). (Ver Anexo F y Tabla 9).

Este procedimiento consiste en la desecación de la muestra por efecto directo de la radiación calorífica infrarroja sobre la muestra. El calentamiento se hace de adentro hacia fuera, a una temperatura de 105°C.

#### 5.3.2. Digestión

Como se trata de implementar el proceso ORGANOSOLV en Etanol alcalino, fue necesario realizar un paralelo entre ambos Procesos (ORGANOSOLV y KRAFT).

Partiendo que a concentraciones de Hidróxido de Sodio de 8 y 18 % y tiempo 1 hora no se presenta diferencia significativa en los resultados de la pulpa obtenida (Quintero, 2003); se trabajó tomando como parámetro NaOH 8 %, tiempo de 1 hora, a diferentes presiones (aproximadamente 12, 20, 40 y 60 psi, temperaturas de 80, 110, 132 y 145 °C aproximadamente) y la concentración de Etanol (una primera mezcla 0 % Etanol – 92 % Agua para Proceso Kraft y una segunda mezcla 46 % Etanol – 46 % Agua para Proceso ORGANOSOLV).

Estos ensayos fueron realizados con el fin de determinar qué combinación de Presión y Concentración a los parámetros antes descritos presentaban la mejor digestión, así como para observar el comportamiento del Proceso ORGANOSOLV con respecto al Proceso Kraft.

#### 5.4. Elección de la Mejor Digestión

##### 5.4.1. Determinación de Número Kappa

A cada una de las pulpas celulósicas obtenidas en las diferentes digestiones se les determinó el Número Kappa por triplicado, el cual es una medida indirecta de la cantidad de lignina residual en la pulpa celulósica, además, expresa el grado de deslignificación alcanzado durante la etapa de digestión. Éste parámetro informa sobre la menor o mayor severidad con que se ha de llevar a cabo el posterior blanqueo. A mayor contenido de lignina, mayor es el Número Kappa (<http://dwb.unl.edu>), indicando que la separación de celulosa – lignina no fue óptima (Ver Anexo D).

#### 5.4.2. Diseño Experimental

La elección de las condiciones más favorables para la obtención de la pulpa celulósica se realizó aplicando un diseño factorial de dos factores donde se involucraba la presión y el tipo de mezcla para observar el comportamiento del Número Kappa y cuyo modelo matemático es:

$$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + (\tau\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \begin{cases} i = 1, 2, \dots, a \\ j = 1, 2, \dots, a \\ k = 1, 2, \dots, a \end{cases}$$

En donde  $\mu$  es el efecto medio general,  $\tau_i$  es el efecto del  $i$ -ésimo nivel del factor renglón A,  $\beta_j$  es el efecto del  $j$ -ésimo nivel del factor columna B,  $(\tau\beta)_{ij}$  es el efecto de la interacción entre  $\tau_i$  y  $\beta_j$ , y  $\varepsilon_{ijk}$  es el componente del error aleatorio. Inicialmente se supone que ambos factores son fijos y que los efectos de tratamiento se definen como desviaciones de la media general, por lo tanto  $\sum_{i=1}^a \tau_i = 0$  y  $\sum_{j=1}^b \beta_j = 0$ . Se supone que los efectos de interacción son fijos y que se definen de manera que  $\sum_{i=1}^a (\tau\beta)_{ij} = 0$ . Hay un total de  $abn$  observaciones porque se realizan  $n=3$  réplicas.

Factor A = Presión

Factor B = mezcla

### 5.5. Determinación de Rendimiento de la Pulpa celulósica

Luego de obtener la pulpa celulósica a diferentes condiciones se procedió a determinar el rendimiento de ésta con respecto a la materia prima empleada.

Posteriormente se continuó analizando las pulpas celulósicas con las mejores condiciones para ambos procesos.

### 5.6. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa

Después de haber elegido las mejores condiciones de digestión para ambos procesos (ORGANOSOLV y Kraft), se continuó analizando la calidad de la pulpa celulósica obtenida determinando su contenido de  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$ -celulosa (Ver Anexo E).

Consiste en tratar una muestra con una solución acuosa al 17.5 % de Hidróxido de Sodio durante 45 minutos, reduciendo luego dicha concentración al 8.3 % para precipitar la Celulosa Alfa, permaneciendo en solución las Celulosas Beta y Gama. En la porción alícuota de la fracción soluble se determina volumétricamente el total de las Celulosas Beta y Gama. Otra porción alícuota del líquido alcalino original se acidifica para insolubilizar la fracción Beta, determinándose la fracción Gama volumétricamente. La fracción Beta se determina por diferencia con el total de la fracción Beta y Gama.

### 5.6.1. Determinación de Porcentaje de Humedad para la Pulpa celulósica obtenida

Antes de tratar la pulpa celulósica se determinó el porcentaje de humedad para ambas digestiones seleccionadas (Ver Anexo F)

### 5.7. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida

Para esta medición se utilizó un micrómetro de 1,00 cm con placa 2,00 mm/0,01mm realizando 500 mediciones tanto para longitud como diámetro en las dos pulpas celulósicas seleccionadas y mediante un análisis estadístico conocer el valor medio para cada una (Ver Anexo G).

### 5.8. Análisis del Licor Residual

#### 5.8.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford

Teniendo el conocimiento de que la pulpa celulósica obtenida proviene de un material vegetal, es de suponerse que el licor residual de ambos procesos debiera contener proteínas, las cuales se cuantificaron mediante el Método Bradford.

El método de Bradford cuantifica la unión de un colorante, azul de coomasie a una proteína desconocida y compara esta unión contra diferentes cantidades de una proteína estándar.

Usualmente suero de albúmina bovina.

Está diseñada para cuantificar entre 1 y 10  $\mu\text{g}$  de proteínas. Las determinaciones de proteína en un rango de 10 $\mu\text{g}$  a 100 $\mu\text{g}$  puede realizarse al incrementar 5 veces el volumen de colorante utilizado (Ver Anexo H).

### 5.8.2. Caracterización preliminar de Azúcares y Lignina

Se tomaron 5,00 mL de cada licor residual, posteriormente se procedió a centrifugarlos a 3000 rpm por 15 minutos. Seguidamente se realizaron las pruebas para Taninos (Tricloruro Férrico  $\text{FeCl}_3$  y Gelatina Sal) (Bilbao, 1997, 31), Azúcares (Keller – Killiani, Tollens, Fehling y Molish) (Bilbao, 61) y Lignina (<http://www.gtiuruguay.com>).

### 5.8.3. Tratamiento

- Recuperación del Etanol

En la mezcla ORGANOSOLV, con el fin de reutilizar el solvente en el proceso, se recupera por medio de destilación para posterior neutralización del licor.

- Neutralización del licor residual

Con el propósito de darle utilidad al subproducto y de tratar los desechos se realizó la neutralización de los licores residuales utilizando  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2N, buscando precipitar sólidos por formación de sales. Estas sales fueron separadas por filtración de estos licores.

- Separación de la lignina de la fase acuosa

Luego de neutralizar y retirar sólidos, se aprovechó la insolubilidad de la lignina en agua, dejándola reposar hasta su precipitación.

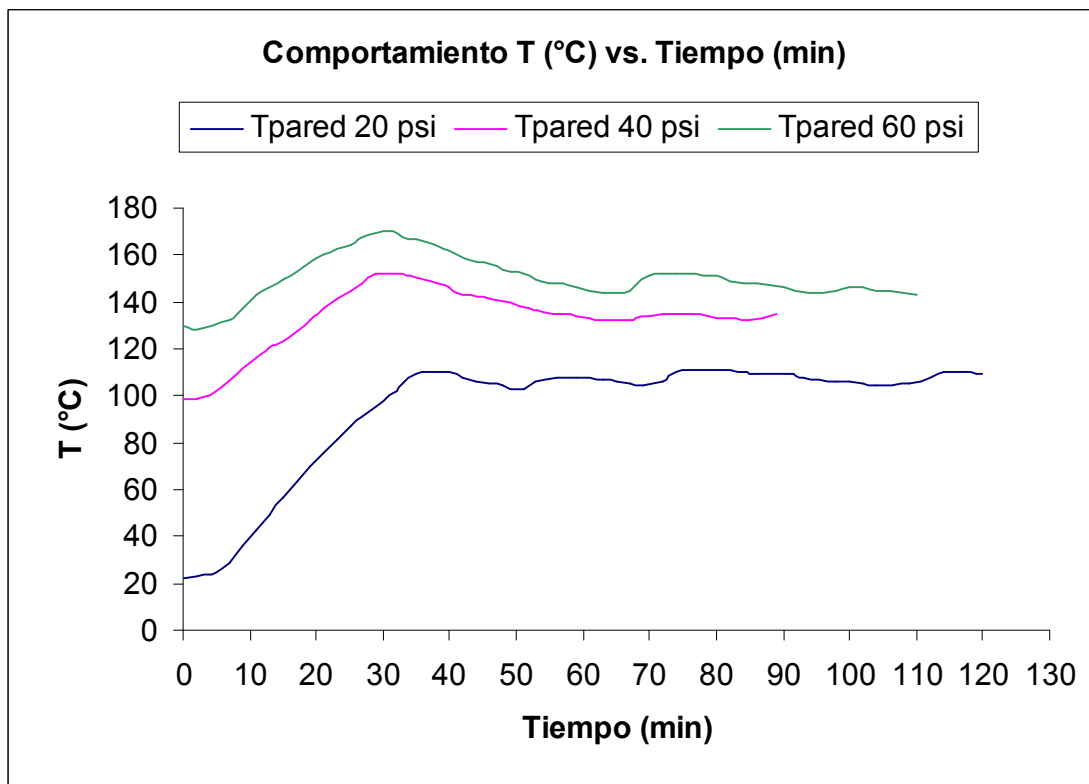


## 6. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### 6.1. Reconocimiento del Equipo

El equipo es un digestor provisto de cuatro resistencias a 110 V, con una capacidad de 9,5L. Se trabajó en él hasta 60 psi.

Se realizaron curvas de comportamiento (Ver Gráfica 1), las cuales serán discutidas en la Sección 7 “Análisis de Resultados”. La tabla de datos se anexa al final (Ver Anexo K)



Gráfica 1. Comportamiento del Digestor

## 6.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima

Al realizar el primer ensayo con materia prima seca y sin látex se notó que la digestión no fue buena, ya que el licor presentaba un color amarillo muy claro, dando un indicio que contenía poca lignina en él, de modo que la separación celulosa – lignina presentaba poca eficiencia. Además, la pulpa celulósica conservaba muchas de sus características vegetales, tales como color y textura.

En vista de lo anterior, posteriormente se trabajó con la materia prima fresca, retirándole el látex por medio de molienda (Molino Wiley).

La materia prima fresca que fue recolectada del seudotallo después del corte del fruto, presentaba un color inicial verde claro y forma de rollo. Luego de realizarle el corte longitudinal y retiro del látex por medio de molienda (Molino Wiley), se tornó de un color café – grisáceo.

## 6.3. Obtención de Pulpa celulósica

### 6.3.1. Porcentaje de Humedad de la Materia Prima

**Tabla 9. Datos Porcentaje de Humedad Materia Prima**

<b>Ensayo 1 (%)</b>	<b>Ensayo 2 (%)</b>	<b>Ensayo 3 (%)</b>	<b>Media</b>
21,96	20,02	20,04	20,67

La materia prima presentó un porcentaje de humedad promedio de 20,67 % (Ver Tabla 9).

### 6.3.2. Digestión

A continuación se muestran las diferentes digestiones realizadas para la obtención de las pulpas celulósicas. La Mezcla 1 corresponde al Proceso Kraft y la Mezcla 2 al Proceso ORGANOSOLV (Ver Tabla 10).

**Tabla 10. Diferentes Digestiones realizadas**

<b>PRESION aprox. (Psi)</b>	<b>Tipo de mezcla</b>
12	92 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 1)
12	46 % ETOH - 46 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 2)
20	92 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 1)
20	46 % ETOH - 46 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 2)
40	92 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 1)
40	46 % ETOH - 46 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 2)
60	92 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 1)
60	46 % ETOH - 46 % agua - 8 % NaOH (Mezcla 2)

### 6.4. Elección de la Mejor Digestión

#### 6.4.1. Determinación de Número Kappa

$$k = \frac{v \times f}{p} \quad ; \quad v = \frac{(b - a)N}{0.1}$$

k = Número de Kappa, en  $\text{cm}^3$

f = Factor de corrección para un consumo de 50 % de permanganato

p = Masa de pulpa celulósica libre de humedad, en gramos.

v = Volumen de solución de permanganato realmente consumido por el espécimen, en  $\text{cm}^3$

b = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo en blanco, en  $\text{cm}^3$

N = Normalidad de la solución de tiosulfato estandarizada

a = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo, en  $\text{cm}^3$

Cálculos para obtener la Masa de Pulpa celulósica libre de humedad, en gramos:

$$\%H = \frac{M_{H_2O}(g)}{M_{fresca}(g)} \times 100$$

$$M_{H_2O} = M_{fresca}(g) - M_{seca}(g)$$

$$M_{seca}(g) = M_{fresca}(g) - \left( \frac{\%H \times M_{fresca}(g)}{100} \right)$$

Por ejemplo, para la muestra 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio a 60 psi:

$$\left. \begin{array}{l} M_{fresca}(g) = 0.5g \\ \%H = 20.6733\% \end{array} \right\} M_{seca}(g) = 0.5g - \left( \frac{20.6733\% \times 0.5g}{100} \right) = 0.3966g$$

$$\left. \begin{array}{l} b = 170.3mL \\ a = 148.8mL \\ N = 0.2001eq - g / L \end{array} \right\} v = \frac{(b-a)N}{0.1} = \frac{(170.3mL - 148.8mL) \times 0.2001}{0.1} = 43.02mL$$

Para efectos de cálculo, el factor de corrección  $f$  fue tomado como 1 (los valores reportados en la Tabla de la norma ICONTEC 1284 son muy cercanos a éste valor) por lo tanto no

afectaba significativamente el cálculo; además lo que se pretendía básicamente era observar el comportamiento de las digestiones.

$$\left. \begin{array}{l} f = 1 \\ v = 43.02mL \\ p = 0.3966g \end{array} \right\} k = \frac{v \times f}{p} = \frac{43.02mL \times 1}{0.3966g} = 108.4215 \frac{mL \text{ KMnO}_4}{g \text{ pulpa libre humedad}}$$

A continuación se muestran los resultados obtenidos de los Análisis de Número Kappa de las diferentes digestiones realizadas (Ver Tabla 11).

**Tabla 11. Datos Números Kappa**

<b>PRESION aprox. (Psi)</b>	<b>mezcla 1</b>	<b>mezcla 2</b>
12	233,98	229,26
12	183,13	211,57
12	206,84	230,52
20	230,96	211,33
20	301,56	181,92
20	210,28	196,63
40	258,19	195,64
40	269,79	184,55
40	248,1	164,88
60	241,04	<b>*108,42</b>
60	252,14	126,07
60	198,18	139,18

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua – 8 % NaOH

A continuación se muestran los Promedios de Número Kappa de los resultados anteriores (Ver Tabla 12), además se muestran los porcentajes de lignina en la pulpa para la mejor digestión de cada Proceso (Ver Tabla 13).

**Tabla 12. Promedios de Número Kappa**

<b>PRESION aprox. (Psi)</b>	<b>mezcla 1</b>	<b>mezcla 2</b>
12,00	207,98	223,78
20,00	247,60	196,63
40,00	258,69	181,69
60,00	230,45	124,56

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

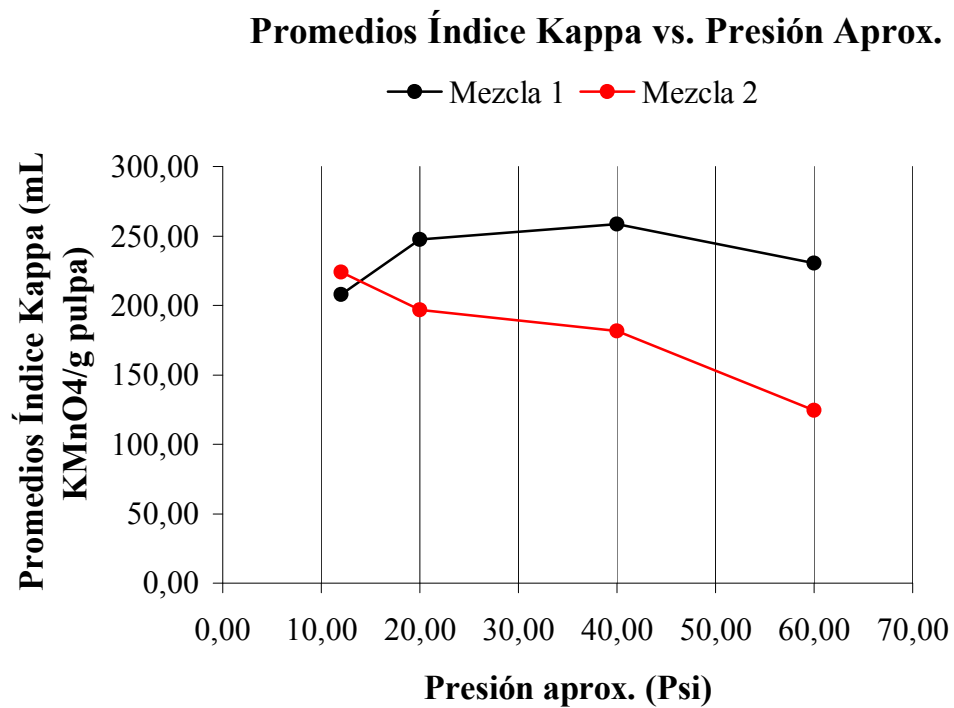
% Lignina en la pulpa celulósica = Número Kappa x 0,15% (<http://www.edf.org>)

% Lignina en la pulpa celulósica = 124,56 x 0,15

% Lignina en la pulpa celulósica = **23,27%**

**Tabla 13. Porcentaje Lignina en la pulpa celulósica**

	<b>mezcla 1 a 12 psi aprox.</b>	<b>mezcla 2 a 60 psi aprox.</b>
% Lignina	64,88	<b>*23,27</b>



Gráfica 2. **Resultados de la Determinación de Número Kappa**

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

La discusión de ésta Gráfica (Gráfica 2) se realizará en la Sección 7 “Análisis de Resultados”.

## 6.4.2. Diseño Experimental

Ver Anexo C.

**Tabla 14. Comparación F calculado y F tabla (nivel de significación al 5 %)**

	F calculado	F tabla	Resultado*
Interacción (A*B)	6.93	3.24	Como F tabla < Fcal se rechaza Ho, si hay diferencia significativa
Presión aprox. (A)	4.57	3.24	Como F tabla < Fcal se rechaza Ho, si hay diferencia significativa
mezcla (B)	30.51	4.49	Como F tabla < Fcal se rechaza Ho, si hay diferencia significativa

\*El análisis de estos resultados será discutido en la sección 7 “Análisis de Resultados”

## 6.5. Determinación de Rendimiento de la Pulpa celulósica

Cálculo:

$$\%R = \frac{M(g)_{final}}{M(g)_{inicial}} \times 100$$

Se trabajó con una proporción de aproximadamente 40 g. de materia prima fresca en 250 mL como medio de cocción. Luego de realizar las digestiones se pesó la pulpa obtenida con el fin de calcular su rendimiento (Ver Tabla 15, Tabla 16 y Tabla 17).



**Tabla 15. Datos para Cálculo de Rendimiento, mezcla 1**

<b>PRESION aprox. (psi)</b>	<b>M(g) inicial</b>	<b>M(g) final</b>
12	40,02	4,59
20	40,02	3,49
40	40	2,97
60	40,03	3,62

**Tabla 16. Datos para Cálculo de Rendimiento, mezcla 2**

<b>PRESION aprox. (psi)</b>	<b>M(g) inicial</b>	<b>M(g) final</b>
12	40	3,81
20	40,01	2,32
40	40	4,19
60	40,01	<b>4,94*</b>

Por ejemplo, para la muestra Mezcla 2 (46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de

Sodio) a 60 psi aproximadamente (145 °C aprox.):

$$\%R = \frac{4.94g}{40.01g} \times 100 = 12.34\%$$

**Tabla 17. Rendimientos (%) de las Digestiones**

<b>PRESION aprox. (psi)</b>	<b>mezcla 1</b>	<b>mezcla 2</b>
12	11,46	9,52
20	8,72	5,79
40	7,42	10,47
60	9,04	<b>*12,34</b>

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

#### 6.6. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa

Inicialmente se determinó los porcentajes de Humedad para la Pulpa celulósica obtenida (Ver Tabla 18) con el fin de utilizar estos resultados en los Análisis de Alfa, Beta y Gama Celulosa (Ver Tabla 19).

##### 6.6.1. Determinación de Porcentaje de Humedad para la Pulpa celulósica obtenida

**Tabla 18. Porcentajes de Humedad Pulpa celulósica obtenida**

	<b>% Humedad</b>
<b>Sin Digestión</b>	17.09
<b>mezcla 1 a 12 psi</b>	11.76
<b>mezcla 2 a 60 psi</b>	15.69

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

### 6.6.2. Determinación de Alfa celulosa

$$\alpha = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$\alpha$  = Contenido de celulosa alfa en porcentaje

G = Masa del espécimen libre de humedad en gramos (Masa Seca)

$G_1$  = Masa del residuo en gramos.

Por ejemplo, para la muestra 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio a aprox.

60 psi (aprox. 145 °C):

$$\left. \begin{array}{l} G = 0.4299g \\ G_1 = 0.3600g \end{array} \right\} \alpha = \frac{G_1}{G} \times 100 = \frac{0.3600g}{0.4299g} \times 100 = 83.72\%$$

### 6.6.3. Beta y Gama Celulosa

$$\beta + \gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N}{G} \times 100$$

$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL

$N$  = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

$G$  = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

$f$  = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).

Por ejemplo, para la muestra 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio a aprox. 60 psi (145 °C aprox.):

$$\left. \begin{array}{l} f = 685 \times 10^{-6} \text{ g} \\ V_1 = 38.0 \text{ mL} \\ V_2 = 49.7 \text{ mL} \\ G = 0.51 \text{ g} \end{array} \right\} \beta + \gamma = \frac{685 \times 10^{-6} \text{ g} (49.7 \text{ mL} - 38.0 \text{ mL}) \times 0.1 \text{ N}}{0.51 \text{ g}} \times 100 = 0.15$$

#### 6.6.4. Gama celulosa

$$\gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N \times 1.1316}{G} \times 100$$

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL

$N$  = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

$G$  = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

$f$  = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).

1.1316 = Factor de dilución

Por ejemplo, para la muestra 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio a aprox. 60 psi (145 °C):

$$\left. \begin{array}{l} f = 685 \times 10^{-6} \text{ g} \\ V_1 = 41.2 \text{ mL} \\ V_2 = 33.0 \text{ mL} \\ G = 0.51 \text{ g} \end{array} \right\} \gamma = \frac{685 \times 10^{-6} \text{ g} (33.0 \text{ mL} - 41.2 \text{ mL}) \times 0.1 \times 1.1316}{0.51 \text{ g}} \times 100 = 0\%$$

#### 6.6.5. Beta celulosa

$$\beta = (\beta + \gamma) - \gamma$$

$\beta$  = Contenido de Beta celulosa en porcentaje

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

Por ejemplo, para la muestra 46 % Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio a aprox.

60 psi (145 °C):

$$\beta = 0.15 - (0) = 0.15\%$$

**Tabla 19. Porcentajes  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$  – celulosa**

	<b>Alfa</b>	<b>Beta</b>	<b>Gama</b>
<b>mezcla 1 a aprox. 12 psi</b>	84,43	0,08	0,013
<b>mezcla 2 a aprox. 60 psi</b>	<b>*83,72</b>	<b>*0.15</b>	<b>*0</b>

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

#### 6.7. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida

Micrómetro de 1,00 cm con placa 2,00 mm/0,01mm.

Con el fin de conocer algunos aspectos físicos de la fibra obtenida (de las dos mejores digestiones) se realizaron 500 mediciones de longitud y 500 de diámetro. La tabla de datos se encuentra en el Anexo L. Posteriormente se analizaron estadísticamente (Ver Tablas 20, 21, 22 y 23).

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \left\{ \begin{array}{l} n = 500 \\ \sum_{i=1}^n X_i = X_1 + X_2 + X_3 + X_n + \dots \end{array} \right.$$

**Tabla 20. Resultados Estadísticos para Longitud de la fibra obtenida**

	<b>mezcla 1 a aprox. 12 psi</b>	<b>mezcla 2 a aprox. 60 psi</b>
<b>Media de los datos</b>	84,09	19,72
<b>Varianza</b>	1465,90	195,43
<b>Desviación estandar</b>	38,29	13,98
<b>Media general</b>	51,91	

**Tabla 21. Resultados Estadísticos para Diámetro de la fibra obtenida**

	<b>mezcla 1 a 12 psi</b>	<b>mezcla 2 a 60 psi</b>
<b>Media de los datos</b>	0,1426	0,1385
<b>Varianza</b>	0,0082	0,0130
<b>Desviación estandar</b>	0,09	0,11
<b>Media general</b>	0,1405	

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

**Tabla 22. ANOVA Medidas Longitud de la fibra obtenida**

<b>FUENTE VARIACIÓN</b>	<b>SUMA DE CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>F CALCULADO</b>
Variación entre Grupos (V.E)	1036077,283	1	1036077,283	1247,284187
Variación dentro Grupos (V.D)	829005,241	998	830,6665741	
Variación Total (V.T)	1865082,524	999		Ftabla (1; ∞; 0,05)= 3,84

Como el F de la Tabla es menor que el F calculado se rechaza la Hipótesis nula (los dos grupos son diferentes).

**Tabla 23. ANOVA Medidas Diámetro de la fibra obtenida**

<b>FUENTE VARIACIÓN</b>	<b>SUMA DE CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>F CALCULADO</b>
Variación entre Grupos (V.E)	0,00206752	1	0,00206752	0,50636608
Variación dentro Grupos (V.D)	4,07487967	998	0,00408305	
Variación Total (V.T)	4,07694719	999		Ftabla (1; ∞; 0,05)= 3,84

Como el F de la Tabla es mayor que el F calculado se acepta la Hipótesis nula (los dos grupos son iguales).



## 6.8. Análisis del Licor Residual

Con el fin de darle un tratamiento adecuado a los subproductos obtenidos se realizó:

- Análisis de Cuantificación de Proteína por el Método Bradford y Análisis preliminar de azúcares y lignina (Ver Tablas 24 y 25)
- Neutralización del Licor Residual, Mezcla 1 (Kraft) (Ver Tabla 26 y Gráfica 3).
- Neutralización del Licor Residual, Mezcla 2 (ORGANOSOLV) (Ver Tabla 27 y Gráfica 4).
- Comparación de Ambas Neutralizaciones (Ver Tabla 28 y Gráfica 5).

### 6.8.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford

$$y = mC + b$$

$$C = y - b / m \quad \text{donde,} \quad \mathbf{y = Absorbancia}$$

**b= intercepto**

**m= pendiente**

$$m = 3.4 \times 10^{-4} \text{ L/mg cm}$$

$$b = -2.76 \times 10^{-3}$$

Ejemplo de Cálculo en Mezcla 2 a 60 psi:

$$C = y - b / m \rightarrow C = 0.46707 - (-2.76 \times 10^{-3}) / 4.21 \times 10^{-4} = 997.22 \text{ mg / L}$$

**Tabla 24. Resultados Cuantificación de Proteínas**

<b>Estándar</b>	<b>Concentración</b>	<b>Abs. &lt; 595nm&gt;</b>
Sln. A	0	0
Sln. B	200	0,086137
Sln. C	400	0,16324
Sln. D	600	0,23130
Sln. E	800	0,34935
Mezcla 1 a 12 psi	830.023	0.34668
Mezcla 2 a 60 psi	997.22	0.46707

**mezcla 1** = 92 % agua - 8 % NaOH

**mezcla 2** = 46 % ETOH – 46 % agua - 8 % NaOH

Ver Anexos H y J.

## 6.8.2. Caracterización Preliminar de Azúcares y Lignina

Tabla 25. Resultados Pruebas Fitoquímicas

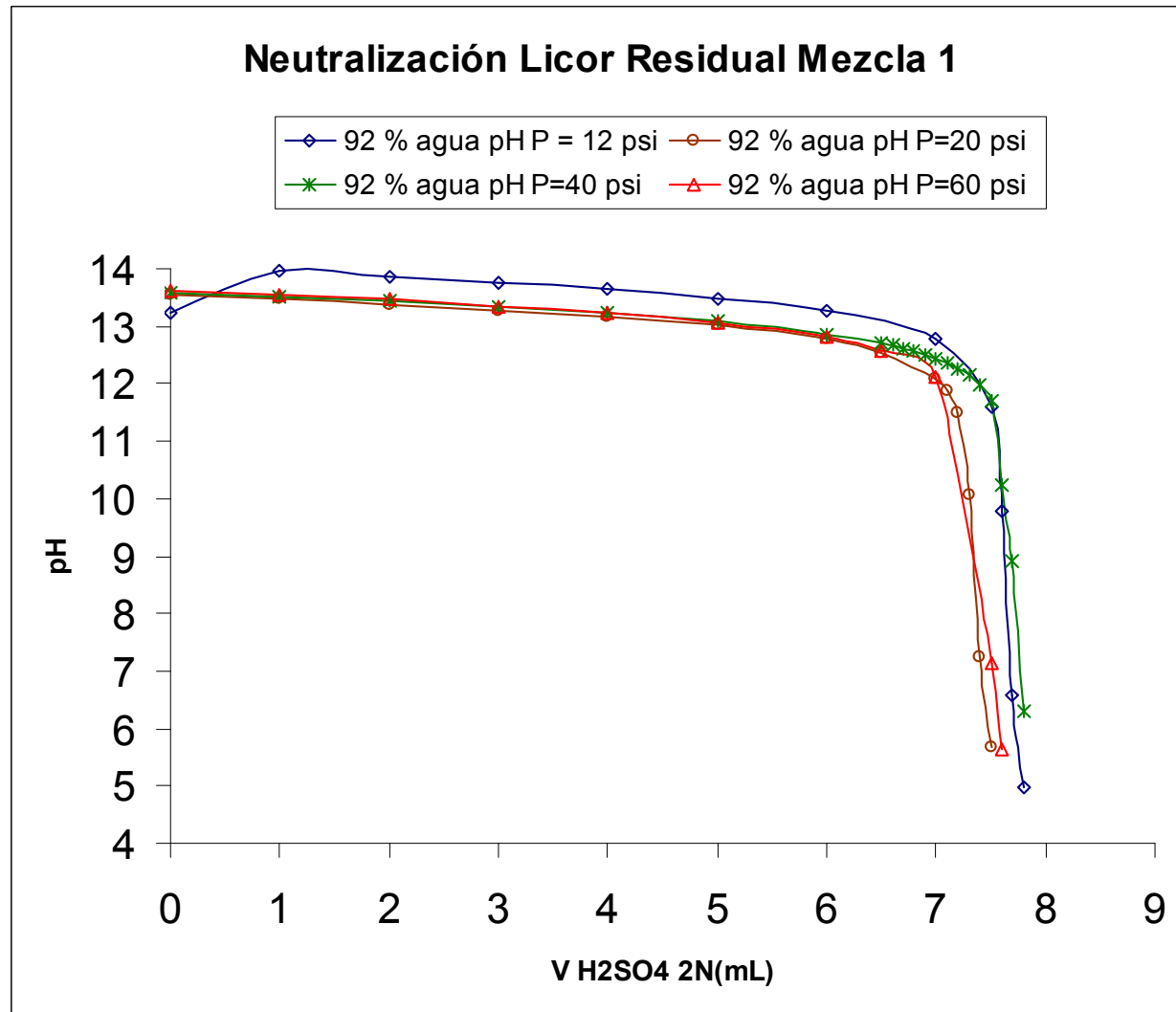
		TIPO DE MEZCLA	
		PRUEBA	mezcla 1 a 12 psi
TANINOS	Tricloruro Férrico	- Precipitado marrón	- Precipitado marrón
	Gelatina Sal	- No hubo cambio	- No hubo cambio
AZÚCARES	Keller-Killiani	+++ Verde-azul	- No hubo cambio
	Tollens	- Marrón amarillo claro	- Café Oscuro
	Fehling	- Azul Oscuro	- Verde
	Molish	+ Leve anillo rojizo	++ Anillo rojizo
LIGNINA	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 72 %	+++ Persiste insolubilidad	+++ Persiste insolubilidad

## 6.8.3. Tratamiento

- Neutralización del licor residual

**Tabla 26. Datos Neutralización Licores Residuales en mezcla 1**

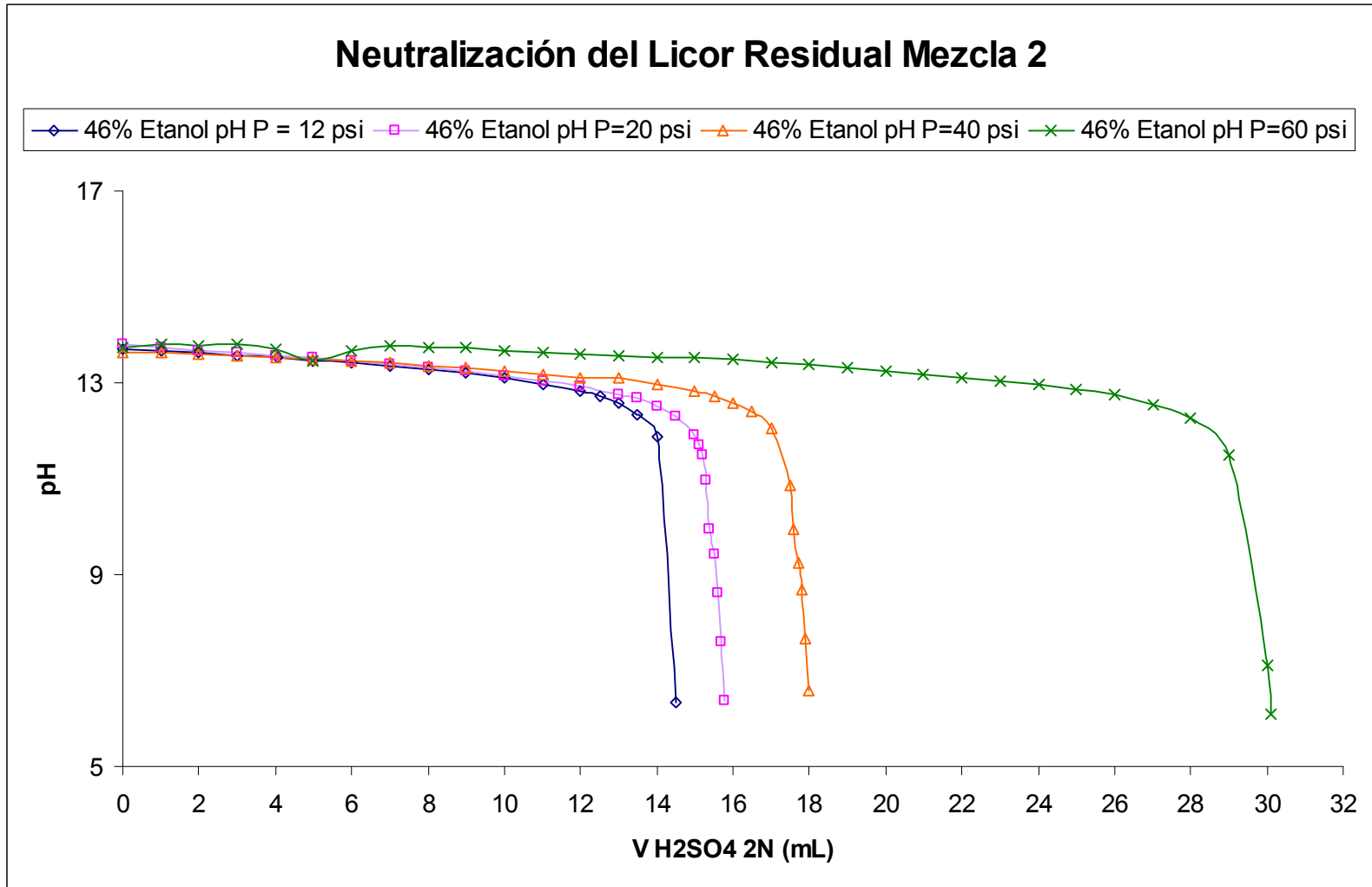
P = 12 psi		P = 20 psi		P = 40 psi		P = 60 psi	
V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH
0	13,23	0	13,55	0	13,59	0	13,62
1	13,95	1	13,47	1	13,51	1	13,56
2	13,86	2	13,39	2	13,43	2	13,46
3	13,76	3	13,28	3	13,34	3	13,35
4	13,64	4	13,17	4	13,23	4	13,22
5	13,49	5	13,01	5	13,09	5	13,05
6	13,26	6	12,77	6	12,86	6	12,8
7	12,77	6,5	12,54	6,5	12,7	6,5	12,58
7,5	11,6	7	12,1	6,6	12,66	7	12,11
7,6	9,78	7,1	11,87	6,7	12,61	7,5	7,12
7,7	6,59	7,2	11,49	6,8	12,56	7,6	5,63
7,8	4,99	7,3	10,06	6,9	12,5		
		7,4	7,23	7	12,44		
		7,5	5,66	7,1	12,37		
				7,2	12,25		
				7,3	12,15		
				7,4	11,99		
				7,5	11,71		
				7,6	10,22		
				7,7	8,93		
				7,8	6,31		



Gráfica 3. Neutralización de Licor Residual Mezcla 1

Tabla 27. Datos Neutralización Licores Residuales en mezcla 2

P = 12 psi		P = 20 psi		P = 40 psi		P = 60 psi	
V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH	V H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2N (mL)	pH
0	13,71	0	13,8	0	13,62	0	13,74
1	13,67	1	13,74	1	13,64	1	13,82
2	13,62	2	13,68	2	13,59	2	13,77
3	13,57	3	13,62	3	13,55	3	13,79
4,05	13,51	4	13,57	4	13,53	4	13,71
5	13,47	5	13,51	5	13,49	5	13,44
6	13,43	6	13,45	6	13,45	6	13,67
7	13,36	7	13,39	7	13,42	7	13,76
8	13,29	8	13,32	8	13,36	8	13,74
9	13,2	9	13,24	9	13,3	9	13,73
10	13,1	10	13,15	10	13,24	10	13,67
11	12,98	11	13,05	11	13,17	11	13,63
12	12,82	12	12,93	12	13,09	12	13,59
12,5	12,71	13	12,77	13	13,09	13	13,55
13	12,57	13,5	12,68	14	12,98	14	13,51
13,5	12,34	14	12,52	15	12,82	15	13,52
14	11,89	14,5	12,31	15,5	12,71	16	13,48
14,5	6,35	15	11,91	16	12,58	17	13,42
		15,1	11,7	16,5	12,4	18	13,37
		15,2	11,5	17	12,07	19	13,31
		15,3	10,98	17,5	10,86	20	13,25
		15,4	9,94	17,6	9,95	21	13,19
		15,5	9,41	17,7	9,24	22	13,12
		15,6	8,61	17,8	8,67	23	13,05
		15,7	7,58	17,9	7,65	24	12,97
		15,8	6,37	18	6,57	25	12,87
						26	12,74
						27	12,56
						28	12,28
						29	11,5
						30	7,09
						30,1	6,09



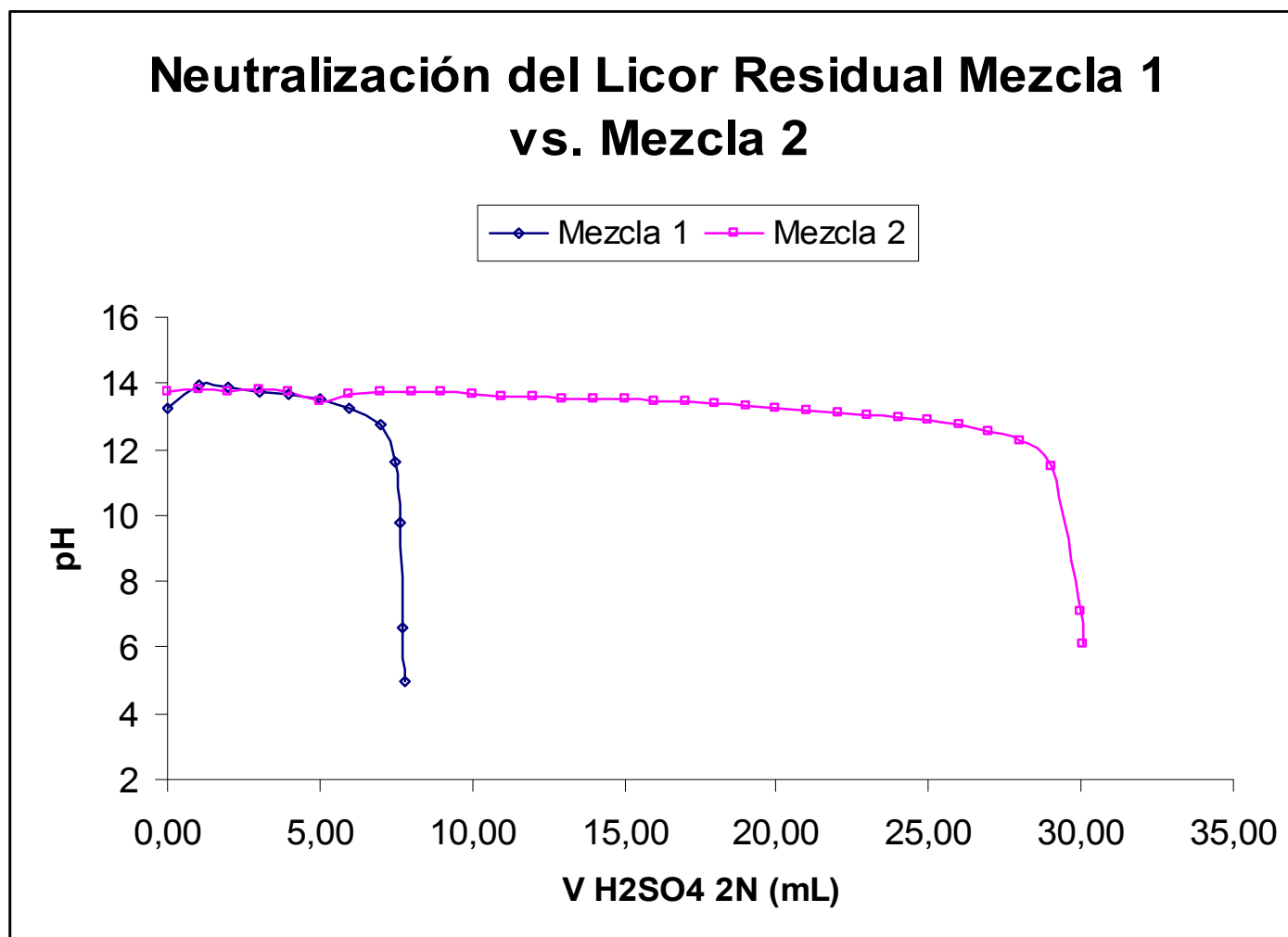
Gráfica 4. Neutralización del Licor Mezcla 2

**Tabla 28. Datos de la neutralización Licores Residuales Comparación mezcla 1 y**

**mezcla 2**

<b>mezcla 1 a 12 psi</b>		<b>mezcla 2 a 60 psi</b>	
<b>V H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N (mL)</b>	<b>pH</b>	<b>V H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N (mL)</b>	<b>pH</b>
0	13,23	0	13,74
1	13,95	1	13,82
2	13,86	2	13,77
3	13,76	3	13,79
4	13,64	4	13,71
5	13,49	5	13,44
6	13,26	6	13,67
7	12,77	7	13,76
7,5	11,6	8	13,74
7,6	9,78	9	13,73
7,7	6,59	10	13,67
7,8	4,99	11	13,63
		12	13,59
		13	13,55
		14	13,51
		15	13,52
		16	13,48
		17	13,42
		18	13,37
		19	13,31
		20	13,25
		21	13,19
		22	13,12
		23	13,05
		24	12,97
		25	12,87
		26	12,74
		27	12,56
		28	12,28
		29	11,5
		30	7,09
		30,1	6,09





Gráfica 5. Comparación de la Neutralización de los Licores Residuales

## 7. ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 7.1. Reconocimiento del Equipo

Observando la Gráfica 1 se puede señalar que el tiempo necesario para alcanzar la presión deseada es de aproximadamente de 35 a 40 minutos partiendo de temperatura ambiente y 12 psi (Presión atmosférica).

Luego de alcanzar 20 psi, la relación es de 30 a 32 minutos en el aumento de otros 20 psi (Presiones alcanzadas de 40 psi). Para alcanzar 60 psi, se tiene esta misma relación.

### 7.2. Recolección y Tratamiento de la Materia Prima

Para este Proyecto se empleó materia prima fresca ya que posiblemente su contenido de humedad facilitaba el contacto con el solvente, dando como resultado una mejor digestión y diferenciándose del licor de la materia prima seca porque presentaba un color pardo característico de lignina.

### 7.3. Elección de la Mejor Digestión

#### 7.3.1. Selección del Tipo de método ORGANOSOLV

Por tratarse de un método poco experimentado en esta región, se decidió emplear el método ORGANOSOLV en medio alcalino, ya que éste conserva el aditivo convencional del Proceso Kraft (Hidróxido de Sodio), pero con adición de solvente orgánico (Etanol); además se pretende comparar ambos procesos. Ésta elección está justificada por la revisión bibliográfica de sus antecedentes.

#### 7.3.2. Posibles Reacciones en la Determinación de Número Kappa

La reacción dominante en el método de Determinación de Número Kappa es una adición del Permanganato de Potasio a los dobles enlaces de las cadenas oxidables de la lignina (Ver Figura 5), resultando la reducción del  $\text{KMnO}_4$  a  $\text{MnO}_2$ , demostrable por el cambio de color violeta de la solución de  $\text{KMnO}_4$  en Ácido Sulfúrico a un color pardo del  $\text{MnO}_2$ .

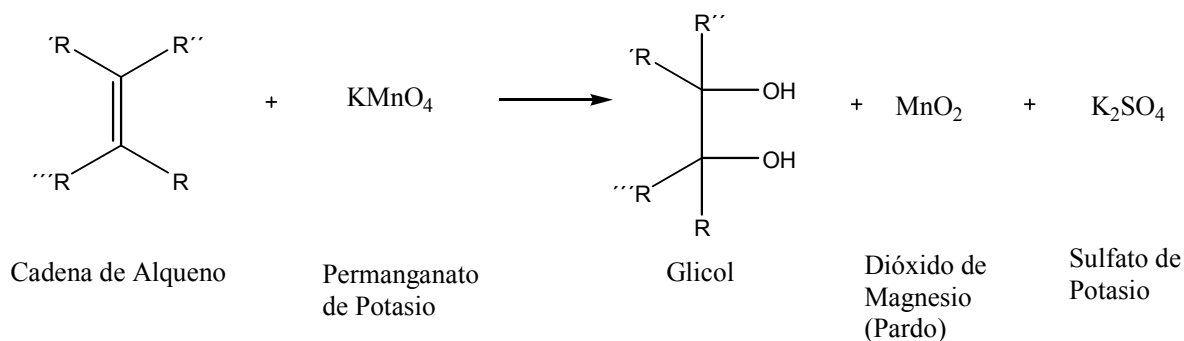


Figura 5. Adición del Permanganato de Potasio a una cadena insaturada

Vale la pena aclarar que, se pueden presentar probablemente otras reacciones como (Ver Figuras 6 y 7):

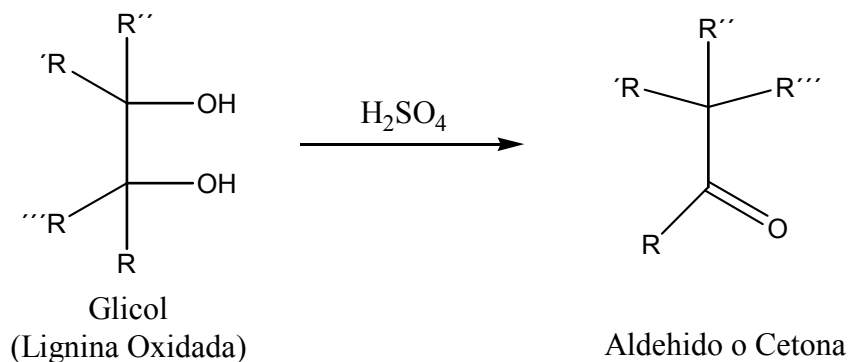


Figura 6. **Oxidación Alcohólica con reordenamiento**

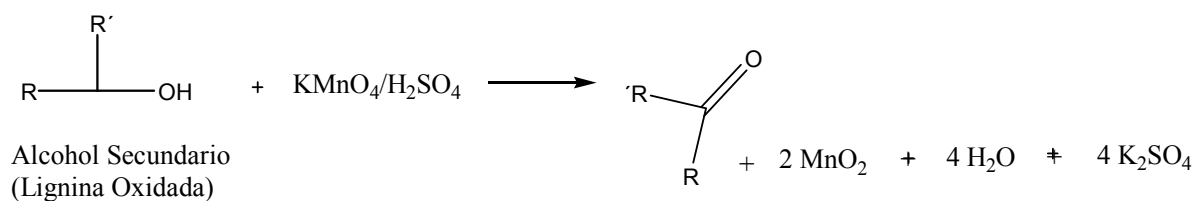


Figura 7. **Oxidación Alcohólica Sencilla**

7.3.3. Análisis de Parámetros y Variables que influyen en el Número Kappa de la Pulpa celulósica obtenida

- Concentración y Naturaleza del Solvente

El Etanol a concentraciones altas facilita la solubilidad de la lignina en el medio de digestión. Con el fin de reducir su contenido en la pulpa celulósica obtenida se empleó Etanol al 95 %.

Éste es un disolvente muy utilizado en los procesos ORGANOSOLV por su bajo costo y su fácil recuperación. Los ensayos realizados con este alcohol demuestran que puede utilizarse en medio acuoso como agente deslignificante a elevadas temperaturas de operación (alrededor de 170°C) con buenos resultados en cuanto a Número Kappa, rendimiento y viscosidad de la pasta cruda. Un inconveniente es la elevada presión de operación a la que da lugar debido a su gran volatilidad (Gilarraz, 62).

- Presión, Temperatura y Tiempo de Digestión

Analizando la Gráfica 2 se puede observar que entre ambas mezclas el menor valor medio de Número Kappa fue obtenido por la digestión de la mezcla 2 (46% Etanol – 46 % Agua – 8 % Hidróxido de Sodio) a aproximadamente 60 psi (145 °C aprox.), siendo éste el mejor resultado porque demuestra menor cantidad de lignina en la pulpa celulósica obtenida; reafirmando que el aumento de la presión, consecuencia del aumento de temperatura de digestión, en el proceso ORGANOSOLV permite obtener una pasta más deslignificada, ya que ello da lugar a una mayor extensión de las reacciones de deslignificación.

En base a esta conjetura, se tomó la decisión de realizar los análisis posteriores, a las pulpas celulósicas de menor Número Kappa en ambas mezclas, es decir, la mezcla 1 a 12 psi y la mezcla 2 a 60 psi.

- Papel Desempeñado por la Combinación Etanol – Hidróxido de Sodio

El Etanol agregado a la digestión cáustica mejora su selectividad grandemente con respecto a la lignina. Igualmente la presencia de Hidróxido de Sodio mejora la habilidad deslignificante del Etanol. El contacto de la materia prima (seudotallo del plátano) con una mezcla acuosa de Etanol e Hidróxido de Sodio favorece el desfibramiento, a diferencia del Proceso con Soda o el Proceso Kraft. El solvente orgánico reduce la tensión de la superficie del licor de pulpeo a temperatura alta, la cual promueve la penetración del álcali en el material lignocelulósico y la difusión de los productos de descomposición que se originan a partir de la lignina en el licor (Gilarraz, 42).

Por este motivo, es de notar que los resultados de Número Kappa para la mezcla 2 (Proceso ORGANOSOLV - 8 % alcalino) fueron más bajos comparados con los de la mezcla 1 (Proceso Kraft al 8 %).

#### 7.3.4. Análisis de las posibles reacciones ocurridas dentro de la Digestión

- Reacciones de Deslignificación

En la actualidad no se conocen con exactitud cuáles son los mecanismos que están involucrados en la deslignificación debida a la acción de disolventes orgánicos. A partir de la bibliografía consultada al respecto se advierte una gran variedad de opiniones sobre la selectividad de los disolventes utilizados, el mecanismo de despolimerización de la lignina, las variedades que influyen sobre la solubilización de la lignina liberada, el efecto del pH,

las especies que se generan y se incorporan a la lejía negra, etc (Gilarraz, 43). Probablemente la reacción más oprobada para este mecanismo de despolimerización es una ionización del monómero fenólico (lignina) en medio alcalino (Ver Figura 8).

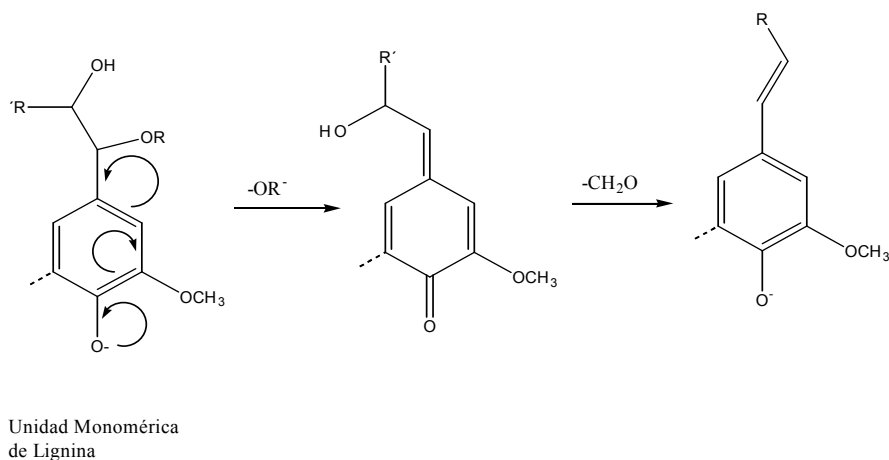


Figura 8. **Monómero fenólico ionizado en medio alcalino.**

- Reacciones de Polisacáridos

Las reacciones de degradación de los polisacáridos durante la cocción presentan interés por facilitar la disolución de la lignina y por determinar el rendimiento de la cocción. Estas reacciones se ven favorecidas por las altas temperaturas y serán distintas según sea el pH del medio de cocción.

En medio alcalino, la degradación de los polisacáridos está regida por las reacciones de “peeling”, consistentes en la pérdida de un monómero del extremo de una cadena de polisacárido. La reacción puede desarrollarse gracias a la presencia de un grupo aldehído reductor en dicho extremo. La reacción comienza con la apertura del anillo del último monómero de la cadena del polisacárido. El grupo hidroxilo en posición  $\beta$  respecto al grupo

carbonil se isomeriza formando una cetosa, en equilibrio con el enol correspondiente. El grupo enol se hidroliza mediante la rotura del enlace glicosídico, completándose así la pérdida del monómero terminal.

Tras la rotura del enlace glicosídico se forma un nuevo extremo reductor que puede dar lugar a la pérdida de otro monómero y así sucesivamente (despolimerización). Este mecanismo determina la pérdida de rendimiento en digestiones en medio alcalino. El fenómeno es más acusado en el caso de las hemicelulosas debido a su menor grado de polimerización y a su mayor ramificación.

La despolimerización puede detenerse por oxidación del grupo aldehído a ácido carboxílico, muy estable en medio básico (Gilarraz, 54).

#### 7.3.5. Análisis del Diseño Experimental

Por medio de un Diseño Bifactorial se pudo observar que tanto la Presión, el Tipo de mezcla y la combinación de ambos factores afectan el Número Kappa de la pulpa celulósica obtenida, siendo éste determinante en la elección de las mejores condiciones de digestión.

En base a la Gráfica 2 y los resultados estadísticos se puede destacar que éstas condiciones las presenta la mezcla 2 (Etanol 46 % - Agua 46 %- Hidróxido de Sodio 8 %) a aproximadamente 60 psi.



#### 7.4. Análisis de Rendimiento de la Pulpa celulósica obtenida

Se puede notar claramente que los rendimientos para todas las pulpas celulósicas obtenidas son bajos, oscilando entre 5,79 y 12,34 %, no siendo esto a pequeña escala un factor limitante del Proceso, ya que la materia prima empleada no presenta un valor comercial, sino que por el contrario es considerada como desecho.

La mezcla 1 a aproximadamente 12 psi y 80 °C y la mezcla 2 a aproximadamente 60 psi y 145 °C presentan los mejores rendimientos. Es de resaltar, que una vez más éstas arrojan los mejores resultados de los análisis para la pulpa celulósica obtenida.

#### 7.5. Determinación de Alfa, Beta y Gama celulosa

Se puede discutir que el rendimiento en alfa celulosa es alto y casi idéntico para ambas mezclas (mezcla 1 a aprox. 12 psi - 80 °C = 84,43 % y mezcla 2 a aprox. 60 psi - 145 °C = 83,72 %) lo que quiere decir que ambos Procesos son buenos, siendo así, el medio-ambiental, otro factor que marca una gran ventaja para los Procesos ORGANOSOLV.

Con respecto a las Celulosas beta y gama se puede discutir que el contenido de éstas en ambas pulpas celulósicas es insignificante.

## 7.6. Determinación de Longitud y Diámetro de la fibra obtenida

Mediante el análisis estadístico es evidente que la fibra obtenida mediante la digestión con la mezcla 1 a aprox. 12 psi – 80 °C es significativamente más larga (84,09 mm), que la fibra obtenida de la mezcla 2 a aprox. 60 psi – 145 °C (19,72 mm), confirmándose esto mediante el Análisis de Varianza (ANOVA). En cuanto al diámetro, ambas fibras presentan medidas casi idénticas (Análisis de Varianza) (Ver Resultados en “Sección 6.7”).

## 7.7. Análisis del Licor Residual

### 7.7.1. Cuantificación de Proteína por el Método Bradford

Es de resaltar que, aunque es pequeña la diferencia en el contenido de proteína para ambas digestiones, es mayor el contenido de ésta en la Mezcla 2 a aprox. 60 psi – 145 °C (997.22 mg / L)

## 7.7.2. Caracterización Preliminar de Azúcares y Lignina

**Tabla 29. Análisis de Resultados Análisis fitoquímico de Azúcares y Lignina en el Licor Residual**

	PRUEBA	TIPO DE MEZCLA		Análisis
		mezcla 1	mezcla 2	
TANINOS	Tricloruro Férrico	- Precipitado marrón	- Precipitado marrón	A pesar que se tiene presencia de polímeros de polifenol, esta prueba dio negativa ya que éstos se encontraban en forma de fenolatos.
	Gelatina Sal	- No hubo cambio	- No hubo cambio	A pesar que se tiene presencia de polímeros de polifenol, esta prueba dio negativa ya que éstos se encontraban en forma de fenolatos.
AZÚCARES	Keller- Killiani	+++ Verde-azul	- No hubo cambio	En la mezcla 1 posiblemente las cadenas de hemicelulosa poseen grupos desoxi, demostrando así la poca severidad de rompimiento de ésta cadena. Caso contrario a la mezcla 2.
	Tollens	- Marrón amarillo claro	- Café Oscuro	Como es de notar, las pruebas para azúcares dan el indicio de tener concentraciones muy bajas de éstos. Posiblemente hay presencia de
	Fehling	- Azul Oscuro	- Verde	

	Molish	+	++	aldosas.
		Leve anillo rojizo	Anillo rojizo	
<b>LIGNINA</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 72 %	+++ Persiste insolubilidad	+++ Persiste insolubilidad	Indica que efectivamente los licores presentan Lignina.

### 7.7.3. Análisis para Posibles tratamientos del Licor Residual

La recuperación del disolvente no es sencilla, especialmente cuando su punto de ebullición es muy parecido al del agua. Este no es el caso del etanol, cuyo punto de ebullición, inferior al del agua (78,3 °C), hace posible su recuperación por rectificación.

En los procesos Kraft no se contempla la separación de la lignina disuelta ni de los polisacáridos degradados, ya que el residuo que queda por concentrar (la lejía) se utiliza como combustible en la caldera de recuperación de reactivos. Esta etapa del proceso resulta imprescindible para su viabilidad económica. En los procesos ORGANOSOLV la etapa indispensable para la economía del proceso es la recuperación del disolvente orgánico empleado como agente de deslignificación (Gilarraz, 82, 86).

- Neutralización del licor residual

Analizando las Gráficas 3, 4 y 5 se puede decir que:

- Mezcla 1

Con respecto al volumen de Ácido Sulfúrico 2N necesario para ser neutralizado, el comportamiento de los licores residuales no son muy variables entre todas las presiones experimentadas; demostrando una vez más que éste tipo de mezcla no se ve influenciada por la presión, o por lo menos hasta aproximadamente 60 psi, que fue la máxima presión empleada.

- Mezcla 2

Con respecto al volumen de Ácido Sulfúrico 2N necesario para ser neutralizado, el comportamiento de los licores residuales no son muy variables entre las presiones aproximadas de 12, 20 y 40 psi, a diferencia de la de aproximadamente 60 psi; lo que reafirma que ésta digestión fue muy buena, que el Hidróxido de Sodio cumplió un buen papel dentro de la digestión y que se separó de la pulpa celulósica permaneciendo en el licor residual.

- Mezcla 1 a aprox. 12 psi (aprox. 80 °C) vs. Mezcla 2 a aprox. 60 psi (aprox. 145 °C)

Analizando el comportamiento de la Curva de pH para ambos Procesos es notable que para la mezcla 2 es necesario emplear mayor cantidad de ácido en la neutralización del licor residual. Económicamente ésta sería una desventaja si se pretende tratar lo mejor posible

éste licor, ya que se produce mayor gasto de ácido sulfúrico para neutralizarlo, pero si se pretende una buena separación lignina – celulosa, la digestión se hace favorable.

- Posibles Usos de la Lignina separada del Licor Residual

La lignina y sus derivados pueden utilizarse como agentes de refuerzo en cauchos de estireno- butadieno y neopreno. Sus aplicaciones como copolímero se extienden a la formulación de resinas de tableros aglomerados y contrachapados, pastillas de frenos y discos de embrague.

Las propiedades de las ligninas ORGANOSOLV se pueden adaptar a las siguientes aplicaciones tradicionales: plastificante, dispersante, copolímero, síntesis de compuestos de bajo peso molecular, reforzador y antioxidante, aglomerante, secuestrante, combustible y fertilizante (Gilarraz, 88, 89).

#### 7.8. Posibilidades de Aplicación Industrial

Hasta ahora, las pastas celulósicas ORGANOSOLV proceden de plantas construidas más con fines experimentales que productivos, aunque se ha llegado a obtener hasta 15 T/día. Solamente se remodeló una planta al sulfito en Alemania (Kelheim) para instalar una fábrica ORGANOSOLV de 150.000 T/año basada en el proceso “Organocell”.

De acuerdo con la experiencia adquirida y con la actual situación de la industria pastero-papelera, hoy en día se puede plantear ya la aplicación a escala industrial de los procesos

que aquí se tratan. Sus posibilidades pasan por verificar si cumplen o no los requisitos exigibles actualmente a un nuevo procedimiento fabril para la obtención de pastas celulósicas. Worster (1974) expuso ya en los años 70 las características que debía reunir un nuevo proceso químico de obtención de pasta celulósica, a saber:

- Ausencia de sulfuros inorgánicos capaces de formar compuestos reducidos de azufre.
- Ausencia de ácidos y bases fuertes susceptibles de rebajar el rendimiento del proceso al degradar la celulosa y hemicelulosa.
- Capacidad para solubilizar la mayor parte de la lignina o modificarla químicamente para contribuir al mismo fin con poca pérdida de celulosa y de hemicelulosa.
- Operación en una sola etapa.
- Operación a altas temperaturas y elevadas presiones en tiempos muy cortos.
- Mayor eficacia y sencillez en la recuperación de reactivos que el proceso Kraft.
- Ausencia de problemas medioambientales.

Aunque en la actualidad todo lo enunciado anteriormente sigue siendo válido, el grado de exigencia va siendo cada vez mayor. Los requisitos indispensables que hoy en día han de sumarse a los anteriores para que un nuevo proceso llegue a implantarse a escala industrial son los siguientes:

- Obtención de un producto de elevada calidad.
- Bajo consumo de agua y energía.

- Alto rendimiento en la recuperación de reactivos.
- Utilización de residuos lignocelulósicos distintos a la madera como plantas anuales o residuos agrícolas.
- Posibilidad de implantación en países con recursos madereros pero poco industrializados.

Al margen de las exigencias, los nuevos procesos han de fabricar un producto de calidad similar o superior al obtenido mediante el proceso Kraft. Las pastas obtenidas han de ser fácilmente blanqueables y compatibles con los sistemas existentes de refinado y de formación de la hoja. Asimismo, han de ser válidas para hacer papel y presentar propiedades físicas y ópticas que compitan con las de las pastas al sulfato.

Uno de los requisitos exigidos a los nuevos procesos es la reducción del consumo de energía en la medida de lo posible. Así, mientras que los procesos convencionales aprovechan por lo general el residuo generado como combustible, los procesos ORGANOSOLV, no contemplan esta posibilidad y tendrán que dar una salida comercial lo suficientemente atractiva a sus productos para compensar su déficit energético.

Los procesos ORGANOSOLV, en mayor o menor medida, cumplen los requisitos que debe reunir un nuevo método de producción de pastas celulósicas. Sus ventajas respecto a los métodos convencionales sustentan también sus expectativas reales de aplicación industrial. No obstante, existen obstáculos en cuanto su posible implantación a escala industrial, tanto de orden filosófico como de carácter técnico. Así, el conservadurismo de la industria



pastero- papelera tradicional, justificado por la inversión ya realizada en procesos muy desarrollados, que conducen a productos de gran calidad, ha retrasado la búsqueda de nuevas alternativas. Por otro lado, la puesta a punto de un nuevo proceso requiere notables inversiones y está siempre sujeta a no pocas incertidumbres.

Por ahora, estos nuevos métodos se orientan más como una opción complementaria a la producción existente de pastas, que como una solución alternativa a los procesos convencionales de producción de pasta a partir de materiales lignocelulósicos (Gilarráz, 106-109).

## 8. CONCLUSIONES

- Se obtuvo diferentes pulpas celulósicas por los métodos Kraft y ORGANOSOLV. La mejor pulpa celulósica fue la obtenida mediante el Método ORGANOSOLV a aproximadamente 60 psi (145 °C aprox.). Al comparar los resultados de ésta digestión con la mejor para el Método Kraft (aprox. 12 psi – 80 °C), se puede notar que el Método ORGANOSOLV presenta mejores resultados (Ver Tabla 30).

Es notable observar que el grado de separación lignina – celulosa de la pulpa ORGANOSOLV es mejor que el de Kraft (% lignina en la pulpa y Número Kappa), siendo éste un factor de suma importancia en la calidad de la pulpa obtenida.

**Tabla 30. Comparación de Resultados Métodos ORGANOSOLV y Kraft**

	<b>Método ORGANOSOLV a aprox. 60 psi (145 °C aprox.)</b>	<b>Método Kraft a aprox. 12 psi (80 °C aprox.)</b>
<b>% de lignina en la pulpa celulósica</b>	23,27	64,88
<b>Número Kappa (mL KMnO<sub>4</sub> 0,1N consumidos/ g pulpa celulósica libre de humedad)</b>	124,56	207,98
<b>% Alfa Celulosa</b>	83,72	84,43
<b>% de rendimiento</b>	12,34	11,46

Se puede discutir que el rendimiento en alfa celulosa es alto y casi idéntico para los dos Procesos (Ver Tabla 30) lo que quiere decir que ambos son buenos, siendo así, el medio-ambiental, un factor que marca mayor ventaja para los Procesos ORGANOSOLV.

- Observando los resultados de los análisis del Proceso Kraft al 8 % de Hidróxido de Sodio se puede notar que su comportamiento en general con respecto al Número Kappa, no se ve afectado por la presión o al menos hasta 60 psi aproximadamente y tiempo de una hora; mientras que el Proceso ORGANOSOLV se ve favorecido por éste aumento.
- La pulpa celulósica obtenida fue caracterizada físicamente mediante determinaciones de longitud y diámetro con valores medios de 84,09 y 0,1426 mm en el Proceso Kraft; 19,72 y 0,1385 mm en el Proceso ORGANOSOLV, respectivamente; encontrando que ambas son considerablemente largas, ya que según revisión bibliográfica “la longitud de las fibras largas fluctúa entre 2,5 y 4,5 mm, contra los 0,7 a 1,8 mm de las fibras cortas. La celulosa de fibra larga genera en los papeles una red de uniones más resistentes que las de fibra corta” (Quintero, 2003, 52).
- En el presente Proyecto se planteó un posible tratamiento para los subproductos generados, notando que otra de las ventajas del Proceso ORGANOSOLV es la posibilidad concreta de tratarlos adecuadamente, contemplando la factibilidad de aprovechar la lignina que allí se separa.

## 9. RECOMENDACIONES

- Adaptar al equipo un sistema (Condensador) para evitar pérdidas de Etanol al depresionar y mejorar las condiciones de seguridad para ejercer presiones mucho más altas.
- Trabajar con materia prima fresca (seudotallo del plátano). Parece ser que esto facilita el contacto con el solvente.
- Realizar ensayos para obtención de celulosa por el método ORGANOSOLV empleando otros materiales lignocelulósicos de poco aprovechamiento en la región.
- Realizar diferentes ensayos para obtención de celulosa por el método ORGANOSOLV disminuyendo el porcentaje de NaOH en la digestión, aumentando el porcentaje de Etanol y empleando presiones mucho más altas.
- Realizar un análisis Fitoquímico más completo del licor residual procediendo a cuantificar.
- Investigar los posibles usos del látex, siendo este el primer subproducto originado.

- Realizar pruebas de Tensión y Rasgado para la fibra obtenida con el fin de realizar una aproximación más exacta a su uso.
  
- Se deja abierta la posibilidad de decoloración dependiendo del uso posterior que se pretenda darle (papel periódico, cartón, textil, papel fino, entre otros).
  
- Mejorar el tratamiento de los subproductos generados y explotar el uso potencial de cada uno de estos, especialmente de la lignina extraída.

## BIBLIOGRAFÍA

- (1) ARANZAZU Hernández, Fabio. *“El Cultivo del Plátano. Manual Técnico 9 Corpoica”*. Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria Regional. Editorial Pronata. ISBN 96720-7-8. 2002. Págs. 1, 2, 5-9, 47, 99
- (2) AUSTIN, George T. *“Manual de Procesos Químicos en la industria”*. Tomo III. Productos Químicos derivados de la madera. Editorial Mc Graw Hill. 1997. Pág 725.
- (3) BELALCÁZAR Carvajal, Sylvio L. *“El Cultivo del Plátano en el Trópico (Musa AAB Simmonds) Manual de Asistencia Técnica No. 50”*. ICA Subgerencia de Investigación. División Producción de Cultivos – Sección frutícolas – Plátano y banano. 1986. Pág. 30
- (4) BILBAO Rodríguez, Maria del Rosario. *“Análisis fitoquímico Preliminar”*. Universidad del Quindío. Facultad de Ciencias Básicas y Tecnologías. Programa de Química de Productos Vegetales. 1997. Págs. 31, 61
- (5) CAYÓN Salinas, Daniel Gerardo. *“Postcosecha y agroindustria del plátano en el eje cafetero de Colombia”*. Armenia, Quindío. Septiembre de 2000.
- (6) Enciclopedia Microsoft ENCARTA 2001.

(7) GILARRAZ Redondo, Miguel Ángel. *“Obtención de Pastas Celulósicas Empleando Metanol como Agente de Digestión”*. Tesis Doctoral, Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, España, 1998. Págs. 8-13, 15-17, 41-43, 54, 62, 82, 86, 88- 89, 97, 100-102, 109-114

(8) QUINTERO, Mallerlidy. Proyecto de Grado *“Obtención de Fibra a partir del Seudotallo del Plátano Dominicano Hartón”*. Programa de Química, Universidad del Quindío. 2003. Pág 52

#### Número

#### Páginas Internet

- 1 <http://www.papeldelasindias.com/indice.htm>
- 2 <http://www.gacetauniversitaria.com>
- 3 [http://www.infoagro.com/frutas/frutas\\_tropicales/platano.htm](http://www.infoagro.com/frutas/frutas_tropicales/platano.htm)
- 4 <http://herkules.oulu.fi/isbn9514256611/isbn9514256611.pdf>, 39
- 5 [http://www.papelnet.cl/celulosa/que\\_es\\_cel.htm](http://www.papelnet.cl/celulosa/que_es_cel.htm)
- 6 <http://redinfor.lamolina.edu.pe/RF-HTML/Rf69/Articulo2/doc0007.htm>
- 7 <http://www.geocities.com/cokevilchez/madera.htm>
- 8 <http://grupouruguay.iespana.es/grupouruguay/madera.htm>
- 9 <http://enciclopedia.us.es/wiki.phtml?title=lignina>
- 10 <http://dwb.unl.edu/Teacher/NSF/C06/C06Links/www.chem.vt.edu/chem-dept/helm/3434WOOD/notes2/kraft.html>
- 11 <http://www.gtiuruguay.com/gti/lignina.htm>
- 12 <http://www.edf.org/pubs/Reports/ptf/index.html>
- 13 [www.cci.org.co/publicaciones/Perfil%20de%20producto/perfilplatano7.pdf](http://www.cci.org.co/publicaciones/Perfil%20de%20producto/perfilplatano7.pdf)

## **10. ANEXOS**



## **ANEXO A**

### **Fotografía del Equipo**

## Anexo A. Fotografía del Equipo



## **ANEXO B.**

### **Especificación de los Equipos empleados en el Proyecto de Investigación**

## Anexo B. Especificación de los Equipos empleados en el Proyecto de Investigación

- Digestor. Provisto de cuatro resistencias a 110 V, capacidad 9,5L (facilitado por el Proyecto 199 – Aprovechamiento Industrial de los Residuos y Desechos Celulósicos generados en el Departamento del Quindío, Programa de Química, Universidad del Quindío).
- Espectrofotómetro UV-VIS G1115AA REV. A. 06.01 HP CHEMSTATION  
HEWLETT PACKARD
- Balanza de Humedad: Tipo LJ16 METTLER TOLEDO Moisture Analyzer, Max. 310 g, d=0.001 g.
- Potenciómetro: Tipo METTLER TOLEDO MP22

## **ANEXO C.**

### **Diseño Experimental**

## Anexo C. Diseño Experimental

**Entrada de Datos en Statistix**

<b>CASE</b>	<b>REP</b>	<b>PRESION</b>	<b>MEZCLA</b>	<b>RES</b>
1	1.000	1.000	1.000	234.0
2	2.000	1.000	1.000	183.1
3	3.000	1.000	1.000	206.8
4	1.000	2.000	1.000	231.0
5	2.000	2.000	1.000	301.6
6	3.000	2.000	1.000	210.3
7	1.000	3.000	1.000	258.2
8	2.000	3.000	1.000	269.8
9	3.000	3.000	1.000	248.1
10	1.000	4.000	1.000	241.0
11	2.000	4.000	1.000	252.1
12	3.000	4.000	1.000	198.2
13	1.000	1.000	2.000	229.3
14	2.000	1.000	2.000	211.6
15	3.000	1.000	2.000	230.5
16	1.000	2.000	2.000	211.3
17	2.000	2.000	2.000	181.9
18	3.000	2.000	2.000	196.6
19	1.000	3.000	2.000	195.6
20	2.000	3.000	2.000	184.5
21	3.000	3.000	2.000	164.9
22	1.000	4.000	2.000	108.4
23	2.000	4.000	2.000	126.1
24	3.000	4.000	2.000	139.2

En el Diseño Experimental se empleó el Programa Statistix PC DOS versión 2.0, donde:

**CASE** es el número de datos totales.                    **REP** son las réplicas equivalentes a 3.

**PRESION** 1, 2, 3 y 4 equivalen a 12, 20, 40 y 60 psi aprox. respectivamente.

**MEZCLA 1** es 92 % agua – 8 % NaOH.

**MEZCLA 2** es 46 % agua – 46 % etanol – 8 % NaOH.

**RES** es el Número Kappa en la pulpa expresado en mililitro de  $\text{KmnO}_4$  consumido /  
gramos de pulpa libre de humedad.

### Análisis de Varianza para Números Kappa (ANOVA)

#### ANALYSIS OF VARIANCE TABLE FOR RES

SOURCE	DF	SS	MS	F	P
PRESION (A)	3	8020.3	2673.4	4.57	0.0170
MEZCLA (B)	1	1.7838E+04	1.7838E+04	30.51	0.0000
A*B	3	1.2158E+04	4052.5	6.93	0.0033
REP (C)					
A*B*C	16	9353.5	584.59		
TOTAL	23	4.7369E+04			
GRAND AVERAGE	1	1.0475E+06			

## **ANEXO D.**

**Norma Icontec 1284. “Pulpas celulósicas.**

**Determinación del Número Kappa”**



#### Anexo D. Norma Icontec 1284. “Pulpas celulósicas. Determinación del Número Kappa”

La determinación del Número Kappa es una medida indirecta de la cantidad de lignina residual en la pasta, además, expresa el grado de deslignificación alcanzado durante la etapa de digestión, éste parámetro informa sobre la menor o mayor severidad con que se ha de llevar a cabo el posterior blanqueo. Operacionalmente se define como el volumen en centímetros cúbicos consumidos por gramo de pulpa celulósica libre de humedad, de una solución 0.1 N de Permanganato de Potasio, cuando el ensayo se realiza en las condiciones descritas en la Norma Técnica ICONTEC 1284.

##### 1. Preparación de la muestra

Se obtiene una muestra suficientemente grande, representativa de la pulpa celulósica a ser ensayada y se prepara una muestra más pequeña como se indica a continuación.

Antes de pesarse la cantidad de muestra que se va a analizar, ésta debe acondicionarse durante no menos de 20 minutos en una atmósfera similar a la existente en el sitio donde está la balanza. Se pesa al miligramo más cercano la cantidad de pulpa celulósica que se estime consumirá aproximadamente el 50 % del permanganato usado en el ensayo. El permanganato consumido por el espécimen debe estar entre el 30 % y el 70 % para cumplir la Norma Icontec 1284.

Se pesa por aparte otro espécimen para determinarle el contenido de humedad, de acuerdo con la Norma Icontec 334.

Se desintegra el espécimen de ensayo en 500 cm<sup>3</sup>, o menos de agua destilada, hasta que las fibras queden libres de grumos o manojos de fibras no dispersadas. Se debe evitar el corte muy extenso de las fibras pero se debe procurar que todas las fibras queden separadas.

Se transfiere el espécimen desintegrado al vaso de precipitados de 2 dm<sup>3</sup> y se enjuagan los aparatos con suficiente agua destilada hasta completar un volumen de 759 cm<sup>3</sup>.

Se ajusta la temperatura en 25 °C, se coloca el vaso de precipitados y su contenido en el baño de temperatura constante, asegurándose que la temperatura permanezca a 25 °C ± 1 °C durante toda la reacción. La suspensión debe agitarse constantemente en tal forma que se produzca un remolino de 2.5 cm de profundidad, pero no demasiado rápido para impedir la entrada de aire en la muestra.

Se toman con una pipeta 100 cm<sup>3</sup> de la solución 0.1N de permanganato y 100 cm<sup>3</sup> de la solución 4N de ácido sulfúrico, en el vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>, esta mezcla se deja a 25 °C y se añade rápidamente al espécimen desintegrado, simultáneamente se acciona el cronómetro. Se enjuaga el vaso de precipitados utilizando aproximadamente 5 cm<sup>3</sup> de agua destilada y se añaden a la mezcla reaccionante. El volumen final de dicha mezcla debe ser de 1000 cm<sup>3</sup> ± 5 cm<sup>3</sup>.

Cuando hayan transcurrido 10 minutos exactos se detiene la reacción añadiendo 20 cm<sup>3</sup> de solución 1N de yoduro de potasio con una probeta. Inmediatamente después de mezclar, pero sin filtrar las fibras, se titula el yodo libre en la suspensión con la solución de tiosulfato 0.2N, añadiendo gotas de indicador hacia el final de la reacción.

Se hace un ensayo en blanco, siguiendo exactamente el mismo procedimiento pero sin la pulpa celulósica, en este caso la mezcla debe titularse con el tiosulfato inmediatamente.

No se debe utilizar la titulación en blanco para determinar la normalidad del permanganato de potasio.

## 2. Cálculos

$$k = \frac{v \times f}{p} \quad ; \quad v = \frac{(b-a)N}{0.1}$$

$k$  = Número de Kappa, en cm<sup>3</sup>

$f$  = Factor de corrección para un consumo de 50 % de permanganato, dependiendo del valor de  $v$

$p$  = Masa de pulpa celulósica libre de humedad, en gramos.

$v$  = Volumen de solución de permanganato realmente consumido por el espécimen, en cm<sup>3</sup>

$b$  = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo en blanco, en cm<sup>3</sup>

$N$  = Normalidad de la solución de tiosulfato

$a$  = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo, en cm<sup>3</sup>

Los factores de la tabla están basados en la siguiente ecuación:

$$\log k = \frac{\log v}{N} + 0.00093(v' - 50)$$

**Factor de Corrección para consumo de 50 % de Permanganato**

V	+0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
30	0.958	0.960	0.962	0.964	0.966	0.968	0.970	0.973	0.975	0.977
40	0.979	0.981	0.983	0.985	0.987	0.989	0.991	0.994	0.996	0.998
50	1.000	1.002	1.004	1.006	1.009	1.011	1.013	1.015	1.017	1.019
60	1.022	1.024	1.026	1.028	1.030	1.033	1.035	1.037	1.039	1.042
70	1.044									

### 3. Indicaciones Complementarias

Con el objeto de hacer más funcional la Norma se incluye la siguiente información adicional.

#### 3.1. Modificaciones para control de rutina únicamente

- Corrección para la temperatura de reacción. Si no se dispone de un baño a temperatura constante, después de que se efectúa la reacción se determina la temperatura durante 5 minutos y se supone que ésta es la temperatura promedio de la reacción a través del

ensayo. Si dicha temperatura es mayor de 20 °C y menor de 30 °C el Número Kappa se corrige de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$k = \frac{v \times f}{p} 1 + 0.013(25 - t)$$

t = Temperatura real de la reacción en grados centígrados

Los demás términos están definidos anteriormente.

- Uso de cantidades pequeñas. Para pulpas celulósicas totalmente químicas, se utilizan 50 cm<sup>3</sup> de permanganato; 50 cm<sup>3</sup> de ácido sulfúrico; 400 cm<sup>3</sup> de agua y la cantidad apropiada de pulpa celulósica y se sigue el procedimiento normal.
- Preparación de la muestra. Para propósitos de control de rutina, donde el tiempo es un factor importante, es más conveniente usar suspensión de pulpa celulósica de una determinada consistencia, o pulpa celulósica que haya sido lavada con acetona y secada en un horno hasta eliminar la humedad. La suspensión de pulpa celulósica debe dar un consumo de permanganato ligeramente más alto y la pulpa celulósica secada al horno un consumo ligeramente menor.

Si se realizan estas modificaciones para control de rutina, los resultados usualmente se acercan mucho a los obtenidos por el método normalizado. Sin embargo no se puede considerar que con alguna de estas modificaciones se esté cumpliendo con la Norma. El uso inevitable de alguna modificación debe destacarse en el informe.

### 3.2. Relación con la cantidad de lignina

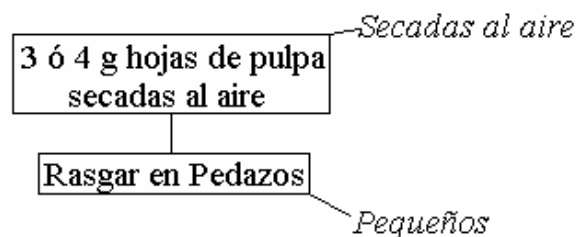
El Número Kappa guarda una relación lineal con la lignina Klason y el número de cloro para las pulpas celulósicas con rendimientos inferiores a 70 %. El porcentaje de lignina Klason es aproximadamente igual a 0.15 veces el Número Kappa.

### 3.3. Envejecimiento

La pulpa celulósica fresca tiene un consumo de permanganato ligeramente superior a la pulpa celulósica que ha estado almacenada varios días o meses. El cambio es rápido inmediatamente después de que la pulpa celulósica está hecha, pero alcanza una estabilidad relativa después de 2 ó 3 días.

## 4. Diagramas para Determinación de Número Kappa

### 4.1. Hojas de pulpa celulósica secadas al aire



Preparación de hojas de pulpa secadas al aire

Se rasgan de 3 a 4 gramos de hojas de pulpa celulósica en pedazos pequeños. No debe usarse un molino Wiley u otro de molienda similar.

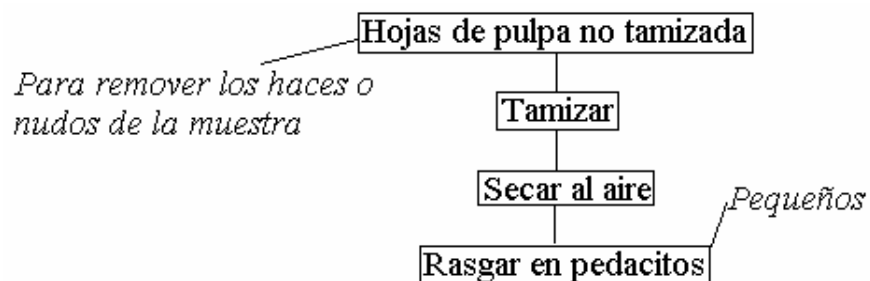
#### 4.2. Pulpa celulósica en suspensión tamizadas



Preparación de la pulpa en suspensión tamizada

Se deben mezclar y fabricar en un embudo Büchner, almohadillas o galletas de 3 a 4 gramos de peso seco; se secan al aire y se rasgan en pedacitos pequeños. No deben utilizarse disolventes orgánicos para acelerar el secado.

### 4.3. Pulpa celulósicas no tamizadas

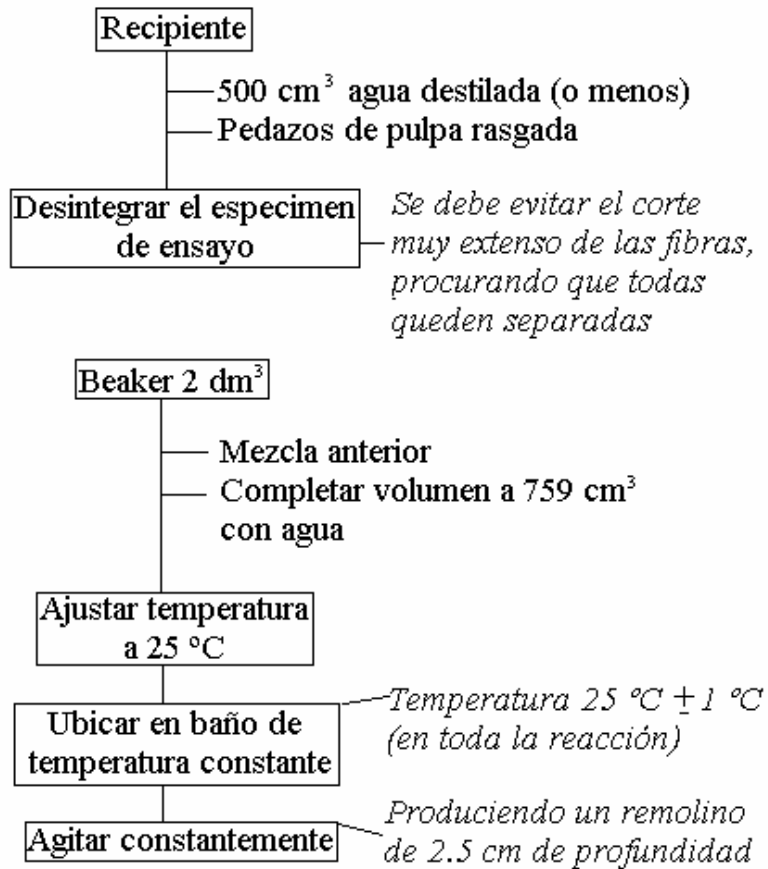


Preparación hojas de pulpa no tamizada

Si las hojas de la pulpa celulósica de muestra provienen de pulpas celulósicas no tamizadas, que normalmente se tamizan porque se van a blanquear o van a sufrir otro proceso, se deben remover los haces o nudos de la muestra por tamizado, usando un método escogido en tal forma, que dé resultados similares a los obtenidos industrialmente y luego se procede en la forma indicada en pulpas celulósicas en Suspensión tamizadas.



## 5. Determinación



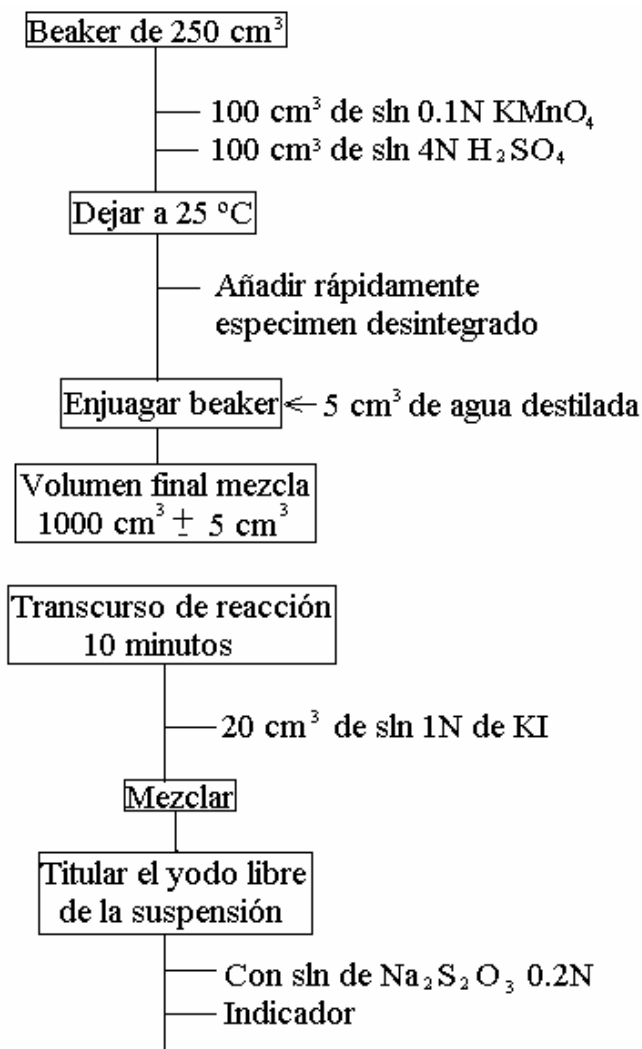
## Preparación de la muestra para determinación Número Kappa

Se desintegra el espécimen de ensayo en 500 cm<sup>3</sup>, o menos de agua destilada, hasta que las fibras queden libres de grumos o manojos de fibras no dispersadas. Se debe evitar el corte muy extenso de las fibras pero se debe procurar que todas las fibras queden separadas.

Se transfiere el espécimen desintegrado al vaso de precipitados de 2 dm<sup>3</sup> y se enjuagan los aparatos con suficiente agua destilada hasta completar un volumen de 759 cm<sup>3</sup>.

Se ajusta la temperatura en 25 °C, se coloca el vaso de precipitados y su contenido en el baño de temperatura constante, asegurándose que la temperatura permanezca a 25 °C ± 1 °C durante toda la reacción. La suspensión debe agitarse constantemente en tal forma que se produzca un remolino de 2.5 cm de profundidad, pero no demasiado rápido para impedir la entrada de aire en la muestra.

Se toman con una pipeta 100 cm<sup>3</sup> de la solución 0.1N de permanganato y 100 cm<sup>3</sup> de la solución 4N de ácido sulfúrico, en el vaso de precipitados de 250 cm<sup>3</sup>, esta mezcla se deja a 25 °C y se añade rápidamente al espécimen desintegrado, simultáneamente se acciona el cronómetro. Se enjuaga el vaso de precipitados utilizando aproximadamente 5 cm<sup>3</sup> de agua destilada y se añaden a la mezcla reaccionante. El volumen final de dicha mezcla debe ser de 1000 cm<sup>3</sup> ± 5 cm<sup>3</sup>.



#### Determinación de Numero Kappa

Cuando hayan transcurrido 10 minutos exactos se detiene la reacción añadiendo 20 cm<sup>3</sup> de solución 1N de yoduro de potasio con una probeta. Inmediatamente después de mezclar, pero sin filtrar las fibras, se titula el yodo libre en la suspensión con la solución de tiosulfato 0.2N, añadiendo gotas de indicador hacia el final de la reacción.

Se hace un ensayo en blanco, siguiendo exactamente el mismo procedimiento pero sin la pulpa celulósica, en este caso la mezcla debe titularse con el tiosulfato inmediatamente.

No se debe utilizar la titulación en blanco para determinar la normalidad del permanganato de potasio.

## 6. Cálculos

$$k = \frac{v \times f}{p} \quad ; \quad v = \frac{(b-a)N}{0.1}$$

$k$  = Número de Kappa, en  $\text{cm}^3$

$f$  = Factor de corrección para un consumo de 50 % de permanganato, dependiendo del valor de  $v$

$p$  = Masa de pulpa celulósica libre de humedad, en gramos.

$v$  = Volumen de solución de permanganato realmente consumido por el espécimen, en  $\text{cm}^3$

$b$  = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo en blanco, en  $\text{cm}^3$

$N$  = Normalidad de la solución de tiosulfato

$a$  = Volumen de tiosulfato consumido en el ensayo, en  $\text{cm}^3$

Los factores de la tabla están basados en la siguiente ecuación:

$$\log k = \frac{\log v}{N} + 0.00093(v' - 50)$$



## **ANEXO E.**

**Norma ICONTEC 697. “Pulpas  
celulósicas para papel. Método para  
determinar las celulosas alfa, beta y gama”**

Anexo E. Norma ICONTEC 697. “Pulpas celulósicas para papel. Método para determinar las celulosas alfa, beta y gama”

Consiste en tratar una muestra con una solución acuosa al 17.5 % de NaOH durante 45 minutos, reduciendo luego dicha concentración al 8.3 % para precipitar la celulosa alfa, permaneciendo en solución las celulosas beta y gama. En la porción alícuota de la fracción soluble se determina volumétricamente el total de las celulosas beta y gama. Otra porción alícuota de líquido alcalino original se acidifica para insolubilizar la fracción beta, determinándose la fracción gama volumétricamente. La fracción beta se determina por diferencia con el total de fracción beta y gama.

1. Cálculos: Determinación  $\alpha$ -celulosa

$$\alpha = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$\alpha$  = Contenido de celulosa alfa en porcentaje

G = Masa del espécimen libre de humedad en gramos

$G_1$  = Masa del residuo en gramos.

## 2. Determinación de Celulosas Beta y Gama

### 2.1. Cálculos: Contenido de $\beta$ y $\gamma$ -celulosa

$$\beta + \gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N}{G} \times 100$$

$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL

$N$  = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

$G$  = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

$f$  = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).

### 2.2. Determinación de Celulosa Gama y Beta

#### 2.2.1. Cálculos: Contenido de $\gamma$ -celulosa

$$\gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N \times 1.1316}{G} \times 100$$

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL



N = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

G = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

f = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).

1.1317 = Factor de dilución

### 2.2.2. Cálculos: Contenido de $\beta$ -celulosa

$$\beta = (\beta + \gamma) - \gamma$$

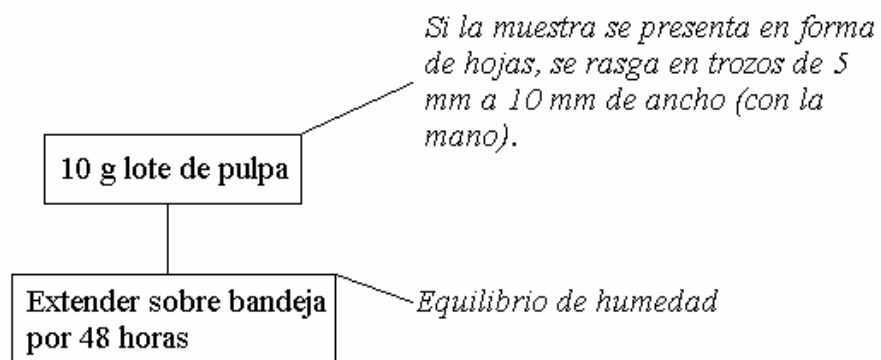
$\beta$  = Contenido de Beta celulosa en porcentaje

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

### 3. Diagramas para Determinación de Celulosa

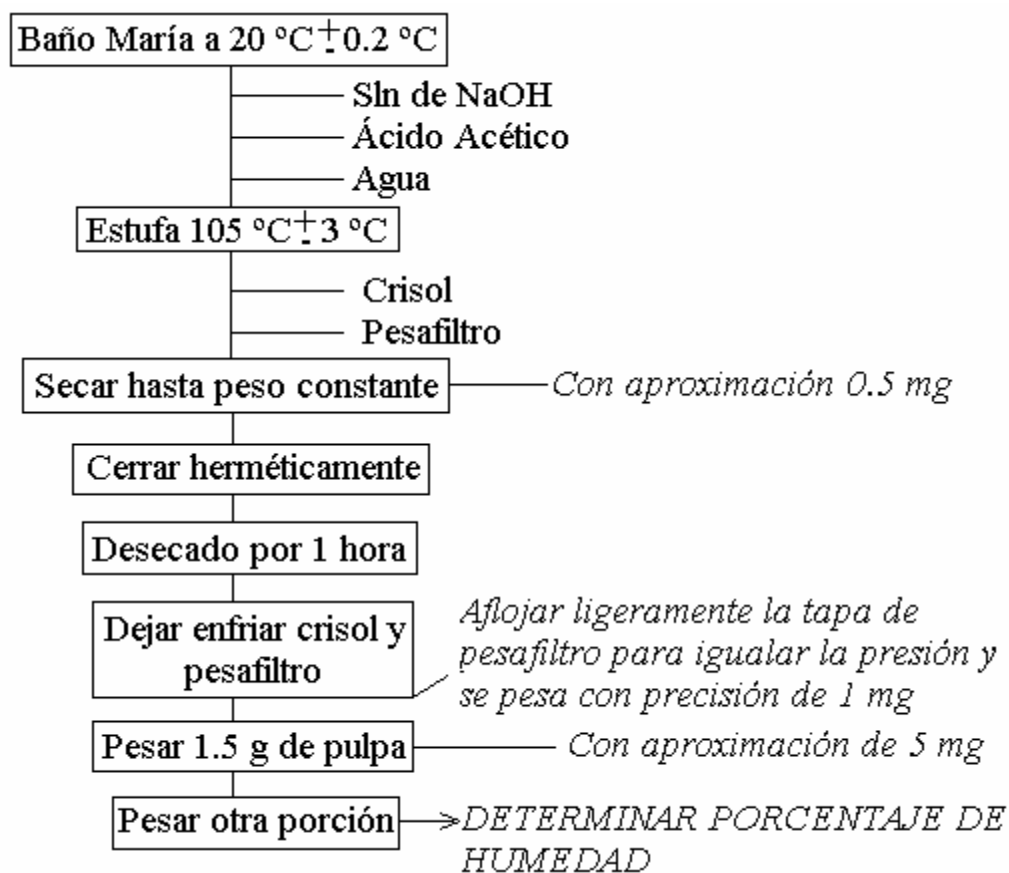
#### 3.1. Preparación de los especímenes



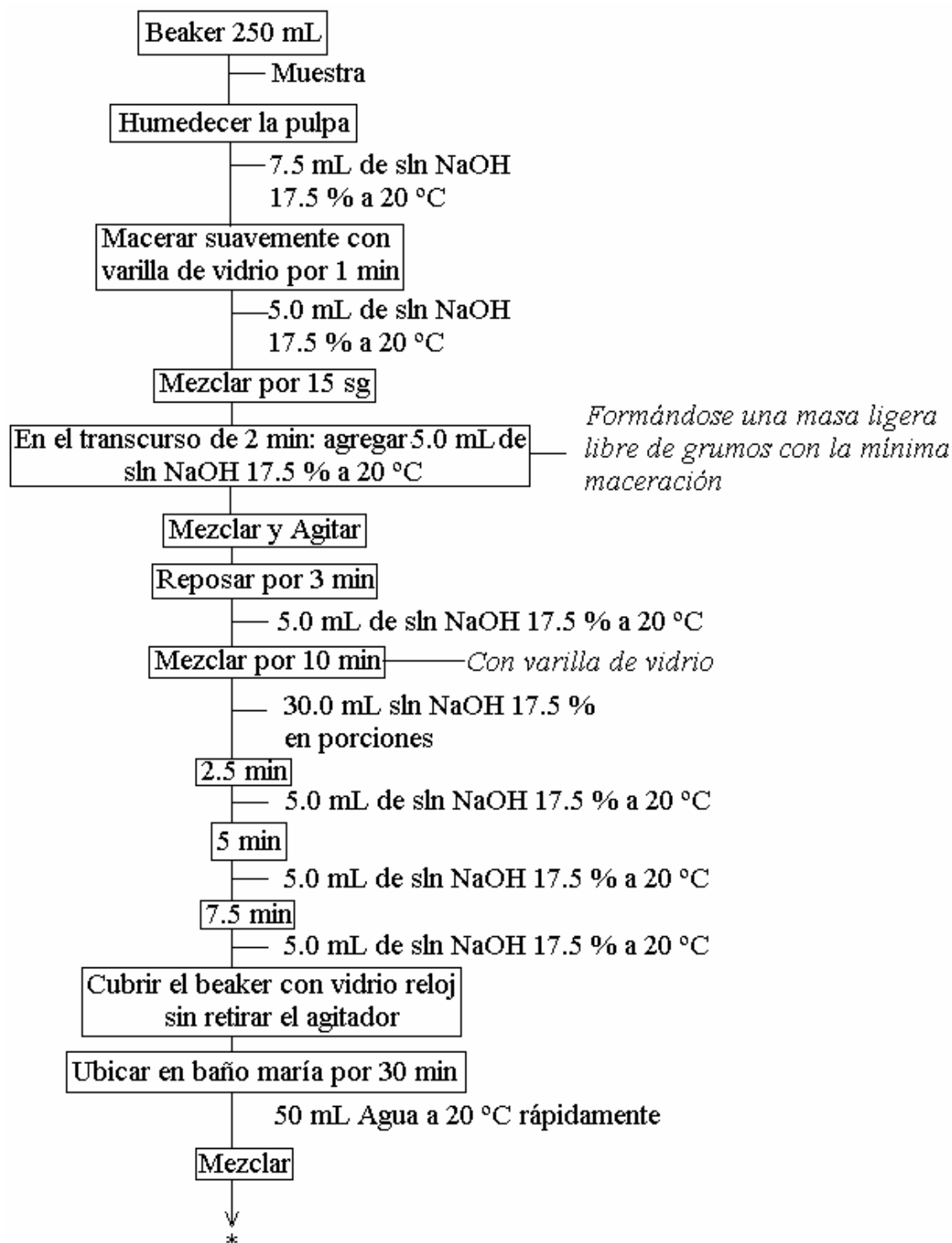
Preparación de los especímenes

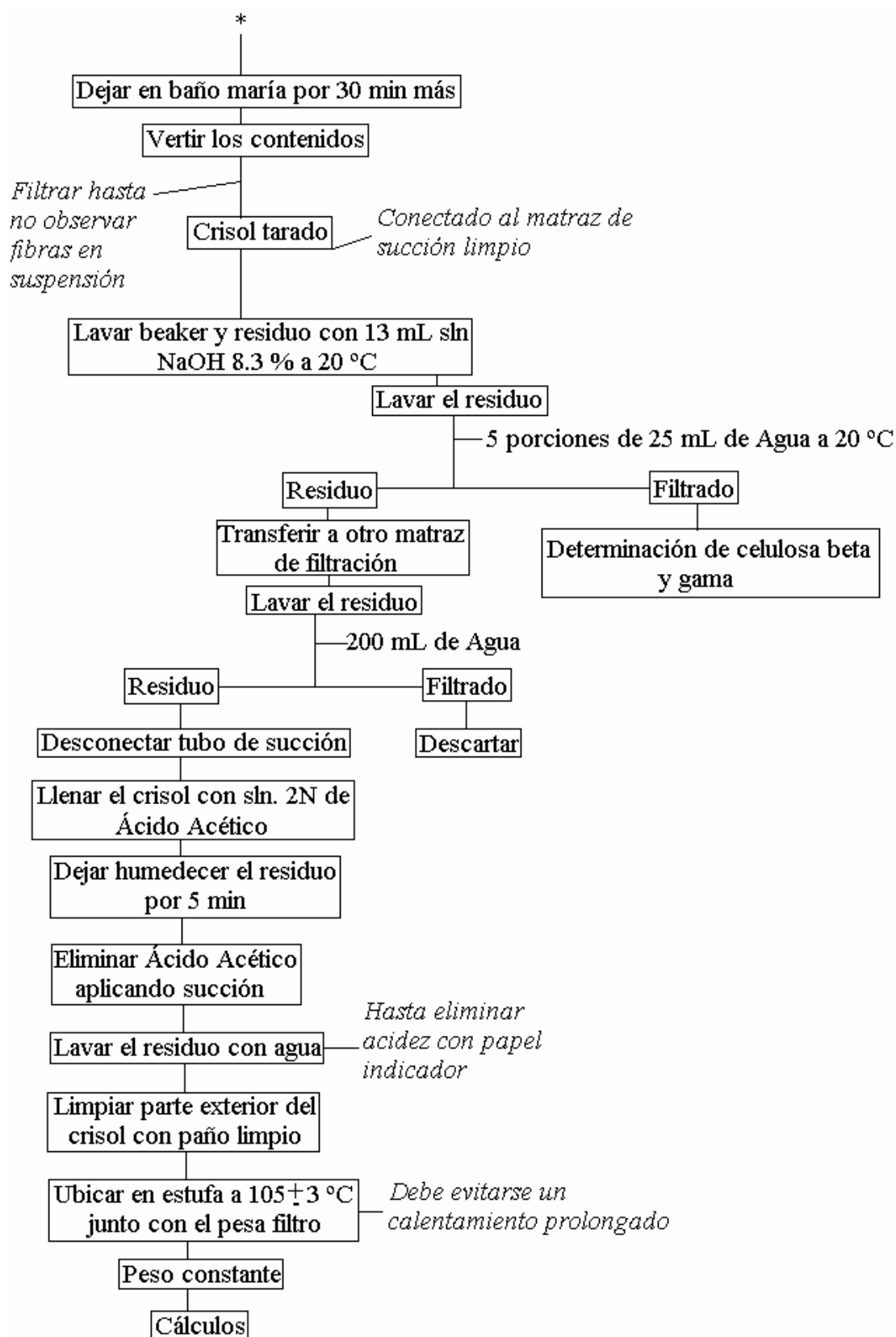
## 3.2. Procedimiento

## 3.2.1. Determinación de Alfa celulosa



Preparación de la Muestra para determinación de Alfa Celulosa





## Determinación de Alfa Celulosa

## 3.2.2. Cálculos

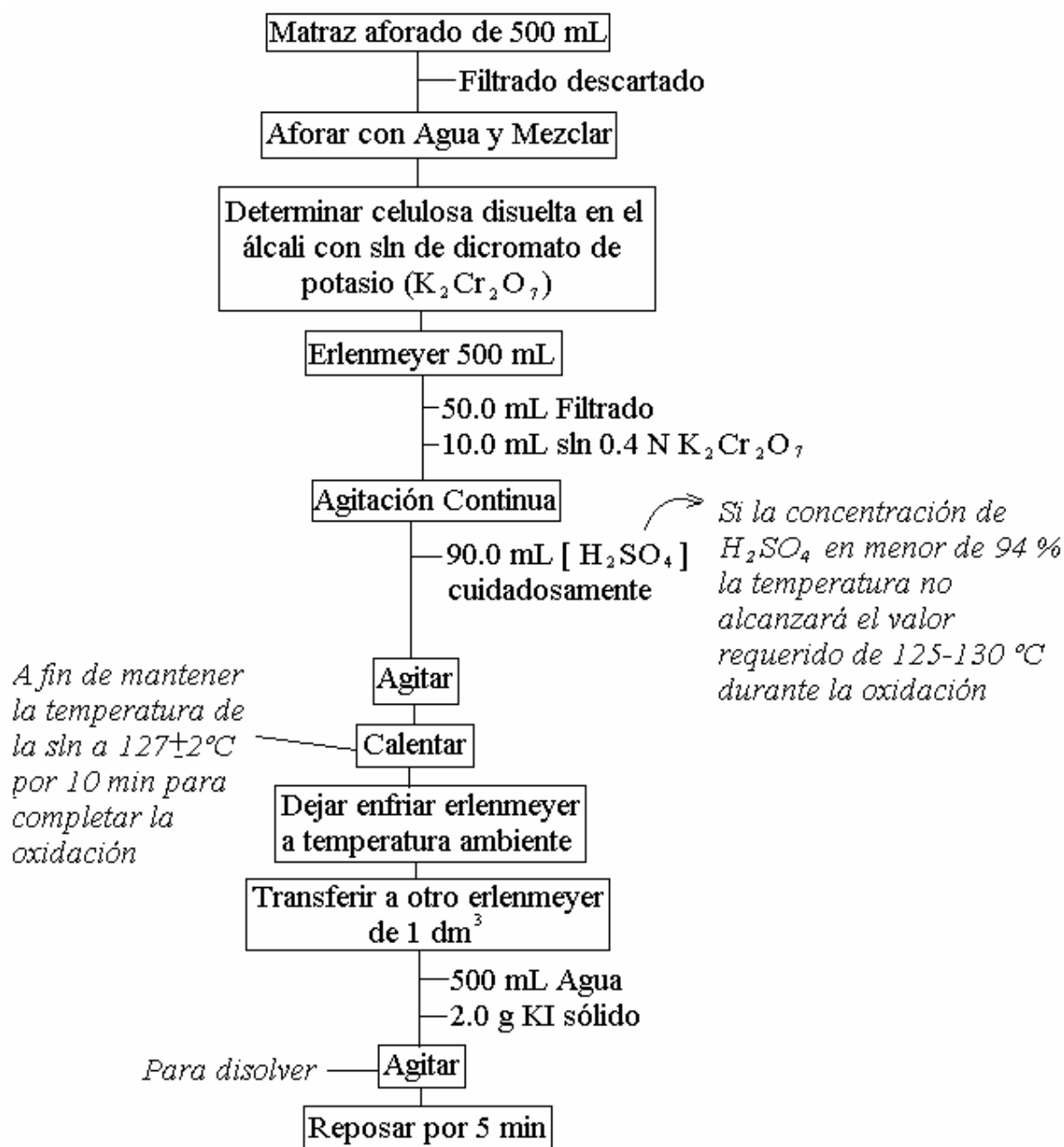
$$\alpha = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$\alpha$  = Contenido de celulosa alfa en porcentaje

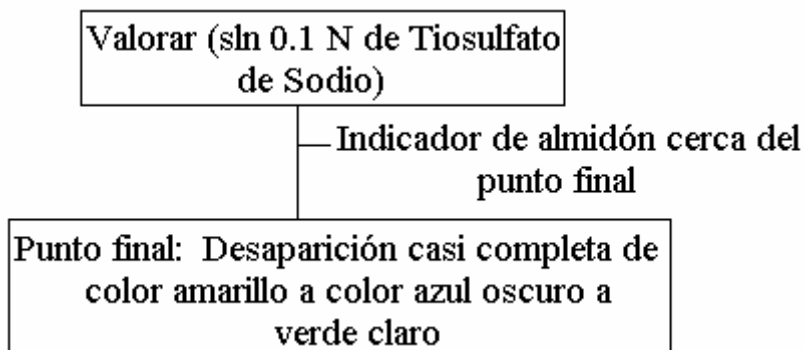
G = Masa del espécimen libre de humedad en gramos

$G_1$  = Masa del residuo en gramos.

## 3.3. Determinación de Celulosas Beta y Gama



## 3.3.1. Valoración



Valoración de Celulosas Beta y Gama

3.3.2. Cálculos: Contenido de  $\beta$  y  $\gamma$ -celulosa

$$\beta + \gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N}{G} \times 100$$

$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL

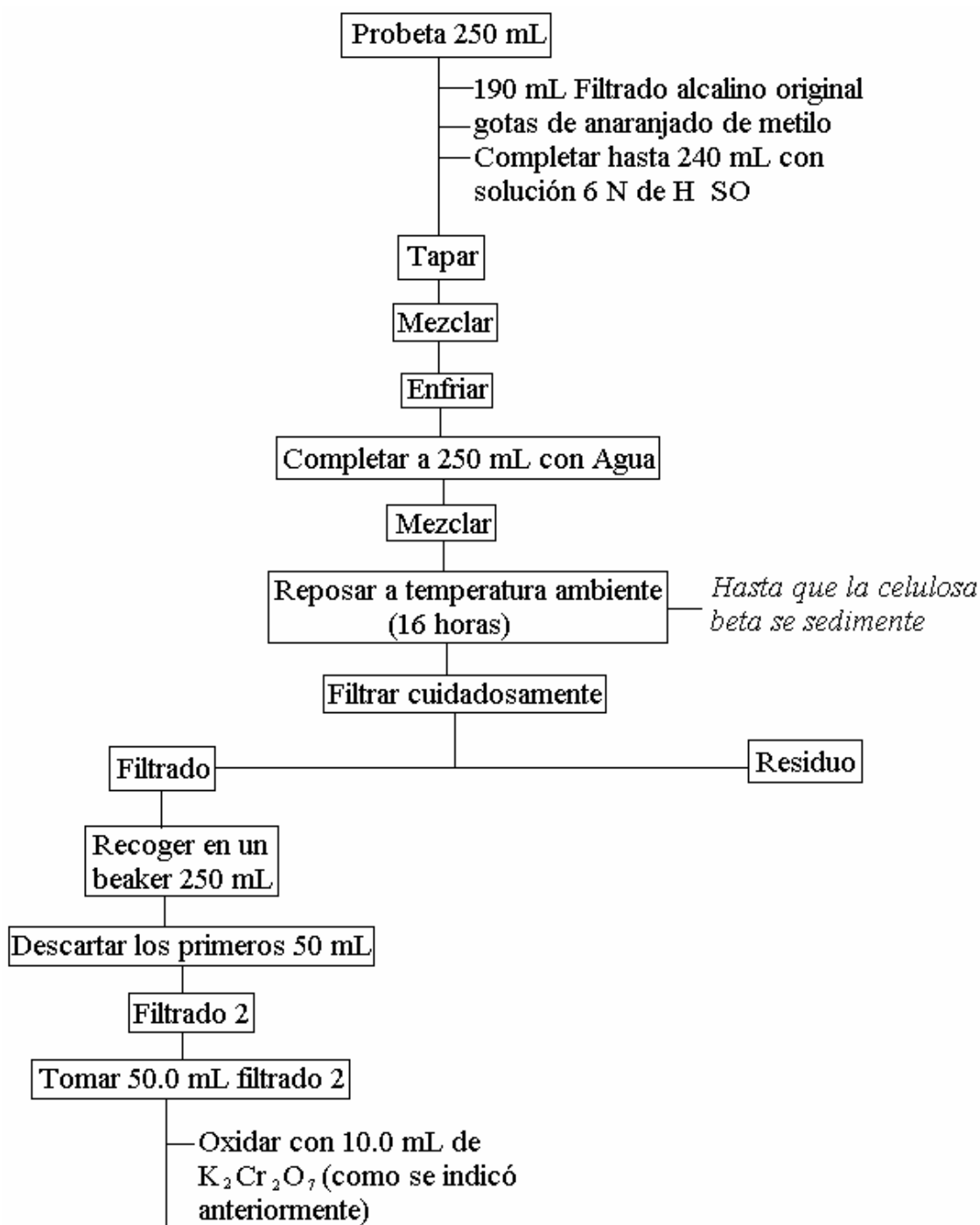
$N$  = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

$G$  = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

$f$  = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).



## 3.3.3. Determinación de Celulosa Gama



Determinación de Celulosa Gama

- Cálculos: Contenido de  $\gamma$ -celulosa

$$\gamma = \frac{f(V_2 - V_1) \times N \times 1.1316}{G} \times 100$$

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

$V_1$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración de filtrado en mL

$V_2$  = Volumen de solución de Tiosulfato de Sodio para la valoración del testigo en mL

$N$  = Normalidad de la solución de Tiosulfato de Sodio

$G$  = Masa de la pulpa celulósica seca usada en gramos

$f$  = Factor de equivalencia de la solución de Tiosulfato de Sodio en gramos de celulosa (si se trata de solución 1 N el factor puede considerarse como 0.00685 g).

1.1318 = Factor de dilución

- Cálculos: Contenido de  $\beta$ -celulosa

$$\beta = (\beta + \gamma) - \gamma$$

$\beta$  = Contenido de Beta celulosa en porcentaje

$\gamma$  = Contenido de Gama celulosa en porcentaje

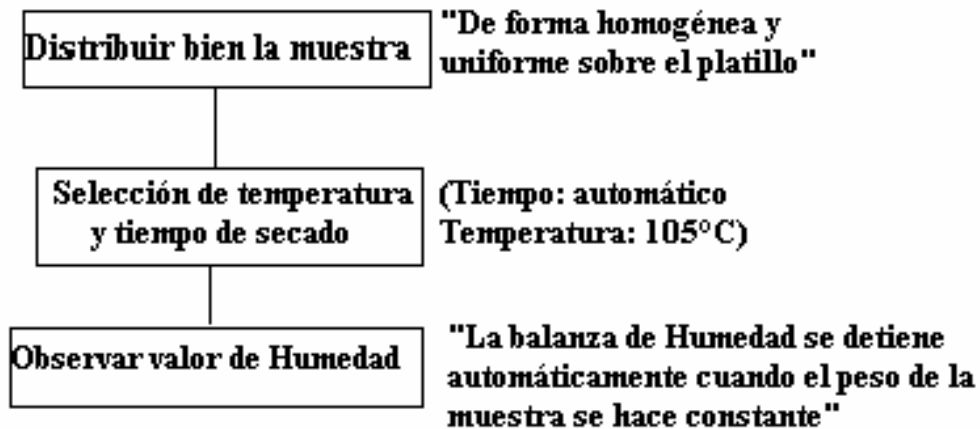
$\beta + \gamma$  = Contenido de Beta y Gama celulosa en porcentaje

## **ANEXO F.**

### **Método de desecación por infrarrojo**

## Anexo F. Método de desecación por infrarrojo

Este procedimiento consiste en la desecación de la muestra por efecto directo de la radiación calorífica infrarroja sobre la muestra. El calentamiento se hace de adentro hacia fuera, a una temperatura de 105°C.



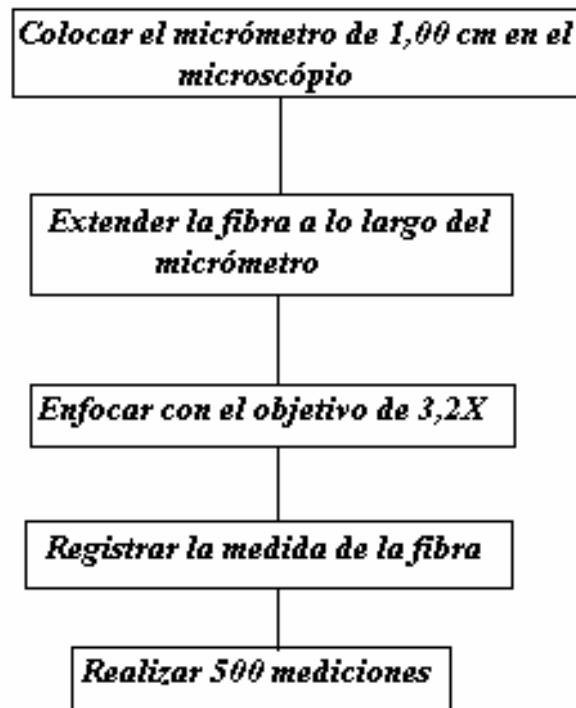
***Nota: Sila muestra no queda bien distribuida por todo el platillo gran parte de la radiación IR que incide es reflejada en su fondo brillante. En consecuencia debido a la mala distribución la muestra puede absorber muy poca energía causando una mala medición.***

**Determinación de Humedad de la Muestra**

## **ANEXO G.**

### **Determinación de la longitud y diámetro de las fibras**

## Anexo G. Determinación de la longitud y diámetro de las fibras



## Determinación de Longitud y Diámetro de las Fibras

Para el cálculo de la longitud media de las fibras se tienen las siguientes ecuaciones.

$$\bar{X} = \frac{\sum X_n}{n}$$

Donde  $\bar{X}$ : media aritmética

$X_n$ : Datos

$n$  = muestra

## **ANEXO H.**

### **Determinación de Proteínas por el Método**

### **Bradford**

## Anexo H. Determinación de Proteínas por el Método Bradford

El método de Bradford cuantifica la unión de un colorante, azul de coomasie a una proteína desconocida y compara esta unión contra diferentes cantidades de una proteína estándar.

Usualmente suero albúmina bovina.

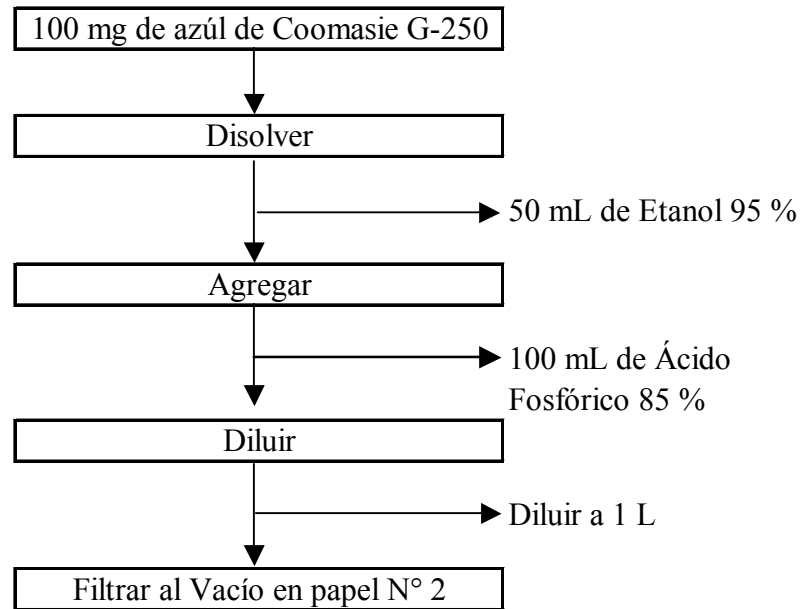
Está diseñada para cuantificar entre 1 y 10  $\mu\text{g}$  de proteínas. Las determinaciones de proteína en un rango de 10 $\mu\text{g}$  a 100 $\mu\text{g}$  puede realizarse al incrementar 5 veces el volumen de colorante utilizado.

### 1. Materiales y Reactivos

- Reactivo de Bradford
- Azul de Coomasie G-250 100 mg
- Etanol 95 %
- Acido fosofórico 85%
- Agua destilada o desionizada
- Solución de Cloruro de Sodio a 0.15 M y pH de 6.5
- Stock de albúmina bovina sérica (BSA) 10mg de BSA en 10 mL de NaCl (1 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ )
- Muestra problema.
- Tubos de 12 \* 100 mm
- UV-VIS



## 2. Preparación de Reactivos



Preparación de Reactivo de Bradford

**El reactivo se debe de colocar en un frasco ámbar y mantener en refrigeración**

## 3. Recomendaciones

Antes de aforar a 1 L se puede homogeneizar llevando la solución cerca de 1 L en un beaker cubierto con papel aluminio, luego se afora.

Al momento de filtrar, se debe tener en cuidado con la excesiva espuma.

#### 4. Curva estándar

- Reactivos

-NaCl 0.15 M

-Suero de Albúmina Bovina (BSA), debe ser de 1 mg/mL.

#### 5. Preparación

- Diluya el colorante concentrado (reactivo de Bradford) con 4 volúmenes de agua Desionizada, filtre a través del papel filtro.
- Tome 1 mg/mL de solución Stock de BSA. Luego prepare una solución duplicada de 10 mL en tubos para la curva.

#### Preparación de Soluciones Stock para determinación de Proteína por el Método

##### Bradford

µg de proteína en 0.1L	µL de solución Stock BSA (1mg/mL)	µl de NaCl 0.15 M	ML de Coomasie G-250
0	0	100	5
10	10	90	5
20	20	80	5
40	40	60	5
60	60	60	5
80	80	20	5

- Espere al menos dos minutos, pero no mas de una hora. Mida absorbancia a 595 nm. Se realiza un análisis de regresión lineal para obtener el coeficiente de determinación y las constantes, intercepto y perndiente.

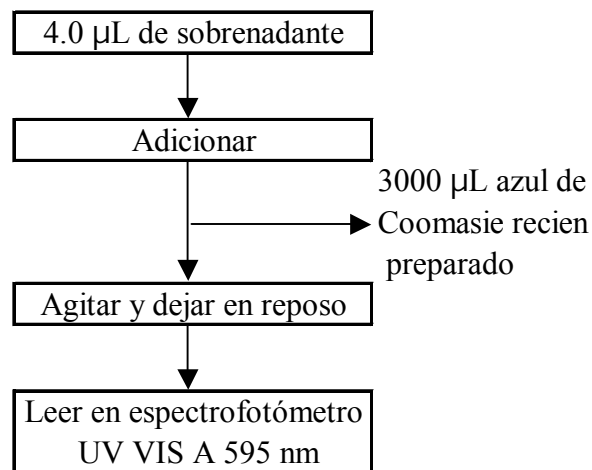
## 6. Preparación de muestra para cuantificar la proteína

- Reactivos y materiales.

-Muestra

-NaCl 0.15 M

## 7. Para leer concentración de proteína desconocida



Lectura en el espectrofotómetro UV - VIS

## 8. Para calcular la concentración de proteína desconocida

Utilizamos la siguiente ecuación:

$$y = mC + b$$

$$C = \frac{y - b}{m} \quad \text{donde, } y = \text{Absorbancia}$$

b= intercepto

m= pendiente

## 9. Recomendaciones

Entre cada lectura lavar la celda con agua y alcohol y escurrir perfectamente.

El material no tenga residuos de detergente ya que interfiere en los resultados.

### **Preparación de reactivos para cuantificar proteínas por el método de Bradford sln de**

**NaCl 0.15 M:** Pesar 4.383 g de NaCl y se afora a 500 mL.

Bradford, M.M. 1976. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*, 72:248-254.

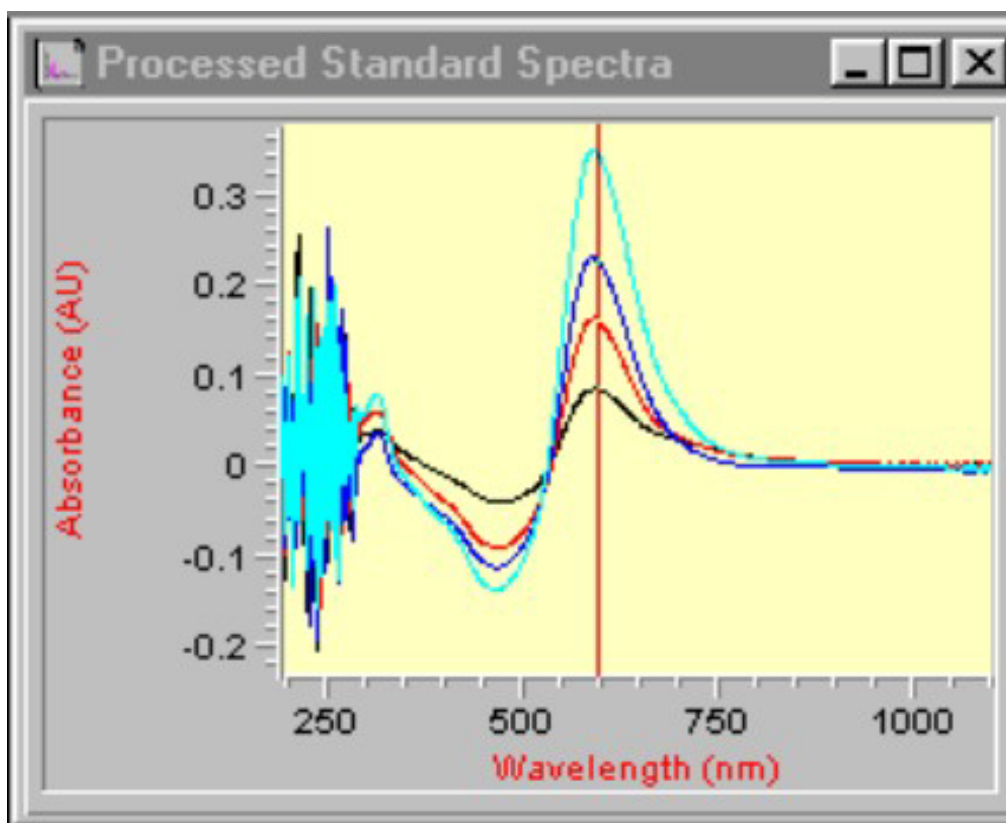
## **ANEXO J.**

**Estándares y Curva de Calibración**

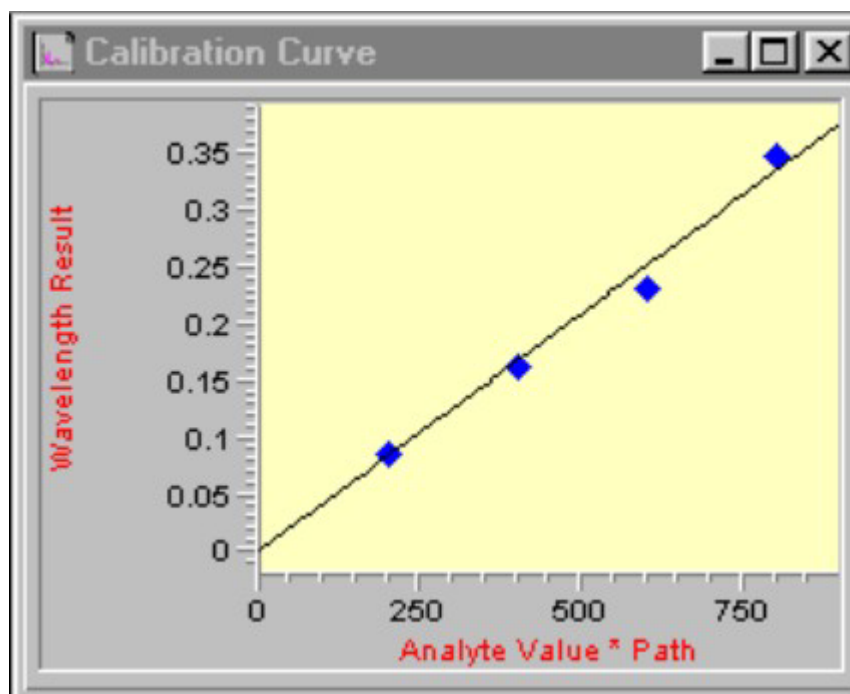
**Cuantificación de Proteína del Licor**

**Residual**

## Anexo J. Estándares y Curva de Calibración Cuantificación de Proteína del Licor Residual



Gráfica Estándares para Construcción de Curva de Calibración



Gráfica Curva de Calibración

Calibration Result Sum...	
Close	
Analyte Name	Concentration
Number of Standards	4
Calibration Curve	$C = k1 * A$
Coefficient k1	2.3891E3 ppr
Std.Dev. of k1	75.45000 ppr
Std.Dev. of Calibration	34.54300 ppr
Correl. Coeff. (R <sup>2</sup> )	0.99702

Gráfica Datos de la Curva de Calibración para determinación de proteína

## **ANEXO K.**

### **Comportamiento del Equipo (Relación Temperatura – Tiempo – Presión alcanzada)**



Anexo K. Comportamiento del Equipo (Relación Temperatura – Tiempo – Presión alcanzada)

Presión 20 psi

t (min)	Tpared (°C)	P (psi)
0	22	0
2	23	3
4	24	3
5	25	4
7	29	4
9	36	4
11	43	4
13	49	4
15	57	4,5
17	63	5
19	70	6
21	76	6
23	81	7
25	87	8
27	91	9
29	95	10
31	100	12
32	102	12,5
33	105	13
35	109	14
37	110	15
40	110	16
42	108	16
44	106	17
46	105	17
48	104	17
49	103	17
51	103	18
53	106	18
56	108	19
59	108	19,5
63	107	20
65	106	20
67	105	19
69	104	19
72	106	20
74	110	21

Presión 40 psi

t (min)	Tpared (°C)	P (psi)
0	99	6
2	99	6,5
4	100	7
6	104	8
8	109	8
10	114	10
13	121	13
15	123	15
19	132	19
21	137	22
23	141	25
25	145	29
27	148	33
29	152	38
32	152	42
34	151	44
38	148	45
40	146	45
41	144	46
43	143	46
46	141	46
52	137	43
54	136	42
57	135	41
59	134	40
61	133	39
63	132	37
67	132	37
68	133	38
70	134	39
72	135	40
74	135	40
76	135	39
79	134	38
81	133	38
83	133	37
85	132	37

Presión 60 psi

t (min)	Tpared (°C)	P (psi)
0	130	4
2	128	6
7	132	10
9	137	11
11	143	14
15	150	22
17	153	28
19	157	32
21	160	39
25	164	48
27	168	57
31	170	68
33	168	69
35	167	70
37	165	70
39	163	70
43	158	68
45	157	68
47	155	67
49	153	65
51	152	64
53	150	62
55	148	61
57	148	60
59	146	58
61	145	57
63	144	56
65	144	56
67	145	58
68	147	62
70	151	67
72	152	68
74	152	68
76	152	68
78	151	67
80	151	66
82	149	64

78	111	21
80	111	20
84	110	22
86	109	22
91	109	21
93	108	21
98	106	20
100	106	20
102	105	19
104	104	18
109	105	19,5
112	108	20
114	110	20
117	110	19
119	109	20
120	109	20

87	133	38
89	135	40

84	148	63
86	148	62
88	147	61
90	146	59
92	145	57
94	144	57
96	144	58
98	145	59
100	146	59
102	146	59
104	145	58
106	145	57
108	144	56
110	143	55

## **ANEXO L.**

### **Datos de Longitud y Diámetro para ambas mezclas**

## Anexo L. Datos de Longitud y Diámetro para ambas mezclas

Mezcla 1 a 12 psi				Mezcla 2 a 60 psi			
Longitud (mm)	Longitud (mm)	Diámetro (mm)	Diámetro (mm)	Longitud (mm)	Longitud (mm)	Diámetro (mm)	Diámetro (mm)
1)21	251)77	1)0,01	251)0,12	1)0,31	251)16,00	1)0,00	251)0,10
2)25	252)78	2)0,01	252)0,12	2)0,32	252)16,00	2)0,01	252)0,11
3)26	253)78	3)0,03	253)0,12	3)0,37	253)16,00	3)0,01	253)0,11
4)27	254)78	4)0,03	254)0,12	4)0,71	254)16,00	4)0,01	254)0,11
5)27	255)78	5)0,03	255)0,12	5)0,74	255)16,00	5)0,01	255)0,11
6)30	256)78	6)0,04	256)0,12	6)0,89	256)16,00	6)0,01	256)0,11
7)31	257)79	7)0,04	257)0,12	7)0,95	257)16,00	7)0,01	257)0,11
8)31	258)79	8)0,04	258)0,12	8)0,98	258)16,00	8)0,01	258)0,11
9)31	259)79	9)0,04	259)0,12	9)1,17	259)17,00	9)0,01	259)0,11
10)31	260)79	10)0,05	260)0,13	10)1,29	260)17,00	10)0,01	260)0,11
11)31	261)79	11)0,05	261)0,13	11)1,63	261)17,00	11)0,01	261)0,11
12)32	262)79	12)0,07	262)0,13	12)1,64	262)17,00	12)0,01	262)0,11
13)32	263)79	13)0,07	263)0,13	13)2,00	263)17,00	13)0,01	263)0,11
14)32	264)79	14)0,07	264)0,13	14)2,00	264)17,00	14)0,01	264)0,11
15)34	265)79	15)0,07	265)0,13	15)2,00	265)17,00	15)0,01	265)0,11
16)34	266)80	16)0,07	266)0,13	16)2,00	266)17,00	16)0,01	266)0,11
17)35	267)80	17)0,07	267)0,13	17)2,28	267)17,00	17)0,01	267)0,11
18)36	268)80	18)0,07	268)0,13	18)3,00	268)17,00	18)0,01	268)0,11
19)36	269)80	19)0,07	269)0,13	19)3,00	269)17,00	19)0,01	269)0,11
20)36	270)81	20)0,07	270)0,13	20)3,00	270)17,00	20)0,02	270)0,12
21)36	271)81	21)0,07	271)0,13	21)3,00	271)17,00	21)0,02	271)0,12
22)37	272)81	22)0,07	272)0,13	22)3,00	272)17,00	22)0,02	272)0,12
23)37	273)81	23)0,07	273)0,13	23)3,00	273)17,12	23)0,02	273)0,12
24)37	274)81	24)0,07	274)0,13	24)3,00	274)17,25	24)0,02	274)0,12
25)37	275)81	25)0,07	275)0,13	25)3,00	275)17,71	25)0,02	275)0,12
26)37	276)82	26)0,07	276)0,13	26)3,00	276)18,00	26)0,02	276)0,12
27)38	277)82	27)0,07	277)0,13	27)4,00	277)18,00	27)0,02	277)0,12
28)38	278)82	28)0,07	278)0,13	28)4,00	278)18,00	28)0,02	278)0,12
29)38	279)82	29)0,07	279)0,13	29)4,00	279)18,00	29)0,02	279)0,12
30)39	280)82	30)0,07	280)0,13	30)4,00	280)18,00	30)0,02	280)0,12
31)39	281)82	31)0,07	281)0,13	31)4,00	281)18,00	31)0,02	281)0,12
32)39	282)82	32)0,07	282)0,13	32)4,00	282)18,00	32)0,02	282)0,12
33)39	283)82	33)0,07	283)0,13	33)4,00	283)18,00	33)0,02	283)0,12
34)39	284)82	34)0,08	284)0,13	34)4,00	284)18,00	34)0,02	284)0,12
35)39	285)82	35)0,08	285)0,13	35)4,00	285)18,00	35)0,02	285)0,12
36)40	286)82	36)0,08	286)0,13	36)4,00	286)18,00	36)0,02	286)0,12
37)40	287)83	37)0,08	287)0,13	37)4,00	287)18,00	37)0,02	287)0,12

38)40	288)83	38)0,08	288)0,13	38)4,00	288)18,00	38)0,02	288)0,12
39)41	289)83	39)0,08	289)0,14	39)4,00	289)18,00	39)0,02	289)0,12
40)41	290)83	40)0,08	290)0,14	40)4,58	290)18,00	40)0,02	290)0,12
41)41	291)83	41)0,08	291)0,14	41)5,00	291)18,00	41)0,02	291)0,12
42)41	292)83	42)0,08	292)0,14	42)5,00	292)19,00	42)0,02	292)0,12
43)41	293)83	43)0,08	293)0,14	43)5,00	293)19,00	43)0,02	293)0,12
44)41	294)83	44)0,08	294)0,14	44)5,00	294)19,00	44)0,02	294)0,12
45)41	295)83	45)0,08	295)0,14	45)5,00	295)19,00	45)0,02	295)0,12
46)42	296)83	46)0,08	296)0,14	46)5,00	296)19,00	46)0,03	296)0,12
47)42	297)83	47)0,08	297)0,14	47)5,00	297)19,00	47)0,03	297)0,12
48)42	298)83	48)0,08	298)0,14	48)5,00	298)19,00	48)0,03	298)0,12
49)42	299)83	49)0,08	299)0,14	49)5,00	299)19,00	49)0,03	299)0,12
50)43	300)84	50)0,08	300)0,14	50)5,00	300)19,00	50)0,03	300)0,12
51)43	301)84	51)0,08	301)0,14	51)5,78	301)19,00	51)0,03	301)0,12
52)43	302)84	52)0,08	302)0,14	52)6,00	302)19,00	52)0,03	302)0,12
53)44	303)84	53)0,08	303)0,14	53)6,00	303)19,00	53)0,03	303)0,12
54)44	304)85	54)0,08	304)0,14	54)6,00	304)19,00	54)0,03	304)0,12
55)44	305)85	55)0,08	305)0,14	55)6,00	305)19,94	55)0,03	305)0,12
56)44	306)85	56)0,08	306)0,14	56)6,00	306)20,00	56)0,03	306)0,12
57)44	307)85	57)0,08	307)0,14	57)6,00	307)20,00	57)0,03	307)0,12
58)44	308)85	58)0,08	308)0,14	58)6,00	308)20,00	58)0,03	308)0,12
59)45	309)86	59)0,08	309)0,14	59)6,00	309)20,00	59)0,03	309)0,12
60)45	310)86	60)0,08	310)0,14	60)6,00	310)20,00	60)0,03	310)0,12
61)45	311)86	61)0,08	311)0,14	61)6,00	311)20,25	61)0,03	311)0,13
62)45	312)87	62)0,08	312)0,14	62)6,00	312)20,77	62)0,03	312)0,13
63)46	313)87	63)0,08	313)0,14	63)6,00	313)21,00	63)0,03	313)0,13
64)46	314)87	64)0,08	314)0,14	64)6,00	314)21,00	64)0,03	314)0,13
65)46	315)87	65)0,08	315)0,14	65)6,00	315)21,00	65)0,03	315)0,13
66)46	316)87	66)0,08	316)0,14	66)6,27	316)21,00	66)0,03	316)0,14
67)47	317)87	67)0,08	317)0,14	67)6,55	317)21,00	67)0,04	317)0,14
68)47	318)87	68)0,08	318)0,14	68)7,00	318)21,00	68)0,04	318)0,14
69)47	319)87	69)0,08	319)0,14	69)7,00	319)21,00	69)0,04	319)0,14
70)47	320)87	70)0,08	320)0,14	70)7,00	320)21,00	70)0,04	320)0,14
71)47	321)88	71)0,08	321)0,14	71)7,00	321)21,00	71)0,04	321)0,14
72)47	322)88	72)0,08	322)0,14	72)7,00	322)21,00	72)0,04	322)0,14
73)48	323)89	73)0,08	323)0,14	73)7,00	323)21,00	73)0,04	323)0,14
74)48	324)89	74)0,08	324)0,14	74)7,00	324)22,00	74)0,04	324)0,14
75)48	325)89	75)0,09	325)0,14	75)7,00	325)22,00	75)0,04	325)0,15
76)48	326)89	76)0,09	326)0,15	76)7,00	326)22,00	76)0,04	326)0,15
77)48	327)90	77)0,09	327)0,15	77)7,00	327)22,00	77)0,04	327)0,15
78)48	328)90	78)0,09	328)0,15	78)7,00	328)22,00	78)0,04	328)0,15
79)48	329)91	79)0,09	329)0,15	79)7,00	329)22,00	79)0,05	329)0,15
80)49	330)91	80)0,09	330)0,15	80)7,00	330)22,00	80)0,05	330)0,15
81)49	331)91	81)0,09	331)0,15	81)7,00	331)22,00	81)0,05	331)0,15
82)49	332)91	82)0,09	332)0,15	82)7,00	332)22,00	82)0,05	332)0,15
83)49	333)91	83)0,09	333)0,15	83)7,00	333)22,00	83)0,05	333)0,15
84)49	334)91	84)0,09	334)0,15	84)7,00	334)22,00	84)0,05	334)0,15

85)50	335)91	85)0,09	335)0,15	85)7,00	335)22,00	85)0,05	335)0,15
86)50	336)91	86)0,09	336)0,15	86)7,81	336)23,00	86)0,05	336)0,15
87)50	337)92	87)0,09	337)0,15	87)8,00	337)23,00	87)0,05	337)0,15
88)51	338)92	88)0,09	338)0,15	88)8,00	338)23,00	88)0,05	338)0,15
89)51	339)92	89)0,09	339)0,15	89)8,00	339)23,00	89)0,05	339)0,15
90)51	340)92	90)0,09	340)0,15	90)8,00	340)23,00	90)0,05	340)0,15
91)51	341)92	91)0,09	341)0,15	91)8,00	341)23,00	91)0,05	341)0,15
92)51	342)92	92)0,09	342)0,15	92)8,00	342)23,00	92)0,05	342)0,15
93)51	343)92	93)0,09	343)0,15	93)8,00	343)23,00	93)0,05	343)0,15
94)51	344)93	94)0,09	344)0,15	94)8,00	344)23,00	94)0,05	344)0,15
95)51	345)93	95)0,09	345)0,15	95)8,00	345)23,00	95)0,05	345)0,15
96)52	346)93	96)0,09	346)0,15	96)8,00	346)23,00	96)0,05	346)0,15
97)52	347)93	97)0,09	347)0,15	97)8,00	347)23,00	97)0,05	347)0,15
98)52	348)93	98)0,09	348)0,15	98)8,00	348)24,00	98)0,05	348)0,15
99)52	349)93	99)0,09	349)0,15	99)8,14	349)24,00	99)0,05	349)0,15
100)52	350)94	100)0,09	350)0,15	100)8,45	350)24,00	100)0,06	350)0,15
101)52	351)94	101)0,09	351)0,15	101)8,61	351)24,00	101)0,06	351)0,15
102)52	352)94	102)0,09	352)0,15	102)8,62	352)24,00	102)0,06	352)0,15
103)53	353)94	103)0,09	353)0,15	103)8,84	353)24,00	103)0,06	353)0,15
104)53	354)95	104)0,09	354)0,15	104)9,00	354)24,00	104)0,06	354)0,15
105)53	355)95	105)0,09	355)0,15	105)9,00	355)24,00	105)0,06	355)0,16
106)53	356)95	106)0,09	356)0,15	106)9,00	356)24,00	106)0,06	356)0,16
107)54	357)95	107)0,09	357)0,15	107)9,00	357)24,00	107)0,06	357)0,16
108)54	358)96	108)0,09	358)0,15	108)9,00	358)24,00	108)0,06	358)0,16
109)54	359)96	109)0,09	359)0,15	109)9,00	359)24,00	109)0,06	359)0,16
110)54	360)96	110)0,09	360)0,15	110)9,00	360)24,00	110)0,06	360)0,16
111)54	361)96	111)0,09	361)0,15	111)9,00	361)24,00	111)0,06	361)0,16
112)54	362)98	112)0,09	362)0,15	112)9,00	362)24,00	112)0,06	362)0,16
113)54	363)98	113)0,09	363)0,15	113)9,00	363)24,00	113)0,06	363)0,16
114)55	364)99	114)0,09	364)0,15	114)9,00	364)25,00	114)0,06	364)0,16
115)55	365)100	115)0,09	365)0,15	115)9,00	365)25,00	115)0,06	365)0,16
116)55	366)101	116)0,09	366)0,15	116)9,00	366)25,00	116)0,06	366)0,17
117)55	367)101	117)0,09	367)0,15	117)9,00	367)25,00	117)0,06	367)0,17
118)55	368)101	118)0,09	368)0,15	118)9,14	368)25,00	118)0,06	368)0,17
119)55	369)102	119)0,09	369)0,15	119)9,32	369)25,00	119)0,06	369)0,17
120)55	370)102	120)0,09	370)0,16	120)9,75	370)25,00	120)0,06	370)0,17
121)56	371)102	121)0,09	371)0,16	121)10,00	371)26,00	121)0,06	371)0,17
122)56	372)102	122)0,09	372)0,16	122)10,00	372)26,00	122)0,06	372)0,18
123)56	373)102	123)0,09	373)0,16	123)10,00	373)26,00	123)0,06	373)0,18
124)57	374)102	124)0,09	374)0,16	124)10,00	374)26,00	124)0,06	374)0,18
125)57	375)103	125)0,09	375)0,16	125)10,00	375)26,00	125)0,06	375)0,18
126)57	376)104	126)0,09	376)0,16	126)10,00	376)27,00	126)0,06	376)0,18
127)57	377)104	127)0,09	377)0,16	127)10,00	377)27,00	127)0,06	377)0,18
128)57	378)104	128)0,09	378)0,16	128)10,00	378)27,00	128)0,06	378)0,18
129)57	379)104	129)0,09	379)0,16	129)10,00	379)27,00	129)0,06	379)0,18
130)57	380)104	130)0,09	380)0,16	130)10,00	380)27,00	130)0,06	380)0,18
131)58	381)104	131)0,10	381)0,16	131)10,00	381)27,00	131)0,06	381)0,18

132)58	382)105	132)0,10	382)0,16	132)10,24	382)27,00	132)0,06	382)0,18
133)58	383)105	133)0,10	383)0,16	133)11,00	383)27,00	133)0,06	383)0,19
134)58	384)105	134)0,10	384)0,16	134)11,00	384)27,00	134)0,06	384)0,19
135)58	385)106	135)0,10	385)0,16	135)11,00	385)28,00	135)0,06	385)0,19
136)58	386)106	136)0,10	386)0,16	136)11,00	386)28,00	136)0,06	386)0,19
137)58	387)107	137)0,10	387)0,16	137)11,00	387)28,00	137)0,06	387)0,19
138)59	388)108	138)0,10	388)0,16	138)11,00	388)28,00	138)0,06	388)0,19
139)59	389)108	139)0,10	389)0,16	139)11,00	389)29,00	139)0,06	389)0,20
140)59	390)109	140)0,10	390)0,16	140)11,00	390)29,00	140)0,06	390)0,20
141)59	391)110	141)0,11	391)0,16	141)11,00	391)29,00	141)0,06	391)0,20
142)59	392)111	142)0,11	392)0,16	142)11,00	392)29,00	142)0,06	392)0,20
143)59	393)111	143)0,11	393)0,16	143)11,00	393)29,00	143)0,06	393)0,20
144)60	394)111	144)0,11	394)0,16	144)11,27	394)29,00	144)0,06	394)0,20
145)60	395)111	145)0,11	395)0,16	145)11,34	395)29,00	145)0,06	395)0,20
146)60	396)112	146)0,11	396)0,17	146)11,43	396)30,00	146)0,06	396)0,20
147)61	397)112	147)0,11	397)0,17	147)11,62	397)30,00	147)0,06	397)0,20
148)61	398)112	148)0,11	398)0,17	148)11,88	398)30,00	148)0,06	398)0,20
149)61	399)112	149)0,11	399)0,17	149)11,89	399)31,00	149)0,06	399)0,20
150)61	400)113	150)0,11	400)0,17	150)11,94	400)31,00	150)0,06	400)0,21
151)61	401)113	151)0,11	401)0,17	151)12,00	401)31,00	151)0,06	401)0,22
152)62	402)113	152)0,11	402)0,17	152)12,00	402)31,00	152)0,06	402)0,22
153)62	403)114	153)0,11	403)0,17	153)12,00	403)31,00	153)0,06	403)0,22
154)62	404)114	154)0,11	404)0,18	154)12,00	404)31,00	154)0,06	404)0,22
155)62	405)114	155)0,11	405)0,18	155)12,00	405)31,00	155)0,07	405)0,22
156)62	406)115	156)0,11	406)0,18	156)12,00	406)31,00	156)0,07	406)0,22
157)62	407)115	157)0,11	407)0,18	157)12,00	407)31,00	157)0,07	407)0,22
158)62	408)116	158)0,11	408)0,18	158)12,00	408)32,00	158)0,07	408)0,22
159)62	409)116	159)0,11	409)0,18	159)12,00	409)32,00	159)0,07	409)0,22
160)62	410)116	160)0,11	410)0,18	160)12,00	410)32,00	160)0,07	410)0,22
161)62	411)117	161)0,11	411)0,18	161)12,00	411)32,00	161)0,07	411)0,22
162)62	412)117	162)0,11	412)0,18	162)12,00	412)32,00	162)0,07	412)0,23
163)62	413)117	163)0,11	413)0,19	163)12,00	413)32,00	163)0,07	413)0,23
164)62	414)118	164)0,11	414)0,19	164)12,00	414)32,00	164)0,07	414)0,23
165)63	415)118	165)0,11	415)0,19	165)12,00	415)32,00	165)0,07	415)0,23
166)63	416)118	166)0,11	416)0,19	166)12,00	416)32,00	166)0,07	416)0,23
167)63	417)119	167)0,11	417)0,19	167)12,00	417)32,00	167)0,08	417)0,24
168)64	418)119	168)0,11	418)0,19	168)12,00	418)33,00	168)0,08	418)0,24
169)64	419)119	169)0,11	419)0,19	169)12,00	419)33,00	169)0,08	419)0,24
170)64	420)119	170)0,11	420)0,19	170)12,00	420)33,00	170)0,08	420)0,24
171)64	421)119	171)0,11	421)0,19	171)12,00	421)33,00	171)0,08	421)0,24
172)64	422)119	172)0,11	422)0,19	172)12,00	422)33,00	172)0,08	422)0,25
173)64	423)120	173)0,11	423)0,19	173)12,00	423)33,00	173)0,08	423)0,25
174)64	424)120	174)0,11	424)0,19	174)12,00	424)33,00	174)0,08	424)0,25
175)64	425)120	175)0,11	425)0,19	175)12,00	425)34,00	175)0,08	425)0,25
176)64	426)120	176)0,11	426)0,19	176)12,00	426)34,00	176)0,08	426)0,26
177)65	427)120	177)0,11	427)0,20	177)12,55	427)34,00	177)0,08	427)0,26
178)65	428)121	178)0,11	428)0,20	178)12,58	428)34,00	178)0,08	428)0,26

179)65	429)121	179)0,11	429)0,20	179)12,74	429)34,00	179)0,08	429)0,26
180)66	430)122	180)0,11	430)0,20	180)12,84	430)34,00	180)0,08	430)0,27
181)66	431)122	181)0,11	431)0,20	181)13,00	431)34,00	181)0,08	431)0,27
182)66	432)124	182)0,11	432)0,20	182)13,00	432)34,00	182)0,08	432)0,27
183)66	433)124	183)0,11	433)0,20	183)13,00	433)35,00	183)0,08	433)0,27
184)66	434)125	184)0,11	434)0,20	184)13,00	434)35,00	184)0,08	434)0,27
185)67	435)125	185)0,11	435)0,20	185)13,00	435)35,00	185)0,08	435)0,27
186)67	436)125	186)0,11	436)0,20	186)13,00	436)35,00	186)0,08	436)0,27
187)67	437)126	187)0,11	437)0,20	187)13,00	437)35,00	187)0,08	437)0,27
188)68	438)126	188)0,11	438)0,20	188)13,00	438)37,00	188)0,09	438)0,27
189)68	439)127	189)0,11	439)0,20	189)13,00	439)37,00	189)0,09	439)0,27
190)68	440)127	190)0,11	440)0,20	190)13,00	440)37,00	190)0,09	440)0,27
191)68	441)128	191)0,11	441)0,20	191)13,00	441)37,00	191)0,09	441)0,27
192)68	442)129	192)0,11	442)0,20	192)13,00	442)37,00	192)0,09	442)0,27
193)69	443)130	193)0,11	443)0,21	193)13,00	443)37,00	193)0,09	443)0,27
194)69	444)130	194)0,11	444)0,22	194)13,00	444)37,00	194)0,09	444)0,28
195)69	445)130	195)0,11	445)0,22	195)13,00	445)37,00	195)0,09	445)0,28
196)69	446)130	196)0,11	446)0,22	196)13,00	446)37,00	196)0,09	446)0,28
197)69	447)131	197)0,11	447)0,22	197)13,00	447)38,00	197)0,09	447)0,30
198)69	448)131	198)0,11	448)0,22	198)13,00	448)38,00	198)0,09	448)0,30
199)69	449)132	199)0,11	449)0,22	199)13,00	449)38,00	199)0,09	449)0,30
200)69	450)132	200)0,11	450)0,22	200)13,00	450)39,00	200)0,09	450)0,30
201)69	451)135	201)0,11	451)0,22	201)13,00	451)39,00	201)0,09	451)0,30
202)70	452)136	202)0,11	452)0,22	202)13,12	452)39,00	202)0,09	452)0,30
203)70	453)136	203)0,11	453)0,22	203)13,15	453)39,00	203)0,09	453)0,31
204)71	454)136	204)0,11	454)0,22	204)13,19	454)40,00	204)0,09	454)0,31
205)71	455)140	205)0,11	455)0,22	205)14,00	455)40,00	205)0,09	455)0,31
206)71	456)140	206)0,11	456)0,22	206)14,00	456)40,00	206)0,09	456)0,32
207)71	457)142	207)0,11	457)0,23	207)14,00	457)40,00	207)0,09	457)0,32
208)72	458)145	208)0,11	458)0,23	208)14,00	458)40,00	208)0,09	458)0,32
209)72	459)145	209)0,12	459)0,23	209)14,00	459)41,00	209)0,09	459)0,32
210)72	460)146	210)0,12	460)0,23	210)14,00	460)41,00	210)0,09	460)0,32
211)72	461)147	211)0,12	461)0,23	211)14,00	461)42,00	211)0,09	461)0,34
212)72	462)147	212)0,12	462)0,23	212)14,00	462)42,00	212)0,09	462)0,34
213)72	463)148	213)0,12	463)0,24	213)14,00	463)42,00	213)0,09	463)0,34
214)72	464)150	214)0,12	464)0,24	214)14,00	464)42,00	214)0,09	464)0,34
215)73	465)150	215)0,12	465)0,24	215)14,00	465)42,00	215)0,09	465)0,35
216)73	466)150	216)0,12	466)0,24	216)14,00	466)42,00	216)0,09	466)0,35
217)73	467)151	217)0,12	467)0,24	217)14,00	467)42,00	217)0,09	467)0,35
218)73	468)152	218)0,12	468)0,24	218)14,00	468)42,00	218)0,09	468)0,35
219)73	469)152	219)0,12	469)0,24	219)14,00	469)43,00	219)0,09	469)0,35
220)73	470)152	220)0,12	470)0,25	220)14,00	470)43,00	220)0,09	470)0,35
221)73	471)152	221)0,12	471)0,25	221)14,74	471)43,00	221)0,09	471)0,36
222)73	472)153	222)0,12	472)0,26	222)15,00	472)43,00	222)0,09	472)0,36
223)73	473)153	223)0,12	473)0,26	223)15,00	473)43,00	223)0,09	473)0,36
224)73	474)154	224)0,12	474)0,26	224)15,00	474)44,00	224)0,09	474)0,38
225)73	475)155	225)0,12	475)0,26	225)15,00	475)44,00	225)0,09	475)0,39



226)74	476)155	226)0,12	476)0,27	226)15,00	476)45,00	226)0,09	476)0,39
227)74	477)155	227)0,12	477)0,27	227)15,00	477)47,00	227)0,09	477)0,41
228)74	478)155	228)0,12	478)0,27	228)15,00	478)47,00	228)0,09	478)0,41
229)74	479)155	229)0,12	479)0,27	229)15,00	479)48,00	229)0,09	479)0,41
230)74	480)155	230)0,12	480)0,29	230)15,00	480)50,00	230)0,09	480)0,41
231)74	481)157	231)0,12	481)0,30	231)15,00	481)50,00	231)0,09	481)0,41
232)74	482)160	232)0,12	482)0,31	232)15,00	482)51,00	232)0,09	482)0,41
233)75	483)164	233)0,12	483)0,31	233)15,00	483)52,00	233)0,09	483)0,41
234)75	484)165	234)0,12	484)0,31	234)15,00	484)52,00	234)0,09	484)0,43
235)75	485)166	235)0,12	485)0,32	235)15,00	485)54,00	235)0,09	485)0,43
236)75	486)172	236)0,12	486)0,34	236)15,00	486)55,00	236)0,09	486)0,45
237)75	487)172	237)0,12	487)0,34	237)15,00	487)56,00	237)0,09	487)0,47
238)75	488)175	238)0,12	488)0,34	238)15,00	488)57,00	238)0,10	488)0,47
239)75	489)183	239)0,12	489)0,34	239)15,00	489)57,00	239)0,10	489)0,47
240)76	490)183	240)0,12	490)0,35	240)15,00	490)58,00	240)0,10	490)0,47
241)76	491)186	241)0,12	491)0,36	241)15,00	491)59,00	241)0,10	491)0,49
242)76	492)192	242)0,12	492)0,36	242)15,00	492)65,00	242)0,10	492)0,50
243)76	493)202	243)0,12	493)0,38	243)15,00	493)65,00	243)0,10	493)0,50
244)76	494)210	244)0,12	494)0,39	244)15,00	494)66,00	244)0,10	494)0,53
245)76	495)210	245)0,12	495)0,40	245)15,32	495)67,00	245)0,10	495)0,54
246)77	496)213	246)0,12	496)0,43	246)15,80	496)69,00	246)0,10	496)0,54
247)77	497)215	247)0,12	497)0,47	247)16,00	497)69,00	247)0,10	497)0,54
248)77	498)215	248)0,12	498)0,47	248)16,00	498)74,00	248)0,10	498)0,54
249)77	499)276	249)0,12	499)1,08	249)16,00	499)75,00	249)0,10	499)0,57
250)77	500)282	250)0,12	500)1,22	250)16,00	500)87,00	250)0,10	500)0,59

**mezcla 1 = 92 % agua - 8 % NaOH**

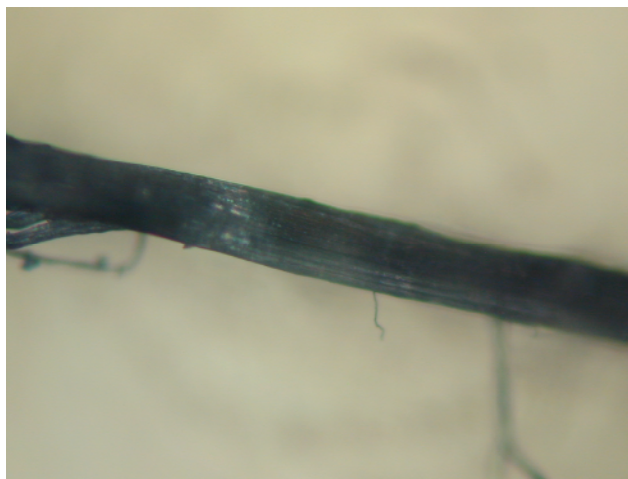
**mezcla 2 = 46 % ETOH – 46 % agua – 8 % NaOH**

## **ANEXO M.**

### **Microfotografías de las Diferentes Fibras**

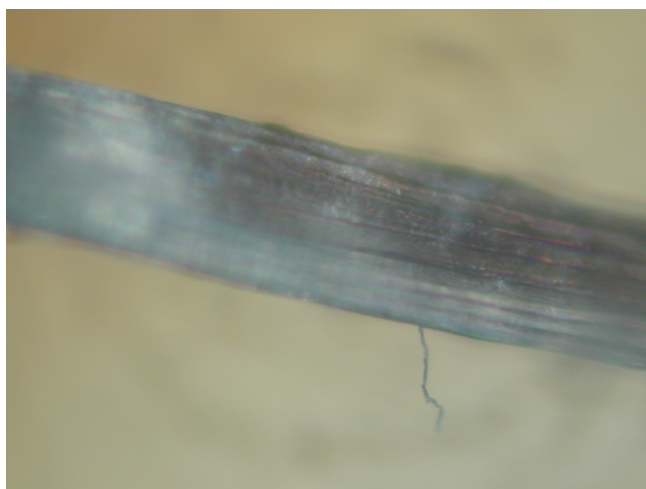
#### **Obtenidas**

Anexo M. Microfotografías de las Diferentes Fibras Obtenidas



Microfotografía Fibra 92 % Agua – 0 % Etanol – 8 % NaOH (mezcla 1) a 12 psi

Objetivo 100X



Microfotografía Fibra 92 % Agua – 0 % Etanol – 8 % NaOH (mezcla 1) a 12 psi

Objetivo 200X



Microfotografia Fibra 46 % Agua – 46 % Etanol – 8 % NaOH (mezcla 2) a 60 psi

Objetivo 100X



Microfotografia Fibra 46 % Agua – 46 % Etanol – 8 % NaOH (mezcla 2) a 60 psi

Objetivo 200X