

Octubre 7. - 19.00 hrs.

SISTEMA DE BIBLIOTECAS
Instituto de Investigación de Zonas
Desérticas, UASLP



Obtención de Celulosa a Partir del Bagazo de Caña,
Usando el Método de Digestión con Sosa y su
Modificación con Acido Nítrico Diluido para
Efectuar una Prehidrólisis



TRABAJO RECEPCIONAL
QUE PARA OBTENER
EL TITULO DE:
QUIMICO
PRESENTA
MA. IRENE CERVANTES CHAPA

SISTEMA DE
BIBLIOTECAS
U. A. S. L. P.

A mis padres

José Cervantes de la Concha

Ma. Concepción Chapa de Cervantes

Quienes con su cariño y comprensión han
sabido estimularme para lograr mi superación.

A mis hermanos:

J. Gabriel

J. Benito

Román Francisco

J. Carmen

Ma. Verónica

Ma. Cliseria

J. Emiliano

A mis abuelitas:

Petra Calderón Vda. de Chapa

Antonia de León Vda. de T.

A mis tíos, especialmente
a Julián y Nohemí.

A mis compañeros y amigos

A mis maestros

A la memoria del Químico
Arturo González Caballero

Con profundo agradecimiento al
Ing. José Chi Ríos y al
Sr. Jorge Lenz
Quienes colaboraron gentilmente
en el desarrollo del presente trabajo.

A mis sinodales:

Quim. Ma. de los Angeles Navarro
M. en C. Valentín Mainou
Ing. J. de Jesús González A.
Ing. Juan Antonio Rodríguez
Ing. Armando Fanti Vivareli

I N D I C E

	pag
CAPITULO I.- Introducción	1
CAPITULO II.- Generalidades	3
CAPITULO III.- Métodos Generales de Obtención de Celulosa.	6
CAPITULO IV.- Características y disponibilidad de la materia prima	9
CAPITULO V.- PARTE EXPERIMENTAL	
a) Desarrollo del experimento .	11
b) Preparación de la materia prima y de las soluciones ..	11
c) Condiciones de operación . .	12
d) Descripción de operaciones .	12
e) Cálculos y resultados	15
f) Blanqueo	21
CAPITULO VI.- DISCUSION	23
CAPITULO VII.- Conclusiones y Recomendaciones .	26
CAPITULO VIII.-Bibliografía	28

I.- INTRODUCCION

La celulosa tiene gran aplicación a nivel industrial y se usa principalmente en la fabricación de papel, cartones y bolsas, aunque sus derivados tienen también gran aplicación.

Generalmente la fuente más conocida de celulosa es la madera, sin embargo, se ha observado que algunos desechos industriales, entre ellos el bagazo de la caña de azúcar, son materias primas que reúnen características adecuadas para ser empleados en su obtención.

Los métodos que se emplean para obtener celulosa a partir del bagazo de caña son en sí, los mismos que se usan cuando se obtiene a partir de la madera, sin embargo se hacen algunas modificaciones en ellos, principalmente en la temperatura y presión.

En el presente trabajo se hace una comparación entre el método de digestión con sosa, tradicionalmente conocido y la modificación del mismo, que emplea ácido nítrico diluido para efectuar una prehidrólisis del bagazo.

Se usaron tres diferentes concentraciones de hidróxido de sodio en cada uno de los casos y se compararon los resultados obtenidos.

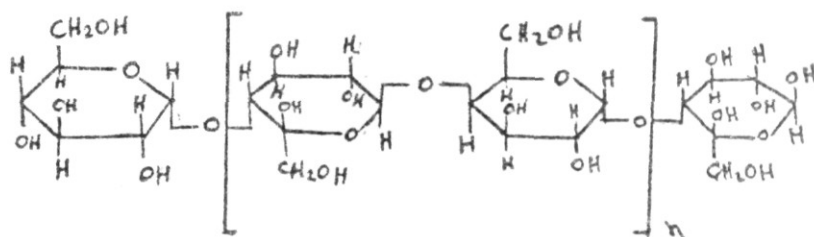
Los objetivos principales en el desarrollo del presente trabajo son:

- 1) Determinar en que concentración de sosa y bajo que tratamiento se obtuvieron los mejores rendimientos de celulosa.
- 2) Determinar mediante pruebas de blanqueo, que solución proporciona celulosa de mejor calidad.
- 3) Determinar las condiciones en las cuales el tiempo de obtención de celulosa es más corto.

II.- GENERALIDADES

La celulosa es el principal componente de las paredes celulares de las plantas, en las cuales se encuentra asociada con lignina, hemicelulosas, sustancias pécticas, grasas, gomas, mucílagos, almidón, materia mineral y otros componentes orgánicos complejos, aunque se desconoce la forma en que están unidos.

La celulosa es un polímero lineal formado por unidades de β -D-glucopiranososa, y es quizá, el polisacárido de mayor peso molecular; tiene una fórmula empírica de $(C_6H_{10}O_5)_n$ y contiene 44% de carbono, 6.2% de hidrógeno y 49.4% de oxígeno. Por hidrólisis produce glucosa. Tiene tres hidroxilos libres que son los responsables de las elevadas temperaturas de ablandamiento, así como también la tendencia a formar micelas cristalinas.



Debido a su estructura, la celulosa no es completamente amorfa ni completamente cristalina, sino que presenta características de ambos estados.

De acuerdo con esto, dos fibras de celulosa, generalmente no presentan la misma estructura interna que es en lo que se basa la resistencia de una fibra, por esto mismo se tienen las diferentes reacciones que presenta la glucosa con respecto a la celulosa, a pesar de que ésta es un polímero de aquélla.

Existen reactivos que pueden dispersar o disolver la celulosa, como es el reactivo de Schweitzer o hidróxido de cobre amoniacal, ciertos alcoholes cuaternarios, el tiocianato de cinc, el cloruro de cinc y el ácido trifluoro acético.

Es de gran interés la acción del hidróxido de sodio sobre la celulosa, para obtenerla se eliminan en primer lugar las ligninas y después los polímeros no celulósicos de peso molecular más bajo que se conocen como hemicelulosas.

La parte del residuo que es insoluble en hidróxido de sodio al 17.5% se conoce como alfa celulosa, la porción soluble que puede precipitarse acidificando la solución alcalina se conoce como beta celulosa y la fracción gamma permanece en solución. Estas diferencias se deben a la longitud de la cadena molecular, correspondiendo la ma

yor a la alfa celulosa y las fracciones restantes se incluirían en hemicelulosas, cuyo grado de polimerización es mucho más bajo.

En un polímero lineal como es la celulosa, la longitud de la cadena molecular es proporcional a su grado de polimerización (GP), por lo que los términos: grado de polimerización y longitud de cadena pueden emplearse para describir la magnitud molecular.

III.- METODOS GENERALES DE OBTENCION DE CELULOSA

Los procesos empleados para la obtención de celulosa a partir de la madera pueden aplicarse cuando el bagazo de caña es la materia prima, sin embargo, es necesario hacer algunas modificaciones en cuanto a presión y temperatura, ya que en el bagazo penetra más fácilmente el licor de cocción o solución digestora.

Los procesos en general son:

- a) Proceso de sulfito ácido o neutro
- b) Proceso Kraft o al sulfato
- c) Proceso de digestión con sosa
- d) Otros procesos (marsoni y mecánico-químico).

El proceso Kraft o al sulfato se usa en maderas confieras, consideradas como resinosas, debido a que en éstese separan grandes cantidades de resinas y aceites. Por este motivo no se seleccionó este método para aplicarse en el bagazo de caña, pues no se considera como resinoso.

En el proceso de sulfito ácido o neutro se usan maderas duras, como el abeto y el pino, por lo que también fue descartado para su aplicación en el bagazo, además de

que en el caso del proceso ácido, se requiere un acondicionamiento especial con una recubierta de ladrillo antiácido en el autoclave u olla de cocimiento para evitar que haya corrosión en las paredes.

El proceso Marsoni no se usó debido a que requiere un tiempo de operación considerablemente largo, pues consiste en una hidrólisis muy lenta a temperatura ambiente y no es práctico a nivel industrial.

El proceso mecánico-químico requiere el uso de un hi drapulper con el cual no se contaba al realizarse el presente trabajo, por lo cual no pudo aplicarse este método.

Por todo lo expuesto anteriormente y debido a que el proceso de digestión con sosa se utiliza en maderas de ti po suave y el bagazo de caña puede considerarse como tal, se seleccionó este método para desarrollar el presente trabajo.

La base fundamental de todos los procesos, es la mis ma y consiste en la cocción de la materia prima con una solución que puede ser alcalina o ácida y que se conoce como solución digestora o licor de cocción.

En el caso particular del método de digestión con so sa, la solución digestora es una solución de hidróxido de sodio cuya concentración puede variar desde 8 hasta 30%.

El bagazo se mantiene bajo la acción del licor de cocción el tiempo necesario para efectuar la hidrólisis completa (dependiendo de la concentración usada, temperatura y presión) de la lignina y hemicelulosas que quedan en la solución, mientras que la celulosa queda suspendida en la misma.

Posteriormente se pasa a través de mallas de abertura de 2 mm., mediante la presión del chorro de agua y se recibe en recipientes cerrados para someterse después a un lavado para eliminar el exceso de hidróxido de sodio presente, a un prensado para eliminar el agua libre y a un secado a temperatura de 110°C o bien, a temperatura ambiente.

El producto ya seco, se pesa hasta que no haya variación de dos milésimas, es decir, hasta peso constante.

IV.- CARACTERISTICAS Y DISPONIBILIDAD DE LA MATERIA PRIMA

El bagazo está constituido por haces fibrovasculares (fibras cortas), por fibras corticales (más largas) y por médula o parénquima. Según Aronovsky, un bagazo típico -- contiene aproximadamente 20% de haces fibrovasculares, -- 55% de fibras corticales y 25% de parénquima. El bagazo -- al salir del proceso de molienda contiene una humedad -- aproximada de 50%, valor que depende de la eficiencia de dicha operación.

El bagazo completo presenta serios inconvenientes debido a su contenido de parénquima, por lo que se hace necesario eliminarlo.

Hay diversos métodos de eliminación de parénquima, -- que incluyen el tratamiento seco, húmedo y mediante humidificación del bagazo.

Se describirá solo el tratamiento seco debido a que fue el que se usó en el desarrollo del trabajo experimental.

El tratamiento seco se usa en bagazo completamente --

seco o con un contenido de humedad del 10 al 20%. Consiste en el desmenuzamiento de la paca del bagazo mediante un molino de martillos o algún otro desmenuzador, en este caso, se hizo manualmente. Posteriormente se criba para separar el polvo y parénquima contenidos en el bagazo. -- Las basuras o impurezas de gran tamaño se eliminan manualmente.

b) Disponibilidad del bagazo de caña.

En México hay actualmente 73 ingenios azucareros que producen alrededor de 8 millones de toneladas de bagazo - por zafra y en los diversos estudios realizados hasta la fecha se ha establecido que las necesidades de materia prima para una planta de celulosa de producción diaria de 50 toneladas son de 60 a 90 mil toneladas anuales de bagazo, por lo que se considera que la materia prima existente en México si puede ser suficiente para abastecer la materia prima requerida en una planta.

V.- PARTE EXPERIMENTAL

A) Desarrollo del experimento:

- 1o) Se usó el método de digestión con sosa, tradicionalmente conocido, que se describió anteriormente
- 2o) Se usó una solución diluida de ácido nítrico - - (1:10) para efectuar la prehidrólisis y posteriormente se continuó con el proceso de digestión con sosa.

b) Preparación de la materia prima y de las soluciones empleadas.

El bagazo seco, se desmenuzó manualmente y se cribó - para eliminar el polvo y el parénquima, las impurezas de mayor tamaño se eliminaron manualmente.

El licor de cocción o solución digestora se preparó - disolviendo hidróxido de sodio en agua destilada hasta tener concentraciones de 8, 15 y 30% en peso.

El ácido nítrico usado en la prehidrólisis se preparó diluyendo 10 ml. de ácido en 90 ml. de agua.

c) Condiciones de operación:

Se usaron 10 muestras de 5 gramos de bagazo en todos los casos, es decir 10 para la solución al 8%, 10 para la solución al 15% y 10 para la solución al 30% sin ácido nítrico y con ácido nítrico en prehidrólisis.

La temperatura alcanzada fue la de ebullición de la solución, que varió desde 96 hasta 103.8°C. Se describe específicamente en las tablas correspondientes a cada una de las soluciones.

La presión empleada fue la atmosférica.

El tiempo de cocción fue variable, de acuerdo a la concentración de hidróxido de sodio empleada y al tratamiento previo utilizado. Se describe también en las tablas correspondientes y su variación fue de 2 a 6 horas.

d) Descripción de operaciones:

El bagazo ya seco y cribado se somete a la acción digestora de la solución de hidróxido de sodio para efectuar la hidrólisis de la lignina y hemicelulosas y permitir la separación de la celulosa de éstas. En el caso de efectuar una prehidrólisis, primero se somete a la acción del ácido nítrico y después a la acción del hidróxido de sodio.

La celulosa queda suspendida y las hemicelulosas y la lignina quedan en suspensión y se eliminan al pasar la celulosa a través de cribas de 2 mm. de abertura mediante la presión del chorro de agua.

Posteriormente se lava la pasta de celulosa que se recolectó de la criba, se prensa manualmente y se seca en la estufa a temperatura de 110°C . Algunas muestras se secaron a temperatura ambiente.

La celulosa ya seca, se pesa en balanza analítica hasta peso constante.

TABLA I.- Temperaturas de ebullición de las soluciones empleadas y tiempos requeridos en el proceso de cocción.

Concentración de NaOH	tiempo en horas	Temperatura °C
8%	6	96
15%	4	97
30%	3	103.8
30%*	2	103.8
15%*	3	97
30%*	5	96

NOTA: Los valores marcados con * se refieren a las muestras en que se usó ácido nítrico para efectuar una prehidrólisis.

e) Cálculos y resultados:

En las tablas II y III se muestran los gramos de celulosa obtenidos de las diferentes soluciones empleadas, correspondiendo los valores de la primera a el método de digestión con sosa sin ningún tratamiento previo y los de la segunda al método de digestión con sosa usando ácido nítrico para efectuar una prehidrólisis.

Los cálculos se hicieron relacionando los gramos de celulosa obtenidos en 5 gramos de bagazo a 100 gramos para determinar el porcentaje de celulosa en la muestra.

TABLA II.- Gramos de celulosa obtenidos en pesada directa, después de secarse a 110^oC

Muestra No.	Concentraciones de hidróxido de sodio.		
	8%	15%	30%
1	1.7183	1.8546	1.9155
2	1.7225	1.7985	1.9237
3	1.7037	1.8597	1.8975
4	1.6980	1.8618	1.8790
5	1.7218	1.8567	1.9188
6	1.7095	1.8601	1.9120
7	1.7130	1.9007	1.9208
8	1.6897	1.8945	1.8920
9	1.6918	1.8620	1.9112
10	1.7120	1.8590	1.8890

TABLA III.- Gramos de celulosa obtenida en pesada directa, después de secarse a 110°C. (Durante el proceso se usó ácido nítrico para efectuar una prehidrólisis).

Muestra No	Concentración de hidróxido de sodio		
	8%	15%	30%
1	1.8203	1.9312	2.3193
2	1.8015	1.9290	2.3227
3	1.8057	1.9285	2.3152
4	1.8120	1.9305	2.3012
5	1.8200	1.9318	2.3097
6	1.8190	1.9258	2.3203
7	1.8152	1.9280	2.3120
8	1.8218	1.9297	2.3513
9	1.8195	1.9301	2.4015
10	1.8180	1.9265	2.3800

TABLA IV.- Porcentaje de celulosa calculado para cada una de las muestras usadas, en el proceso de digestión con sosa sin tratamiento previo.

Muestra No	Concentración de hidróxido de sodio		
	8%	15%	30%
1	34.36	37.09	38.31
2	34.45	35.97	38.47
3	34.07	37.19	37.95
4	33.96	37.23	37.58
5	34.43	37.13	38.37
6	34.19	37.20	38.24
7	34.26	38.00	38.41
8	33.79	37.89	37.84
9	33.97	37.24	38.22
10	34.24	37.18	37.78

TABLA V.- Porcentaje de celulosa calculado para cada una de las muestras usadas en el proceso de digestión con sosa empleando ácido nítrico para efectuar una prehidrólisis.

Muestra No	Concentración de hidróxido de sodio		
	8%	15%	30%
1	36.40	38.62	46.38
2	36.03	38.58	46.65
3	36.11	38.57	46.30
4	36.24	38.61	46.02
5	36.40	38.64	46.19
6	36.38	38.52	46.40
7	36.30	38.56	46.24
8	36.44	38.59	47.02
9	36.40	38.60	48.03
10	36.36	38.53	47.60

TABLA VI.- Resumen de Resultados Obtenidos.

Concentración de NaOH	% mínimo	% máximo	% promedio
8%	33.79	34.46	34.17
15%	35.97	38.00	37.12
30%	37.58	38.47	38.11
8%*	36.03	36.44	36.31
15%*	38.52	38.64	38.58
30%*	46.02	48.03	46.68

NOTA: Los * indican que las muestras se sometieron a una -
prehidrólisis.

f) Blanqueo:

Se efectuaron pruebas de blanqueo para determinar la calidad de la pulpa de celulosa obtenida, ya que mientras más clara sea una pulpa es más fácilmente aprovechable en papeles de calidad, y en consecuencia se considera mejor la que se blanquea en más corto tiempo.

No se ha podido determinar un patrón de color para la celulosa, ya que éste varía de acuerdo a la planta de la que se obtiene.

No se hicieron pruebas específicas para cada muestra. Se tomó una cantidad representativa para determinar el tiempo de blanqueo.

Los resultados se muestran en la tabla VII.

TABLA VII.- Se indica la coloración de la celulosa y el tiempo de blanqueo

Concentración de NaOH	Coloración	tiempo min.
8%	ligeramente amarilla	1
15%	amarillenta	2
30%	amarilla con zonas café.	4
8%*	amarilla con zonas café.	4
15%*	ligeramente café	5
30%	café claro	6

NOTA: Los * indican que las muestras se sometieron a una prehidrólisis con ácido nítrico.

VI.- DISCUSION

Primeramente se desea hacer notar que el método empleado en la obtención de celulosa a partir del bagazo de caña fue seleccionado por la sencillez de operaciones y poca cantidad de material y reactivos empleados. Además se tomó en cuenta que el método de digestión con sosa cuando se aplica en maderas se hace en tipos de fibra suave y como el bagazo se considera como tal, se creyó que era el método más adecuado para emplearlo. No obstante, debe tenerse en cuenta que las características de la fibra de bagazo son diferentes de las de la madera y por ese motivo se han modificado las condiciones usuales de operación, principalmente en la presión, ya que se trabajó a la presión atmosférica y no a presiones elevadas como en el caso de la madera, debido a que el bagazo es más suave, el licor penetra fácilmente en él y si se usara una presión elevada podría ocasionarse una mayor degradación de la celulosa obtenida.

De acuerdo con los resultados obtenidos en las diferentes muestras empleadas podemos observar que:

- 1) Cuando se usaron soluciones de hidróxido de sodio solamente, sin ningún tratamiento previo, se obtuvieron rendimientos considerablemente bajos, ya que

fueron de 34.17, 37.12 y 38.11% para las concentraciones de 8, 15 y 30% de hidróxido de sodio, respectivamente. Puede observarse además, que casi no existe variación entre los valores anteriores ya que solo son de 2.95, 3.94 y 0.99% las diferencias existentes entre ellos.

- 2) Cuando se usó ácido nítrico para efectuar una prehidrólisis se obtuvieron valores considerablemente altos en el caso de la solución al 30% de hidróxido de sodio ya que aumentó un 8.57% con respecto al valor más alto de las muestras en que no se realizó ningún tratamiento previo. Los valores obtenidos para las soluciones de 8 y 15% de hidróxido de sodio fueron ligeramente más altos que los correspondientes a las mismas muestras sin prehidrolizar y son de: 36.31 y 38.58%, respectivamente, lo cual representa un aumento de 2.44 y 1.46%. Sin embargo, debe hacerse notar que aunque ligeramente mayores a sus valores correspondientes sin prehidrólisis, estos valores no son mejores que los obtenidos con soluciones de hidróxido de sodio de 30% de concentración, lo cual indica que respecto a rendimiento es indistinto usar soluciones de 8 y 15% de hidróxido de sodio y pretratar con ácido nítrico o soluciones de 30% de hidróxido de sodio sin prehidrolizar la muestra.

No obstante, no sucede lo mismo con la solución al 30% cuando el bagazo se somete a una prehidrólisis ya que aquí si se tuvo un valor considerablemente mayor a cualquier otro obtenido en las diferentes muestras analizadas.

Con respecto al tiempo de hidrólisis o tiempo de cocción de las muestras tenemos que:

- a) Cuando se sometieron a prehidrólisis las muestras, el tiempo de cocción disminuyó en una hora con respecto al valor obtenido cuando no hubo ningún tratamiento con ácido nítrico.

Con ésto podemos determinar que la prehidrólisis si tiene influencia positiva en el proceso en cuanto al tiempo de cocción se refiere.

Con respecto a la calidad de la celulosa obtenida solo se determinó mediante su acción blanqueadora y se pudo observar que a medida que aumenta la concentración de hidróxido de sodio, la coloración se va intensificando, desde amarillo hasta amarillo con zonas café y café claro. Además se observó que las muestras sometidas a una prehidrólisis fueron mucho más oscuras que las que no se sometieron a este tratamiento.

VII.- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Por todos los puntos discutidos en el capítulo anterior, se llegó a la conclusión de que:

- 1) El mejor proceso para obtener el máximo rendimiento de celulosa, se obtiene cuando se usan soluciones de hidróxido de sodio al 30% y cuando se somete a una prehidrólisis la muestra de bagazo utilizada.
- 2) La concentración de hidróxido de sodio más adecuada para obtener pulpas de celulosa de mejor calidad fue la de 8%, sin haber usado ningún tratamiento -- con ácido nítrico.
- 3) El proceso más rápido para obtener un mayor volumen de celulosa es en el que se usan soluciones de hidróxido de sodio de 30%, con un tratamiento previo con ácido nítrico.

Además se hacen las siguientes recomendaciones:

- 1) Debe determinarse un aprovechamiento del parénquima

que se encuentra presente en el bagazo para que el proceso resulte más costeable desde el punto de -- vista económico.

- 2) Las limitaciones que se tuvieron en la realización de este trabajo impidieron que se hicieran más - - pruebas de calidad de la pasta de celulosa obtenida, por lo que se recomienda que las características no descritas en el presente trabajo sean tomadas en cuenta para el aprovechamiento de la pasta de celulosa obtenida por este método.

VIII.- BIBLIOGRAFIA

- 1.- De Rafols Wifredo
Aprovechamiento Industrial de los Residuos Agrícolas
1a. Edición
Salvat Editores, S.A.
Barcelona, España (1964). Pags: 35, 91 y 829
- 2.- Grant Julius
Manual sobre la fabricación de pulpa y papel
1a. Edición en Español
Compañía Editorial Continental, S.A.
Mc. Graw-Hill Book Company Inc.
Tokyo (1966). Pag: 92
- 3.- Guerra Malo Rafael (tésis)
Obtención de Celulosa a Partir de la Paja,
Rastrojo y Dote.
Querétaro, Qro. (1965)
- 4.- Lathrop C.E.
Métodos para eliminar la médula o Bagacillo
Factores Económicos y de otra índole que deben
considerarse para aprovechar el bagazo como materia
prima para la fabricación de papel y celulosa.
Perspectivas de la Industria de Papel y Celulosa
Boletín, TAPPI, (1971).

- 5.- Lathrop C.E y Aronovsky I.S.
Fabricación de Celulosa a base de Bagazo, con especial referencia al procedimiento mecánico-químico.
Perspectivas de la Industria de Papel y Celulosa en la América Latina, Organización para la Agricultura y la Alimentación, F.A.O., Naciones Unidas.
Nueva York, (1955) Pags: 338-340.
- 6.- Saavedra Sánchez Arturo Horacio (tesis)
Perfil Industrial para la Instalación de una Planta de papel y celulosa a partir del bagazo de la caña.
Tampico, Tam., (1971).
- 7.- Stepheson J. Newell
Pulp & Paper Manufactures
Volumen I.
Mc. Graw Hill Book Company, Inc.
Nueva York, (1955), Pags: 4, 61-73.
- 8.- Srinivasan V.B. y Pathak S.R.
Un Siglo de trabajos y de utilización sobre el Bagazo de la caña de azúcar.
Boletín azucarero Mexicano
Septiembre de 1961; pags: 19-30

Esta Tesis se Imprimió en Septiembre de 1976 en los
Talleres de Impresos Offsali-G, S. A., con Oficinas en
Av. de los Poetas No. 340 (Frente a la Ciudad Univer-
sitaria), Tel. 3-04-22 San Luis Potosí, S. L. P