

EVALUACION DE NUEVAS SECUENCIAS DE BLANQUEO EN PULPA DE
BAGAZO DE CAÑA

FREDY FERNANDO CADENA CHAMORRO

UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2012

EVALUACION DE NUEVAS SECUENCIAS DE BLANQUEO EN PULPA DE
BAGAZO DE CAÑA

FREDY FERNANDO CADENA CHAMORRO

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de químico

Directores:
LILIAN KARIME MONTOYA
M. ing. Química
ALEXANDER PORTILLA
M. ing. Química

UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2012

“Las ideas y conclusiones aportadas en la tesis de grado son responsabilidad exclusiva de sus autores”.

Art.1 del acuerdo No 324 de octubre 11 de 1966, emanado por el honorable Consejo Superior de la Universidad de Nariño.

Nota de aceptación:

LILIAN KARIME MONTOYA

Director

OSWALDO OSORIO MORA

Jurado

JESUS CASTILLO FRANCO

Jurado

San Juan de Pasto, 22 de Noviembre de 2012

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN.....	13
2. JUSTIFICACION.....	14
3. OBJETIVOS.....	15
4. MARCO TEÓRICO.....	16
4.1. BAGAZO DE LA CAÑA DE AZÚCAR.....	17
4.2. PROPIEDADES FÍSICAS DEL BAGAZO.....	18
4.3. PROPIEDADES QUÍMICAS DEL BAGAZO.....	18
4.4. OBTENCIÓN DE PULPA Y BLANQUEO.....	23
4.5. QUÍMICA DEL BLANQUEO.....	25
4.5.1 Preblanqueo con oxígeno “O”.....	25
4.5.2 Dióxido de cloro “D”.....	27
4.5.3 Extracción E.....	29
4.5.4 Peroxido P.....	30
4.5.5 Quelación Q.....	32
4.5.6 Xilanasa X.....	32
5. MATERIALES Y METODOS.....	34
5.1. MATERIA PRIMA.....	34
5.2. CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA.....	34
5.3. SECUENCIAS DE BLANQUEO.....	34
5.3.1 Etapas O y Po.....	35
5.3.2 Etapas D, E, P, Q y X.....	36
5.4. CONDICIONES DE OPERACIÓN PARA LAS SECUENCIAS DE BLANQUEO.....	36

5.4.1	Secuencias ECF.....	37
5.4.2	Secuencias TCF.....	40
6.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	44
6.1	SECUENCIAS ECF.....	44
6.1.1	Secuencia de blanqueo ODEP (1).....	44
6.1.2	Secuencia de blanqueo ODEP (2).....	46
6.1.3	Secuencia de blanqueo OXD0E(D ó P).....	47
6.2	SECUENCIAS TCF.....	51
6.2.1	Secuencia de blanqueo OQP0P.....	51
6.2.2	Secuencia de blanqueo OQ1Q2P0P.....	53
6.2.3	Secuencia de blanqueo OOQ1Q2P0P.....	56
6.2.4	Secuencia de blanqueo OOQ1(Q2 ó X)P0P.....	58

CONCLUSIONES

BIBLIOGRAFIA

ABREVIATURAS

ECF	Secuencia de blanqueo libre de cloro elemental (<i>Elemental Chlorine Free</i>)
TCF	Secuencia de blanqueo totalmente libre de cloro (<i>Totally Chlorine Free</i>)
D	Etapa de dióxido de cloro
D ₀	Etapa inicial de dióxido de cloro
E	Etapa de extracción alcalina
P	Etapa de peróxido
P0	Etapa de peróxido presurizado
H	Etapa hipoclorito
X	Etapa con xilanasa
Q	Etapa con agentes quelantes
O	Preblanqueo con oxígeno
OO	Doble preblanqueo con oxígeno
pHinc	pH inicial
Visc	Viscosidad

Lista de Figuras

pág.

Figura 1. Consumo de papel y cartón en el mundo.....	16
Figura 2. Proceso general para la extracción de jugo de caña de azúcar.....	17
Figura 3. Estructura de la celulosa.....	19
Figura 4. Monosacáridos componentes de las hemicelulosas.....	21
Figura 5. Precursores de la lignina: I, alcohol p-cumarílico; II, alcoholconiferílico; III, alcohol sinapílico; IV, derivado acetilado de los alcoholes phidroxicinamílicos;V, derivados p-cumaroilados de los alcoholes p-hidroxicinamílicos; VI, alcohol 5-hidroxiconiferílico y VII, aldehídos correspondientes a los alcoholes phidroxicinamílicos.....	22
Figura 6. Primer modelo estructural de la lignina.....	23
Figura 7. Formación de especies radicales del oxígeno.....	26
Figura 8. Reacciones de oxidación entre el oxígeno y unidades G.....	27
Figura 9. Oxidación de la lignina con Dióxido de Cloro.....	28
Figura 10. Reacción global del ClO ₂ con unidades G de la lignina.....	29
Figura 11. Tipos de descomposición de peróxido de hidrogeno.....	30
Figura 12. Reacción del peróxido de hidrogeno con la lignina.....	31
Figura 13. Estructura del EDTA.....	32
Figura 14. Digestor Experimental y Autoclaves.....	35

Figura 15. Influencia de la consistencia y carga de ClO ₂ en la blancura. Secuencia ECF (1).....	44
Figura 16. Influencia de la consistencia y carga de ClO ₂ en la blancura. Secuencia ECF (2).....	46
Figura 17. Efecto de la enzima xilanasa sobre la blancura en la secuencia OXDoED.....	48
Figura 18. Influencia de diferente carga de xilanasa sobre la blancura con P como etapa final.....	50
Figura 19. Evaluación de agentes quelantes en secuencias OQPoP.....	52
Figura 20. Efecto de una doble etapa quelante en la blancura. Q1= 8kg/t.....	54
Figura 21. Influencia de diferente carga en Q2 en la blancura usando 12kg/t en Q1.....	55
Figura 22. Influencia de diferentes cargas en Q1 Y Q2 sobre blancura.....	57
Figura 23. Comportamiento de la blancura al intercambiar una etapa Q2 por X.....	59

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1. Composición física del bagazo.....	18
Tabla 2. Composición química del bagazo.....	18
Tabla 3. Condiciones en la secuencia ODEP(1).....	37
Tabla 4. Condiciones en la secuencia ODEP(2).....	38
Tabla 5. Condiciones en la secuencia OXD ₀ E(D ó P).....	39
Tabla 6. Condiciones en la secuencia OQP ₀ P.....	40
Tabla 7. Condiciones en la secuencia OQ ₁ Q ₂ P ₀ P.....	41
Tabla 8. Condiciones en la secuencia OOQ ₁ Q ₂ P ₀ P.....	42
Tabla 9. Condiciones en la secuencia - OOQ ₁ (Q ₂ ó X)P ₀ P.....	43
Tabla 10. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (1) (ClO ₂ 15 kg/t).....	45
Tabla 11. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (1) (ClO ₂ 18 kg/t).....	45
Tabla 12. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (2) (ClO ₂ 18 kg/t).....	47
Tabla 13. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (2) (ClO ₂ 20 kg/t).....	47
Tabla 14. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoED – Dosis de xilanasa 0.15 kg/t.....	49
Tabla 15. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoED – Dosis de xilanasa 0.2 kg/t.....	49
Tabla 16. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoEP – Dosis de xilanasa 0.15 kg/t.....	50

Tabla 17. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoEP – Dosis de xilanasa 0.2 kg/t.....	51
Tabla 18. Resultados secuencia de blanqueo OQPoP (Quelantes: DTPA y EDTA).....	52
Tabla 19. Propiedades de la pulpa inicial.....	53
Tabla 20. Resultados en la secuencia de blanqueo OQQPoP con 8kg/t en Q1.....	55
Tabla 21.Resultados en la secuencia de blanqueo OQQPoP con 12kg/t en Q1.....	56
Tabla 22.Resultados en la secuencia OOQQP ₀ P para las diferentes cargas de quelante.....	58
Tabla 23. Resultados en la secuencia usando 0.15kg/t y 0.2kg/t de xilanasa.....	59
Tabla 24.Resultados en la secuencia usando 0.5 kg/t de quelante en Q2.....	60

Lista de anexos

Anexo A.....	75
Anexo B.....	93

RESUMEN

En este trabajo se estudia nuevas secuencias de blanqueo ECF y TCF sobre la pulpa de bagazo de caña realizando estas a escala de laboratorio para así evaluar su factibilidad técnica. Las secuencias estudiadas se realizan bajo una serie de condiciones y variables de estudio según los procedimientos estipulados por la planta de producción. En las secuencias ECF se evalúa variables diferentes como cargas químicas y consistencias así como la adición de una etapa de xilanasas. En las secuencias TCF se compara la acción de diferentes agentes quelantes como EDTA y DTPA, también se evalúa la acción de etapas quelantes a diferentes cargas químicas, la adición de un doble preblanqueo con oxígeno y se compara la acción de la xilanasas frente a una segunda quelación. Los resultados en los valores de blancura, Viscosidad y número de permanganato, para cada etapa de todas las secuencias, permiten comparar su efectividad al blanqueo de pulpa de bagazo de caña.

ABSTRACT

In this paper were studied new ECF and TCF bleaching sequences on sugarcane bagasse pulp, to evaluate its technical feasibility the sequences were developed in laboratory. The sequences were also studied under several conditions and variables according to procedures in the production mill. In the ECF sequences variables like chemical charge and compositions were studied, as well as an addition of a xilanasa stage. In TCF sequences a comparison effect of different chelating agents like EDTA and DTPA, it was also evaluated the effect of chelating stages at different chemical charges, the addition of a pre-bleaching stage whit oxygen, and it was compared the action of xilanasa against the second chelating stage. The results in terms of brightness, viscosity and permanganate quantity to each stage in all sequences, allowed comparing its bleaching activity of sugarcane bagasse pulp.

1. INTRODUCCIÓN

El trabajo titulado “evaluación de nuevas secuencias de blanqueo” se enmarca en líneas de investigación correspondientes a la transformación de materiales lignocelulósicos para la obtención de celulosa y papel. Específicamente, la investigación se orienta al planteamiento y evaluación de nuevas secuencias de blanqueo de pulpa obtenida a partir de bagazo de caña de azúcar.

En la actualidad, el consumo de papel a nivel mundial es muy alto y para responder a esta demanda las empresas papeleras se han visto en la necesidad de buscar nuevas materias primas que conlleven a un aumento en la productividad y rendimiento de los procesos sin que esto, afecte el medio ambiente. En adición, las nuevas leyes ambientales exigen una innovación en los procesos convencionales de fabricación del papel. Al mencionar tecnologías convencionales se hace mayor énfasis en la etapa de blanqueo o deslignificación, puesto que los agentes químicos de blanqueo como el cloro (Cl) y dióxido de cloro (ClO₂) generan alta toxicidad en los efluentes del proceso por la presencia de compuestos organoclorados (AOX) de alta bioestabilidad.

A nivel mundial, los nuevos procesos de blanqueo para la producción de papel se encaminan a secuencias de tecnología limpia, en primer lugar a secuencias que elimine la utilización del cloro y sus derivados en las llamadas secuencias de blanqueo TCF (*Totally Chlorine Free*) que genera efluentes libres de toxinas e incrementa la posibilidad de cerrar circuitos de una planta de blanqueo a través del reciclado de los filtrados. En segundo lugar se encuentran las secuencias ECF (*Elemental Chlorine Free*) que emplean agentes químicos derivados del cloro. Ambientalmente, las secuencias TCF tienen mayor auge, sin embargo los efectos sobre la deslignificación requieren continuas investigaciones para obtener un mayor rendimiento en el proceso junto con una alta calidad del producto final. Así, la investigación realizada en la planta 1 de la empresa Carvajal Pulpa y Papel S.A. desarrolla y evalúa diferentes secuencias de blanqueo del tipo ECF y TCF en la pulpa del bagazo de caña con el fin de proponer una alternativa tecnológica a la secuencia vigente que utiliza derivados del cloro.

2. JUSTIFICACION

En la Planta 1 de la empresa “Carvajal Pulpa y Papel” se realiza los procesos de blanqueo usando una secuencia CEH, donde el cloro (etapa C) actúa con alta efectividad sobre el contenido de lignina inicial presenta en la pulpa proveniente del proceso de cocción. Actualmente, debido a las presiones medioambientales se busca nuevas secuencias de blanqueo que reemplacen la utilización del cloro y se genere una tecnología más limpia, en este aspecto diversas empresas papeleras han implementado secuencias que eliminan el cloro parcial o totalmente del proceso, de esta manera han surgido secuencias ECF (*Elemental Chlorine Free*) y TCF (*Totally Chlorine Free*). Las nuevas secuencias, reportan resultados positivos en pulpas madereras pero han requerido múltiples investigaciones que conlleven a incrementar la efectividad de la deslignificación y reducir efectos secundarios para obtener una pulpa de alta calidad.

La empresa “Carvajal Pulpa y Papel” consiente de los problemas ambientales que genera el uso del cloro, se interesa por innovar sus procesos de blanqueo para obtener procedimientos más respetuosos con el medio ambiente y con un menor impacto medioambiental. Reemplazar el cloro implica múltiples investigaciones para mantener la calidad y las propiedades físicas y químicas de la pulpa blanqueada en planta. En concordancia con lo mencionado, esta investigación evalúa nuevas secuencias de blanqueo (ECF y TCF) en la pulpa de bagazo de caña de azúcar, los resultados indicaran la factibilidad de realizar cambios o nuevas adaptaciones del proceso de blanqueo sin que esto afecte los costos de producción así como los requerimientos finales del producto que se presenta al mercado.

3. OBJETIVOS

El desarrollo de la práctica industrial realizada en Carvajal Pulpa y Papel, tiene como objetivo principal evaluar nuevas secuencias de blanqueo que permitan visualizar una factibilidad técnica. Así el trabajo experimental a nivel de laboratorio presenta los siguientes objetivos:

Objetivo General

Evaluar a escala de laboratorio la efectividad blanqueadora de diferentes secuencias químicas “TCF y ECF” sobre la pulpa de bagazo de caña obtenida mediante cocción alcalina.

Objetivos específicos

- ✓ Evaluar la efectividad de la secuencia ECF usando diferentes cargas de dióxido cloro.
- ✓ Evaluar la efectividad de la secuencia TCF usando diferentes dosis de agentes quelantes.
- ✓ Determinar la acción de enzimas hidrolíticas (xilanasas) en las secuencias de blanqueo TCF y ECF.
- ✓ Evaluar la acción deslignificante del doble preblanqueo con oxígeno en secuencias de blanqueo TCF.
- ✓ Identificar las mejores secuencias de blanqueo en comparación a la secuencia CEH (blanqueo convencional de la planta)

4. MARCO TEÓRICO

La materia prima fundamental para fabricar papel es la celulosa, se puede decir que el papel es una lámina constituida por un entramado tridimensional de fibras de celulosa y otras sustancias que permiten mejorar las propiedades del papel y hacerlo apto para el uso al que está destinado. Las fibras de celulosa son un constituyente esencial de los tejidos vegetales, cuya función es la de dar resistencia a los mismos. La celulosa para la fabricación de papel se obtiene principalmente de madera (55%), de otras fibras vegetales denominadas no madereras (9%) y de papel recuperado (16%) (Reciclapapel, 2010).

Durante siglos las principales fuentes de fibras naturales fueron los arboles extraídos de zonas boscosas, sin embargo esto ha llevado a una explotación indiscriminada afectando el equilibrio ecológico, la carencia cada vez mayor de esta clase de fibras debido al aumento continuo de la demanda mundial de papel (Figura 1) hacen tornar la atención de científicos y productores a las fibras de ciclos cortos que se generan de residuos agrícolas e industriales en enormes cantidades y de las que se pueden obtener prácticamente todos los productos que tradicionalmente se lograban a partir de las fibras largas tradicionales (Zhu et al., 2010).

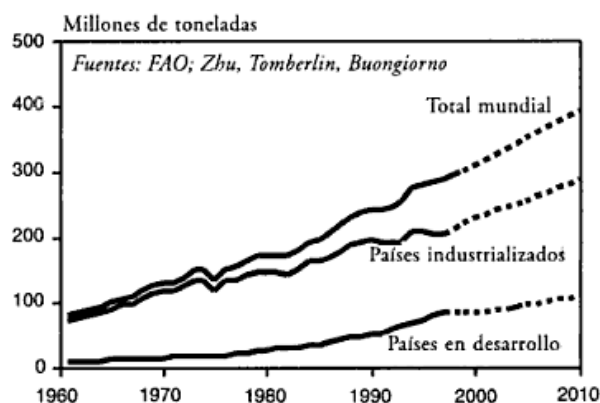


Figura 1. Consumo de papel y cartón en el mundo. Fuente : Zhu, S. y col. 1998.

De todas las fibras obtenidas de plantas de ciclos cortos, la que resulta de la caña de azúcar el bagazo es uno de los más interesantes desde el punto de vista económico y tecnológico.

4.1. Bagazo de la caña de azúcar.

El cultivo de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) es uno de los más difundidos en las regiones tropicales del mundo debido a que genera un producto de consumo básico para la población. En el proceso inicial de los ingenios, la caña de azúcar pasa por una serie de molinos donde es partida en pequeños pedazos obteniendo de esta manera el jugo que es recolectado y procesado para la producción de azúcar (Figura 2,)

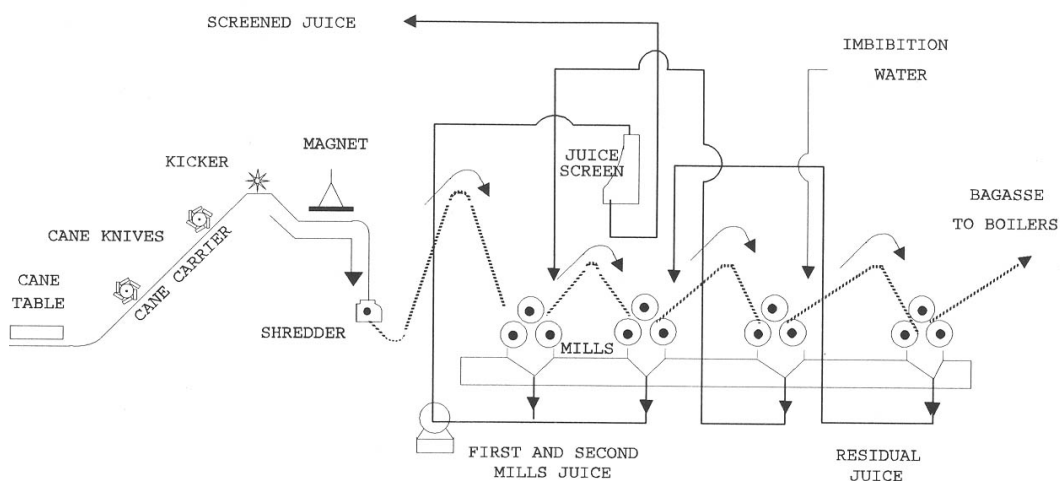


Figura 2. Proceso general para la extracción de jugo de caña de azúcar. Fuente: Collier, J.R., 1995

El producto residual de este proceso es una fibra no maderera que se denomina bagazo, el cual es un material lignocelulósico que representa aproximadamente entre el 25 y el 40% del total de materia procesada dependiendo del contenido de fibra de la caña y la eficiencia en la extracción del jugo. Anteriormente el bagazo era usado en las calderas de los ingenios por su alto poder calorífico, sin embargo debido a sus propiedades, se ha encontrado que el bagazo es una excelente fuente alterna para satisfacer la alta demanda de pulpa en la fabricación del papel.

4.2. Propiedades físicas del bagazo

EL bagazo está constituido por cuatro fracciones, cuya magnitud relativa depende del proceso agroindustrial azucarero (Garcés, 2010).

Tabla 1. Composición física del bagazo (%)

Fibra	45
Sólidos no solubles	2-3
Sólidos solubles	2-3
Agua	51-49

Fuente: Garcés, 2010

La parte designada como fibra está compuesta de toda la fracción sólida orgánica insoluble en agua y es la portadora de los elementos estructurales necesarios para la producción de celulosa y papel, los sólidos no solubles son sustancias inorgánicas (piedras, tierra, materias extrañas), la fracción de sólidos solubles extraíbles se compone principalmente de sacarosa y otros componentes químicos como ceras en menor proporción.

4.3. Propiedades químicas del bagazo

La fibra de bagazo está compuesta principalmente por tres grupos de sustancias que conforman la pared celular, donde se encuentran las principales macromoléculas, (celulosa, hemicelulosa, lignina), y otra pequeña fracción correspondiente a extractivos que son sustancias de baja masa molar.

Tabla 2. Composición química del bagazo (%)

Celulosa	33-43
Hemicelulosas	28-32

Lignina	18-22
Extractivos	2-6

Fuente: Geplacea, 1990

Estudios realizados con bagazo obtenido de caña de diferentes variedades, han permitido concluir que su composición química no se ve significativamente afectada para los componentes fundamentales en función de la variedad de caña (Geplacea, 1990).

Celulosa

Es el componente mayoritario de los materiales lignocelulósicos y base estructural de las células vegetales, es la sustancia natural más importante, tanto por su abundancia como por su aprovechamiento tecnológico. La celulosa es un polímero lineal de fórmula $(C_6H_{10}O_5)_n$ con un valor mínimo de $n = 200$, está formado por unidades de β -D-glucopiranosas unidas entre sí por enlaces glucosídicos $\beta(1 \rightarrow 4)$. Dos unidades de glucosa adyacentes se unen eliminando una molécula de agua entre los grupos hidroxilo del C1 y el C4 de la otra unidad para formar la molécula de celobiosa, un disacárido que representa la unidad constitutiva de la celulosa (Figura 3). El peso molecular medio de las cadenas de celulosa denominado también índice de polimerización (DP) especifica el número de unidades de glucosa que constituyen la molécula lineal, el DP de la celulosa en la madera está comprendido entre 7000 y 10000 (Wenzl, 1970).

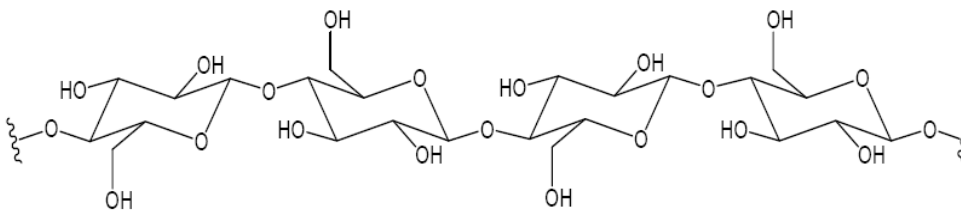
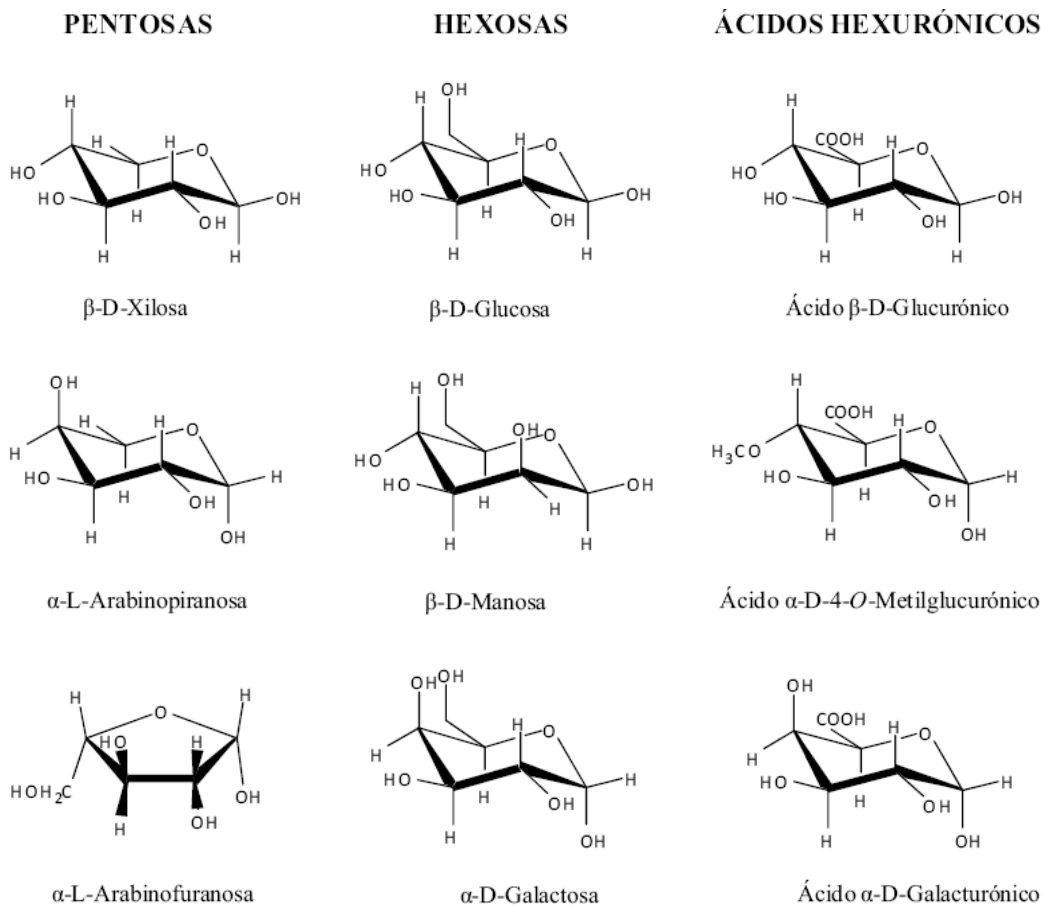


Figura 3. Estructura de la celulosa. Fuente: Wenzl, 1970

Hemicelulosa

La hemicelulosa es un heteropolisacárido de alta masa molar, que se encuentra constituido por diferentes unidades de monosacáridos: pentosas, hexosas y ácidos urónicos (Figura 4), enlazados entre sí por enlaces glicosídicos, formando estructuras ramificadas y en general amorfas que actúan como soporte entre lignina y celulosa (Fengel y Wegener, 1984). En el sector papelero, la hemicelulosa presenta marcado interés ya que aumenta el rendimiento y la resistencia del papel como producto final.



DESOXI-HEXOSAS

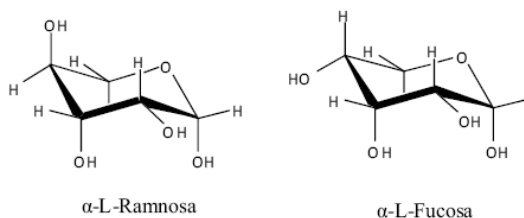
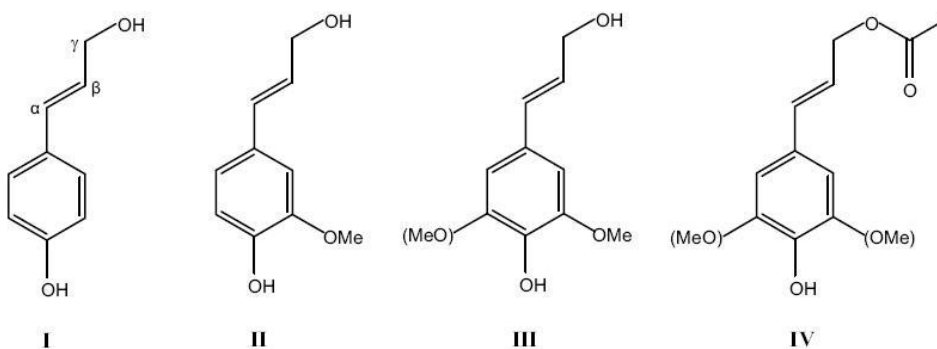


Figura 4. Monosacáridos componentes de las hemicelulosas. Fuente: Fengel y Wegener, 1984

Lignina

La lignina es un heteropolimero aromático con una estructura tridimensional irregular extremadamente compleja y difícil de caracterizar, constituida por unidades de fenilpropano con diferentes patrones de sustitución y unidas por diferentes tipos de enlaces, que varían considerablemente entre las especies vegetales. Los precursores de la lignina son los alcoholes p-hidroxicinamilicos que difieren entre sí en el número de grupos metoxilo sustituyentes, derivados acilados de los respectivos alcoholes, alcoholes dihidroxicinamilicos y aldehídos cinamilicos (Figura 5).



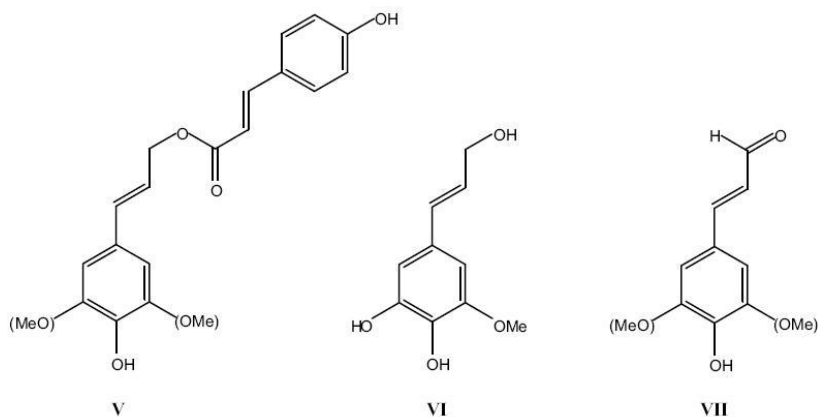


Figura 5. Precursores de la lignina: I, alcohol p-cumarílico; II, alcoholconiferílico; III, alcohol sinapílico; IV, derivado acetilado de los alcoholes phdroxicinamílicos;V, derivados p-cumaroilados de los alcoholes p-hidroxicinamílicos; VI, alcohol 5-hidroxiciniferílico y VII, aldehídos correspondientes a los alcoholes phdroxicinamílicos. Fuente : Fiechter, 1983

Las unidades fenilpropano en la lignina se unen entre sí por enlaces tipo alquil-aril-éter o carbono-carbono. La estructura básica de la lignina, su porcentaje y distribución a través de las paredes celulares difiere según su origen entre coníferas, frondosas y fibras no madereras. En coníferas, la estructura de la lignina que se repite predominantemente es la unidad de guayacilo (G) que contiene un único grupo metoxilo en el anillo de fenilpropano y deriva del alcohol coniferílico (más de 95% de las unidades estructurales). En el caso de de frondosa predominan las unidades de guayacilo (G) y siringilo (S), conteniendo esta última dos grupos metoxilo (Lin y Dence 1992). Por otro lado, la lignina de fibras no madereras presenta unidades del tipo p-hidroxifenilo (H), procedentes del alcohol p-cumarílico, y unidades S y G, en proporciones variables dependiendo de la planta. Las unidades G, al contrario que las S, tienen un único grupo metoxilo y la posición C-5 está libre y disponible para la formación de enlaces carbono-carbono, por lo que ligninas con mayor cantidad de unidades G tienen una estructura más condensada y por lo tanto la lignina se degrada con mayor dificultad (Boerjan et al., 2003). En la Figura 6 se muestra el primer modelo estructural del polímero de lignina de coníferas y frondosas.

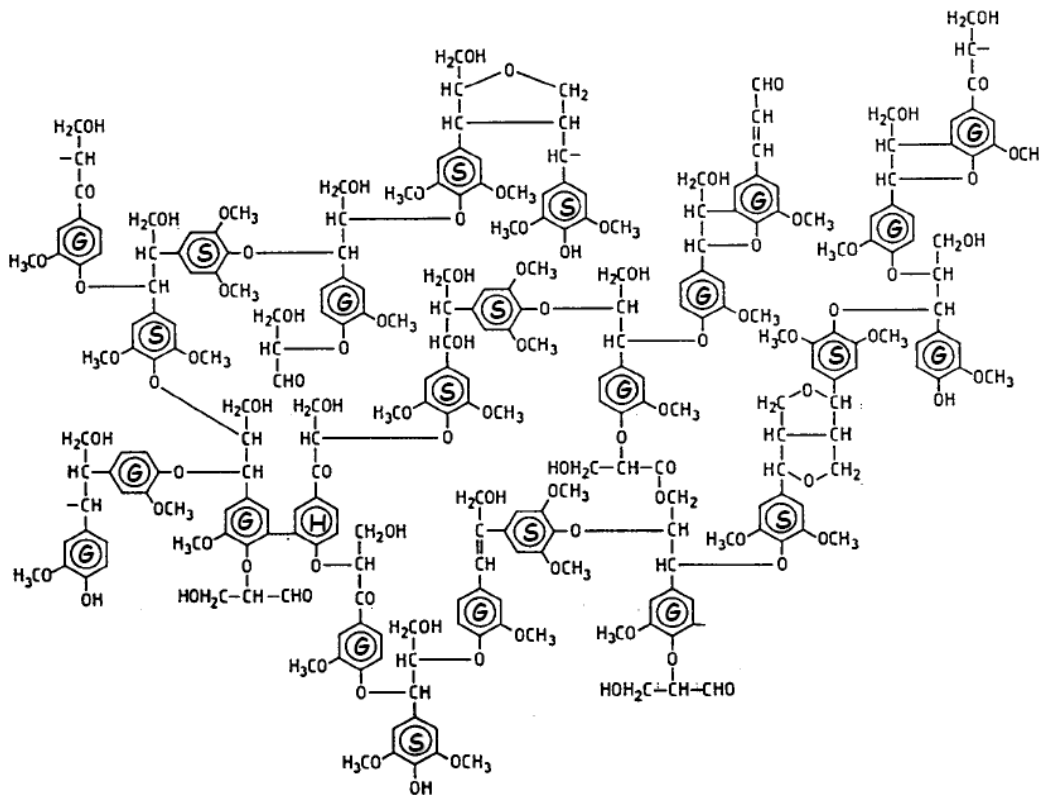


Figura 6. Primer modelo estructural de la lignina. Fuente: Nimz 1974.

Extractivos

Son los componentes orgánicos de bajo peso molecular, para el caso del bagazo estos se componen en su mayoría de azúcares residuales, aunque también se encuentran carbohidratos de bajo peso molecular, terpenos, ácidos alifáticos y aromáticos, alcoholes, flavonoides, lignanos, taninos, alcaloides, ligninas solubles, ceras, etc. Sus funciones en la célula vegetal son de protección exterior y reserva de nutrientes (Coppen, 1993).

4.4. Obtención de pulpa y blanqueo

En la fabricación de pulpa es necesario liberar las fibras de celulosa que están unidas por fuerzas adhesivas propias de la lignina y carbohidratos. Existen diferentes métodos de extracción de pulpa entre ellos los procesos mecánicos,

químicos y semiquímicos. El proceso mecánico es conocido por el alto rendimiento y los constituyentes químicos originales del material fibroso permanecen esencialmente inalterados, en contraste, por el método químico se obtiene una pulpa con alto grado de deslignificación usando agentes químicos (ácidos o básicos) en digestores a altas presiones y temperaturas, en este tipo de cocciones la liberación de las fibras se produce por disolución de los componentes.

Posterior al proceso de extracción de fibras, se realiza el proceso de blanqueo, en este proceso se trata químicamente la pulpa para eliminar la lignina residual que resta después del proceso de cocción. Los componentes coloreados de la lignina son degradados y disueltos y/o decolorados, todo este material coloreado en el caso de pastas químicas no puede ser eliminado en una sola etapa, así que se trata por tanto de un procedimiento multietapas. En este proceso se emplean dos tipos de reactivos: oxidantes que se emplean para degradar y decolorar la lignina; y el álcali que se emplea para degradar la lignina, hidrolizarla y así facilitar su disolución posterior (Reeve, 1989). En la actualidad, a causa de la imposición de límites estrictos en la emisión total de compuestos clorados orgánicos en los efluentes de las plantas de blanqueo, se están imponiendo cada vez más las secuencias de blanqueo que eliminan parcialmente (ECF: elemental-chlorine free) o totalmente (TCF: Totally Chlorine Free) el uso de compuestos clorados.

Los principales reactivos de blanqueo comerciales son los que hacen referencia a los oxidantes, el cloro, oxígeno, hipoclorito, dióxido de cloro, peróxido de hidrógeno y ozono, que habitualmente en la bibliografía se expresan con los símbolos C,O,H,D,P y Z. El único álcali empleado comercialmente es el hidróxido de sodio, que se expresa con la letra E en una operación llamada también extracción cáustica o alcalina. Debido a su costo inferior, el cloro y el oxígeno son empleados tradicionalmente como primera etapa de blanqueo para la eliminación de la lignina, pero no pueden emplearse de manera más prolongada a causa de su pobre selectividad que produce una degradación de la celulosa, anteriormente el cloro era invariablemente seguido por una extracción para hidrolizar y disolver la clorolignina, el dióxido de cloro, hipoclorito y peróxido se pueden utilizar en etapas posteriores de blanqueo debido a su mayor selectividad.

Las combinación o numero de etapas depende del tipo de pulpa y el grado de blancura que se desee obtener, generalmente la eficiencia de blanqueo disminuye al aumentar químicos; la empresa Carvajal Pulpa y papel (Planta 1) usa una secuencia CEpH, donde Ep significa extracción alcalina con peróxido, después de cada etapa se realiza un lavado.

4.5. Química del blanqueo

4.5.1 Preblanqueo con oxígeno “O”

La deslignificación con O_2 , es una tecnología ampliamente utilizada en la industria de celulosa como consecuencia de las múltiples ventajas del proceso. La etapa “O” previa al blanqueo, minimiza el consumo de agentes de blanqueo, actúa como deslignificante generando una remoción del 30-40% del kappa en pulpas kraft de frondosas y del 45-60% en pulpas kraft de coníferas (la deslignificación puede variar dependiendo del tipo de materia prima utilizada). Además, en comparación a procesos convencionales, el preblanqueo con O_2 reduce las emisiones y la carga orgánica en los efluentes (DBO), el material orgánico disuelto puede ser enviado para la caldera de recuperación donde se transforma en energía. En planta, la implementación de un preblanqueo con O_2 , facilita el cierre del sistema.

En la etapa de preblanqueo, la pulpa es tratada con O_2 presurizado, a elevada temperatura y en medio alcalino. El proceso de oxidación es complejo, los mecanismos de reacción en el preblanqueo han sido estudiados usando compuestos modelo (Johansson y Ljunggren, 1994; Gierer and Reitberger, 2001). El O_2 es un oxidante débil, sin embargo por efecto de altas temperaturas su poder activo incrementa, y dependiendo del pH de proceso el O_2 puede ser reducido a diferentes especies: HO_2^- , H_2O_2 , $O_2^{\cdot-}$, HO_2^{\cdot} , y HO^{\cdot} (McDonough, 1996). En los mecanismos de reacción los grupos OH-fenólicos libres de la lignina residual juegan un importante papel en la deslignificación con oxígeno; cuando los grupos hidroxilo son ionizados a condiciones alcalinas se genera un sitio con alta densidad de electrones, con la subsiguiente transferencia de un electrón al oxígeno molecular o a cualquiera de las especies radicales disponibles.

La Figura 7 ilustra la formación de las especies reactivas a partir del oxígeno, las reacciones indican tres etapas: iniciación, propagación y terminación, donde predomina la interacción del radical hidroxilo y el superóxido. En el primer y segundo paso, la iniciación de la reacción de radicales se genera con la abstracción de un átomo de hidrogeno desde una estructura fenólica sin ionizar para formar el correspondiente radical orgánico. En más detalle, los grupos OH-fenólicos libres son ionizados a condiciones alcalinas, y a continuación reacciona con el oxígeno para formar un anión superóxido y un radical fenoxi, un electrón también puede ser abstraído de un grupo no fenólico u otro grupo funcional para generar el radical orgánico correspondiente. La propagación de la reacción en cadena ocurre por la interacción entre el oxígeno y un radical orgánico generando un radical peróxido el cual puede a su vez abstraer un átomo de hidrogeno para regenerar otro nuevo radical orgánico (reacciones 3 y 4), la cadena puede ser terminada por reacciones de acoplamiento que también se llaman reacciones de condensación.

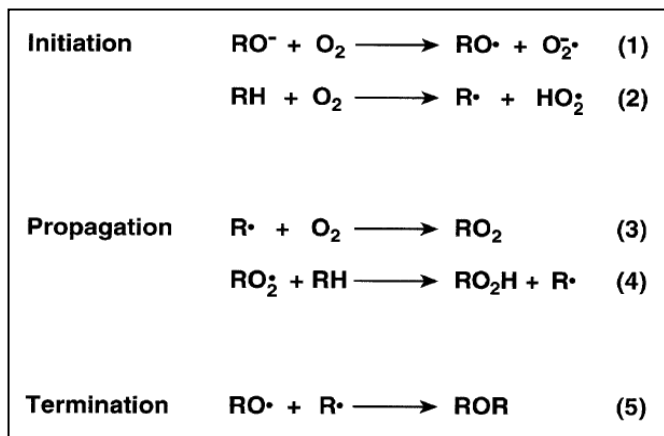


Figura 7. Formación de especies radicales del oxígeno Fuente: Tatsumi, 1984.

En adición al mecanismo de oxidación, la Figura 8, indica que durante el tratamiento con O_2 , el rompimiento oxidativo de la lignina genera inicialmente fragmentos de menor masa molecular los cuales son parcialmente solubles, estos a su vez por la continua despolimerización y oxidación dan como resultado

aldehídos aromáticos los cuales producen ácidos que son mas solubles y de menor peso molecular.

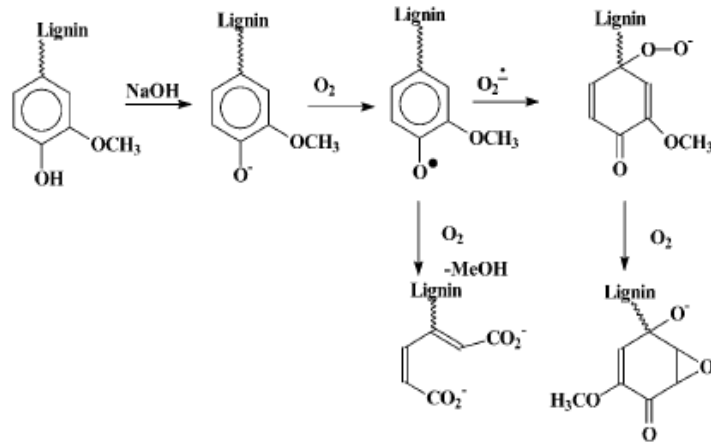


Figura 8. Reacciones de oxidación entre el oxígeno y unidades G. Fuente: Lucian, 2001

4.5.2 Dióxido de cloro “D”

El dióxido de cloro como agente oxidante es utilizado en secuencias de blanqueo ECF, su aplicación permite la obtención de elevada blancura, su popularidad se explica por la alta selectividad y por la alta estabilidad en las propiedades ópticas del producto final, en este aspecto las pulpas kraft de hardwood contienen una gran cantidad de ácidos hexenurónicos, estos ácidos incrementan el número kappa y causan reversión de la blancura, usando el dióxido de cloro los mencionados compuestos son degradados. Como desventaja se menciona el alto costo y la toxicidad que genera. El dióxido de cloro se ha utilizado ampliamente pero existen paradigmas sobre su aplicación, la cantidad consumida de ClO₂ en el blanqueo es mayor al que teóricamente se necesita para solubilizar la lignina (Lachenal y Chirat, 2000).

El ClO₂, es un electrófilo el cual preferencialmente ataca sitios de la lignina de alta densidad electrónica como lo son los grupos fenólicos. Para comprender el mecanismo de reacción con la lignina, diversos estudios se han realizado con sustancias fenólicas como compuestos modelo de la lignina, como resultado

varios investigadores han encontrado que derivados del guayacol se transforman en hidrógeno metil muconatos y quinonas.

En la Figura 9, se indica que la reacción entre el dióxido de cloro y la lignina ocurre por tres vías paralelas, se produce una quinona, un ester del ácido muconico y un reactivo intermedio, los dos primeros son producto de una oxidación directa mientras que el otro es una especie poco estable encontrada experimentalmente que indica otro nivel de oxidación. El primer paso es la formación isomérica del radical fenoxilo, el cual junto con el dióxido de cloro adicional forma el ester del ácido cloroso, posteriormente esta estructura pasa a la forma de *o*-benzoquinona y ester del ácido muconico (Aieta, 1986). Al final de la secuencia se ha observado que la reacción predominante es la formación de quinona debido a la alta concentración del metanol, sin embargo la conversión del núcleo al ester del ácido muconico es la más importante reacción de degradación ya que este es un fragmento muy soluble en agua y en el medio alcalino de la etapa posterior.

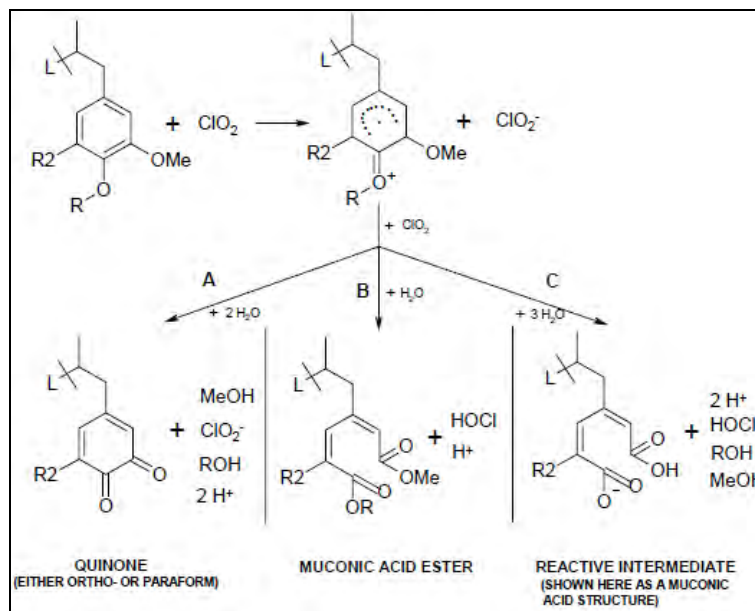


Figura 9. Oxidación de la lignina con Dióxido de Cloro. Fuente: Aieta, 1986

La oxidación de la lignina con ClO_2 ha sido objeto de numerosas investigaciones, y en relación a los mecanismos de reacción existe concordancia con la apertura del anillo de los grupos fenólicos libres de acuerdo a la Figura 10.

El dióxido de cloro en comparación a otros agentes de blanqueo, cuando se utiliza en medio ácido puede eliminar efectivamente la lignina sin degradar significativamente la celulosa; generalmente el contenido de carbonilos y carboxilos permanecen constantes durante el blanqueo, dependiendo de las condiciones de aplicación los hidratos de carbono reaccionan generando productos de oxidación, como es la formación de unidades de ácido glucurónico y ácidos aldonicos en las cadenas de celulosa.

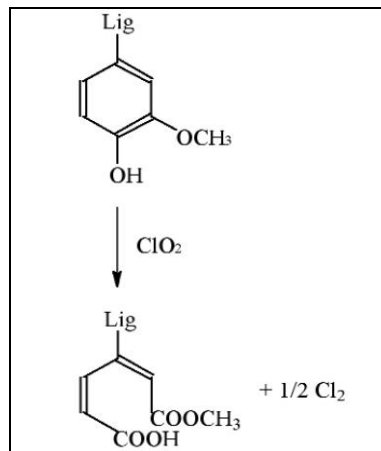


Figura 10. Reacción global del ClO_2 con unidades G de la lignina. Fuente: Aieta, 1986

4.5.3 Extracción E.

La extracción alcalina (E) se ha incorporado en las secuencias de blanqueo para regular el pH con hidróxido de sodio y favorecer la remoción de la lignina residual. Muchas hipótesis han sido propuestas para explicar el rol de extracción, con una etapa E no solo se disuelve lignina si no que se eliminan hidratos de carbono, resinas, e impurezas generando una reducción de pitch para los fabricantes de papel, incrementando la blancura junto con una producción de pulpas más resistentes. El hidróxido de sodio, es el único álcali utilizado industrialmente su efecto principalmente es la disolución de los productos degradados de la lignina. En adición, con los hidratos de carbono genera reacciones de peeling, peeling off,

hidrólisis de los enlaces glicosídicos, precipitación de los xilanos y adsorción sobre la estructura de las fibras.

Las principales variables de la extracción alcalina en un proceso de blanqueo corresponden a la carga, consistencia, temperatura y tiempo de reacción. La temperatura, es un factor importante a controlar ya que influye en la blancura final y la disolución de carbohidratos. Con respecto a la carga de NaOH, existe una relación lineal con el rendimiento, al incrementar el consumo del hidróxido de sodio disminuye el rendimiento.

Actualmente, para incrementar el efecto de solubilización de los productos degradados de la lignina en las secuencias de blanqueo se utilizan aditivos en la extracción alcalina generando nuevas etapas como Eo, Ep, Eop, donde el oxígeno, peróxido de hidrogeno, y la combinación de los dos (op) incrementa la remoción de los residuos orgánicos. La extracción alcalina reforzada con aditivos se ejecuta en condiciones ácidas a pHs que oscilan entre 1.5 a 4. En las secuencias ECF, la incorporación del peróxido de hidrógeno en la etapa de extracción alcalina permite una reducción del consumo del dióxido de cloro en el blanqueo final.

4.5.4 Peroxido P

El peróxido de hidrogeno es usado en muchas secuencias TCF debido a su efecto blanqueador y sus residuos no contaminantes, oxigeno y agua, la principal desventaja con este agente es su alto costo si lo comparamos con los agentes a base de Cloro. El peróxido actúa como un agente de blanqueo no deslignificante, por lo cual el rendimiento no se ve afectado, sin embargo numerosos estudios han demostrado que generando condiciones más severas y combinándolo con oxigeno en una etapa denominada peróxido presurizado (P_0) puede actuar como un agente deslignificante generando un incremento en el grado de blancura.

- a. $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{HOO}^-$ Heterolitico
 b. $\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{HO}^\cdot \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \frac{1}{2} \text{O}_2$ Homolitico

Figura 11. Tipos de descomposición de peróxido de hidrogeno. Fuente: Esta investigación

Dependiendo de las condiciones el H_2O_2 se descompone por dos vías tal como se indica en la figura 11. La reacción (a) que ocurre a un alto pH es la preferida ya que el anión perhidroxido HOO^- es la principal especie responsable para el blanqueamiento, en contraste, si la descomposición ocurre por la vía (b), el peróxido es rápidamente convertido en agua y oxígeno.

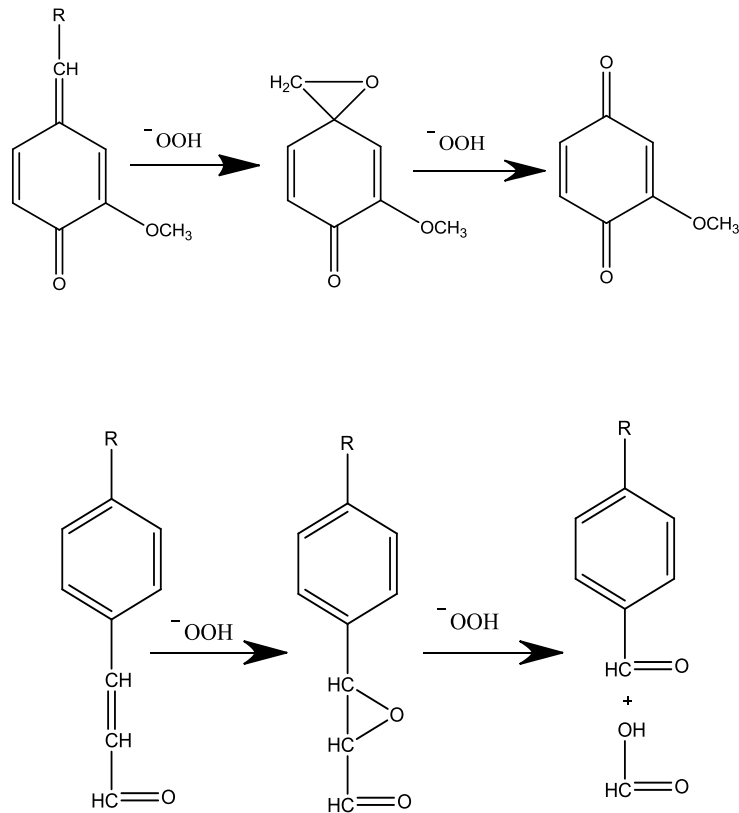


Figura 12. Reacción del peróxido de hidrogeno con la lignina. Fuente: Montero, 2010

El efecto blanqueador del perhidroxido HOO^- se debe a su acción oxidativa sobre los grupos carbonilo conjugados y coniferilaldehidos para producir fragmentos dicarboxílicos, aldehídos y ácidos carboxílicos incoloros (Figura 12)

4.5.5 Quelación Q.

La presencia de ciertos iones de metales de transición como el hierro, manganeso y cobre en la pulpa pueden tener una influencia negativa durante el blanqueo alcalino con peróxido de hidrógeno debido a que catalizan la descomposición homolítica de este reactivo generando una menor eficiencia del blanqueo. Es por esta razón que se hace necesario utilizar aditivos para mejorar la estabilidad del peróxido de hidrógeno en condiciones de blanqueo, el aditivo más usado es el ácido etilendiaminotetracético EDTA, este agente quelante dona electrones para formar complejos estables con estos iones neutralizándolos y evitando la descomposición del peróxido de hidrogeno.

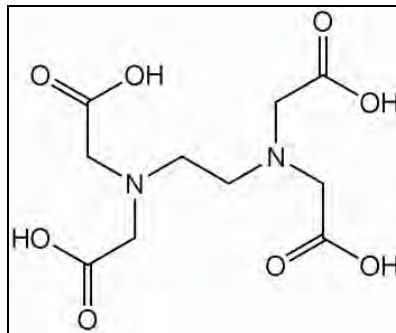


Figura 13. Estructura del EDTA. Fuente: Esta investigación

4.5.6 Xilanasa X.

La etapa X, corresponde a una etapa enzimática con las enzimas hidrolíticas, en este caso la “xilanasas”. La introducción de una alternativa biotecnológica en los procesos de blanqueo y obtención de papel, ha creado altas expectativas y se ha verificado que son etapas viables para ser incorporadas industrialmente.

Los materiales lignocelulósicos están constituidos por tres componentes mayoritarios (lignina, celulosa, hemicelulosa) y en la naturaleza existe una gran variedad de hongos y bacterias que son capaces de realizar una biodegradación.

En este contexto, las enzimas hidrolíticas y oxidativas juegan una importante función como biocatalizadores de los compuestos lignocelulósicos. En concreto las xilanasas, son hidrolasas que catalizan la hidrólisis de los xilanos que se encuentran presentes en la hemicelulosa de las fibras celulósicas. Los xilanos, son el puente o la unión existente entre la celulosa y la región amorfa de la lignina, al biodegradar la unión entre las mencionadas macromoléculas se efectuará una eficiente liberación o eliminación de la lignina en los procesos de blanqueo.

En algunas investigaciones, se ha demostrado que la xilanasas es efectiva e incrementa la deslignificación de la pulpa kraft con respecto a un tratamiento control (Viikari 2000, Fillat et al., 2010, Valls et al., 2010). Varias enzimas, están relacionadas con la degradación de los xilanos y se afirma que las xilanasas tienen diferentes capacidades de reducir el número kappa y los grupos cromóforos aunque los mecanismos de actuación no se encuentran bien definidos. Una teoría sugiere que las xilanasas debido a su tamaño molecular no pueden penetrar sobre las fibras por consiguiente solo hidroliza los xilanos presentes en la superficie de las fibras y de esta manera permite que las fibras sean más permeables a los agentes químicos de blanqueo facilitando la remoción de lignina. Así, los tratamientos con xilanasas permiten un aumento de la blancura, un ahorro en agentes de blanqueo y una reducción de compuestos halogenados en los efluentes de los procesos de deslignificación, así mismo una eliminación de compuestos cromóforos presentes en la pulpa y alteración en la cristalinidad de la celulosa (Roncero et al., 2005).

Los factores que intervienen en el tratamiento enzimático con xilanasas están asociados al tipo de actividad, pH, temperatura óptima, capacidad de accesibilidad a las fibras, propiedades físicas y químicas iniciales, y al tipo de pasta en el que se realiza el tratamiento.

5. MATERIALES Y METODOS

4.6. Materia prima

Pulpa de bagazo proveniente de la tercera lavadora (proceso posterior a la cocción alcalina).

4.7. Caracterización física y química

Los análisis realizados sobre la pulpa inicial y la sometida a tratamientos de blanqueo incluyen propiedades físicas y químicas como la blancura, número de permanganato, y viscosidad. Los análisis mencionados se realizaron de acuerdo a métodos estandarizados y vigentes en el laboratorio de la planta 1 (ver Anexo A).

La blancura (Norma TAPPI 452), se define como el factor de reflectancia difusa medido a una longitud de onda efectiva de 457 nm. Este parámetro se utiliza en especial para medir la eficacia de un proceso de blanqueo o deslignificación. En pastas comerciales ya blanqueadas el nivel blancura oscila en valores superiores a 85 °GE. El equipo que se utiliza en la medición es un TECHNIDYNE S4-BL.

La viscosidad (Norma TAPPI 230), está directamente relacionada con el grado de polimerización de las moléculas de celulosa y se vincula directamente con rendimientos del proceso y la resistencia de las fibras, este análisis se realiza con una solución de cuprietilendiamina-CED en un viscosímetro de Oswald.

El número de permanganato, es una medida indirecta del grado de deslignificación de la pulpa, tiene relación con el número kappa. La deslignificación se determina por la cantidad de agente oxidante consumido (permanganato de potasio) por gramo de pulpa.

4.8. Secuencias de blanqueo

Las secuencias de blanqueo estudiadas corresponden a secuencias ECF (*Elemental Chlorine Free*) y TCF (*Totally Chlorine Free*). Los agentes de blanqueo

(dióxido de cloro, hidróxido de sodio y peróxido de hidrogeno) empleados son muestreados directamente de los tanques de almacenamiento disponibles en la planta 1. Las etapas evaluadas en las secuencias de blanqueo corresponden a etapas O, Po, P, D, E, Q y X.

5.3.1 Etapas O y Po

Las etapas O y Po hacen referencia al preblanqueo con oxígeno y blanqueo con peróxido de hidrogeno presurizado, respectivamente. En estas etapas se utiliza un digestor experimental que consta de tres autoclaves con un volumen interno de 4.5 litros, utiliza aceite térmico sintético como medio de calentamiento, cuenta con un motor que impulsa un eje y soporta las autoclaves. El calor se suministra con seis resistencias de 2000 W cada una y un controlador que regula la temperatura del aceite (Figura 14). El procedimiento experimental se presenta en el Anexo B.

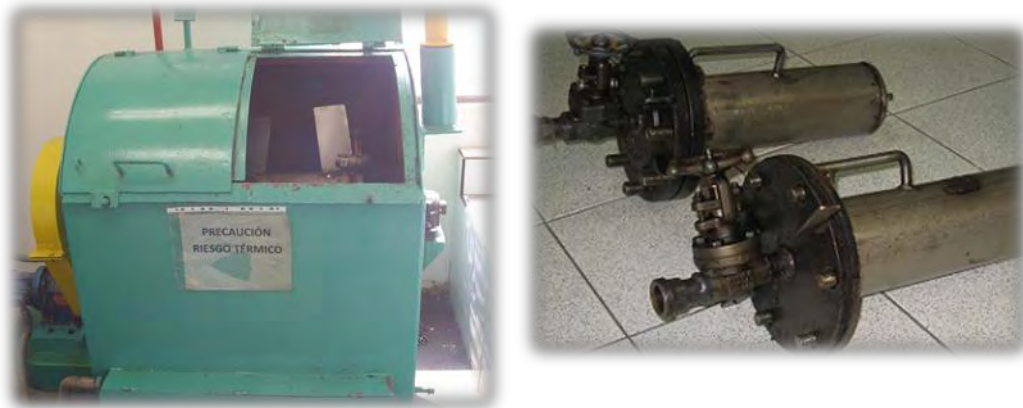


Figura 14. Digestor Experimental y Autoclaves. Fuente: Esta investigación.

Finalizada cada etapa, la pasta se somete a un lavado para continuar con la siguiente etapa de blanqueo. En el caso de una doble etapa OO (preblanqueo extendido) en las algunas secuencias TCF, inmediatamente después del primer preblanqueo los autoclaves se despresurizan y luego se vuelven a cargar con otra determinada cantidad de oxigeno sin previo lavado. Las condiciones de operación del proceso (temperatura, consistencia, pH, tiempo, presión y carga de reactivo) se especifican en las tablas correspondientes a las secuencias de blanqueo estudiadas.

5.3.2 Etapas D, E, P, Q y X

Las etapas de blanqueo con dióxido de cloro (D), hidróxido de sodio (E), peróxido de hidrogeno (P), agentes quelantes (Q) y xilanasa (X), se realizan en un sistema de baño maría usando bolsas plásticas de alta densidad, donde una determinada cantidad de pulpa es introducida en las bolsas plásticas y ajustada a la consistencia requerida por cada etapa, posteriormente es sellada y operada a las condiciones establecidas para cada etapa. Finalizado el tratamiento la pulpa se somete a un lavado para eliminar los residuos del proceso. Este proceso se realiza de acuerdo al método de blanqueo establecido por la planta.

4.9. Condiciones de operación para las secuencias de blanqueo.

Para cada secuencia de blanqueo estudiada, se ha realizado una tabla o planilla donde se agrupan todas las etapas y sus respectivas condiciones de carga química, temperatura, consistencia, pH inicial y tiempo tal como se indica a continuación:

5.4.1 Secuencias ECF

- Secuencia ODEP(1)

Tabla 3. Condiciones en la secuencia ODEP(1)

ETAPA PREBLANQUEO		Unidades			
Consistencia	%	10,0			
Temperatura	°C	105			
Tiempo de retención	min	60			
Carga de soda cáustica	kg/t	15,0			
Oxigeno	MPa	0,5			
ETAPA DIÓXIDO		Exp 1	Exp 2	Exp 3	Exp 4
Consistencia	%	4	4	10	10
Temperatura	°C	55	55	55	55
pH entrada a la etapa	unid	3	3	3	3
Carga de dióxido de cloro	kg/t	15	18	15	18
Tiempo de retención	min	45	45	90	90
ETAPA EXTRACCION					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	80	80	80	80
Carga de soda cáustica	kg/t	14	14	14	14
Carga de peróxido	kg/t	2,0	2,0	2,0	2,0
Tiempo de retención	min	120	120	120	120
MgSO4	kg/t	0,2	0,2	0,2	0,2
ETAPA PEROXIDO					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	85	85	85	85
pH inicial	Unid	11.0	11.0	11.0	11.0
Carga de peróxido	kg/t	7,0	7,0	7,0	7,0
Tiempo de retención	min	120	120	120	120

Fuente: Esta investigación.

- Secuencia ODEP(2)

Tabla 4. Condiciones en la secuencia ODEP(2)

ETAPA PREBLANQUEO	unidades				
Consistencia	%	10,0			
Temperatura	°C	105			
Tiempo de retención	min	60			
Carga de soda cáustica	kg/t	15,0			
Oxigeno	MPa	0,5			
ETAPA DIÓXIDO		Exp 1	Exp 2	Exp 3	Exp 4
Consistencia	%	4	4	10	10
Temperatura	°C	55	55	55	55
pH entrada a la etapa	Unid	3	3	3	3
Carga de dióxido de cloro	kg/t	18	20	18	20
Tiempo de retención	min	45	45	90	90
ETAPA EXTRACCION					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	80	80	80	80
Carga de soda cáustica	kg/t	14	14	14	14
Carga de peróxido	kg/t	2,0	2,0	2,0	2,0
Tiempo de retención	min	120	120	120	120
MgSO4	kg/t	0,2	0,2	0,2	0,2
ETAPA PEROXIDO					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	85	85	85	85
pH inicial	Unid	11	11	11	11
Carga de peróxido	kg/t	7	7	7	7
Tiempo de retención	min	120	120	120	120

Fuente: Esta investigación.

- Secuencia OXD₀E(D ó P)

Tabla 5. Condiciones en la secuencia OXD₀E(D ó P)

PREBLANQUEO	Unidades						
Consistencia	%	10					
Temperatura	°C	105					
Tiempo de retención	min	60					
Carga de soda cáustica	kg/t	15					
Oxigeno	MPa	0,5					
ETAPA X		Exp 1		Exp 2		Exp 3	
Consistencia	%			10		10	
Temperatura	°C			50		50	
Carga de Xilanasa	kg/t			0,15		0,20	
Tiempo de retención	min			90		90	
ETAPA DIÓXIDO							
Consistencia	%	4		4		4	
Temperatura	°C	55		55		55	
pH entrada a la etapa	unid	2,80		2,80		2,80	
Carga de dióxido de cloro	kg/t	20,0		20,0		20,0	
Tiempo de retención	min	45		45		45	
ETAPA EXTRACCION							
Consistencia	%	10		10		10	
Temperatura	°C	80		80		80	
Carga de soda cáustica	kg/t	14		14		14	
Carga de peróxido	kg/t	2,00		2,00		2,00	
Tiempo de retención	min	120		120		120	
ETAPA D ó P		Exp1	Exp2	Exp1	Exp2	Exp1	Exp2
Consistencia	%	10	10	10	10	10	10
Temperatura	°C	70	85	70	85	70	85
pH entrada a la etapa	unid	5,5	11	5,5	11	5,5	11
Carga de dióxido de cloro	kg/t	8		8		8	
Carga de Peróxido	kg/t		15		15		15
Tiempo de retención	min	120	120	120	120	120	120

Fuente: Esta investigación.

5.4.2 Secuencias TCF

-Secuencia OQP₀P

Tabla 6. Condiciones en la secuencia OQP₀P

ETAPA PREBLANQUEO	Unidades		
Consistencia	%	10,0	
Temperatura	°C	105	
Tiempo de retención	min	60,0	
Carga de soda cáustica	kg/t	15,0	
Oxigeno	MPa	0,5	
ETAPA QUELACIÓN Q		DTPA	EDTA
Consistencia	%	10	10
PH Inicial		5	5
Temperatura	°C	75	75
Carga de Quelante	kg/t	4	4
Tiempo de retención	min	60	60
ETAPA PERÓXIDO P ₀			
Consistencia	%	10	10
Temperatura	°C	95	95
pH entrada	unid	11	11
Carga de peróxido	kg/t	20	20
MgSO ₄	kg/t	0,2	0,2
Tiempo de retención	min	120	120
Oxigeno	MPa	0.5	0.5
ETAPA PERÓXIDO P			
Consistencia	%	10	10
Temperatura	°C	85	85
pH entrada	unid	10.5	10.5
Carga de peróxido	kg/ton	20	20
Tiempo de retención	min	120	120

Fuente: Esta investigación.

- Secuencia OQ₁Q₂P₀P

Tabla 7. Condiciones en la secuencia OQ₁Q₂P₀P

ETAPA PREBLANQUEO	Unidades				
Consistencia	%	10,0			
Temperatura	°C	105			
Tiempo de retención	min	60			
Carga de soda cáustica	kg/t	15,0			
Oxigeno	MPa	0,5			
ETAPA DE QUELACIÓN 1		Exp 1		Exp 2	
Consistencia	%	10		10	
PH Inicial		5		5	
Temperatura	°C	75		75	
Carga de de quelante	kg/t	8		12	
Tiempo de retención	min	60		60	
ETAPA DE QUELACIÓN 2		Exp1	Exp 2	Exp1	Exp 2
Consistencia	%	10	10	10	10
PH Inicial		5	5	5	5
Temperatura	°C	75	75	75	75
Carga de quelante	kg/t	4	6	4	6
Tiempo de retención	min	60	60	60	60
ETAPA PERÓXIDO P ₀					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	95	95	95	95
pH entrada	unid	11	11	11	11
Carga de peróxido	kg/t	20	20	20	20
MgSO ₄	kg/t	0,2	0,2	0,2	0,2
Tiempo de retención	min	120	120	120	120
Oxigeno	MPa	0.5	0.5	0.5	0.5
ETAPA PEROXIDO					
Consistencia	%	10	10	10	10
Temperatura	°C	85	85	85	85
pH entrada	unid	10.5	10.5	10.5	10.5
Carga de peróxido	kg/t	20	20	20	20
Tiempo de retención	min	120	120	120	120

Fuente: Esta investigación.

- Secuencia OOQ₁Q₂P₀P

Tabla 8. Condiciones en la secuencia OOQ₁Q₂P₀P

ETAPA PREBLANQUEO	unidades	O ₁	O ₂	
Consistencia	%	10	10	
Temperatura	°C	85	90 - 100	
Tiempo de retención	min	30	60	
Carga de soda cáustica	kg/t	23	-	
Oxigeno	MPa	1,0	0,5	
ETAPA DE QUELACIÓN 1			Exp1	Exp 2
Consistencia	%		10,0	10,0
Temperatura	°C		75,0	75,0
Tiempo de retención	min		60,0	60,0
Quelante	kg/t		1,0	1,5
pH Inicial			5	5
ETAPA DE QUELACIÓN 2				
Consistencia	%		10	10
PH Inicial			5	5
Temperatura	°C		75	75
Quelante	kg/t		1.0	0.5
Tiempo de retención	min		30	30
ETAPA PERÓXIDO P ₀				
Consistencia	%		10	10
Temperatura	°C		95	95
pH Entrada	unid		11	11
Carga de peróxido	kg/t		20	20
MgSO ₄	kg/t		0.2	0.2
Tiempo de retención	min		120	120
Oxigeno	MPa		0.5	0.5
ETAPA PEROXIDO				
Consistencia	%		10	10
Temperatura	°C		85	85
pH Entrada	unid		10,5	10,5
Carga de peróxido	kg/t		20	20
Tiempo de retención	min		120	120

Fuente: Esta investigación.

- Secuencia OOQ₁(Q₂ ó X)P₀P

Tabla 9. Condiciones en la secuencia - OOQ₁(Q₂ ó X)P₀P

ETAPA PREBLANQUEO	Unidades	O ₁	O ₂		
Consistencia	%	10	10		
Temperatura	°C	85	90 - 100		
Tiempo de retención	min	30	60		
Carga de soda cáustica	kg/t	23	-		
Oxigeno	MPa	1,0	0,5		
ETAPA DE QUELACIÓN 1					
Consistencia	%		10,0		
Temperatura	°C		75,0		
Tiempo de retención	min		60,0		
Quelante	kg/t		1,5		
pH Inicial			5		
ETAPA DE QUELACIÓN 2 Ó X					
Consistencia	%		Exp Q	Exp X ₁	Exp X ₂
PH Inicial			10	10	10
Temperatura	°C		5		
Quelante	kg/t		75	55	55
Xilanas			0,5		
Tiempo de retención	min			0,15	0,2
			30	60	60
ETAPA PERÓXIDO P ₀					
Consistencia	%		10	10	10
Temperatura	°C		95	95	95
pH Entrada	unid		11	11	11
Carga de peróxido	kg/t		20	20	20
MgSO ₄	kg/t		0.2	0.2	0.2
Tiempo de retención	min		120	120	120
Oxigeno	MPa		0.5	0.5	0.5
ETAPA PEROXIDO					
Consistencia	%		10	10	10
Temperatura	°C		85	85	85
pH Entrada	unid		10,5	10,5	10,5
Carga de peróxido	kg/t		20	20	20
Tiempo de retención	min		120	120	120

Fuente: Esta investigación.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Secuencias ECF

6.1.1. Secuencia de blanqueo ODEP (1)

La secuencia de blanqueo ODEP se estudia con variaciones en la consistencia y la carga de dióxido de cloro en la etapa D, para ello se define cuatro tipos de ensayos que corresponden a pruebas realizadas al 4% de consistencia con una carga de 15 y 18 kg/t ClO₂, respectivamente y al 10% de consistencia con cargas equivalentes a 15 y 18 kg/t ClO₂. Las condiciones de operación para las etapas O, E y P permanecen constantes para los cuatro ensayos realizados.

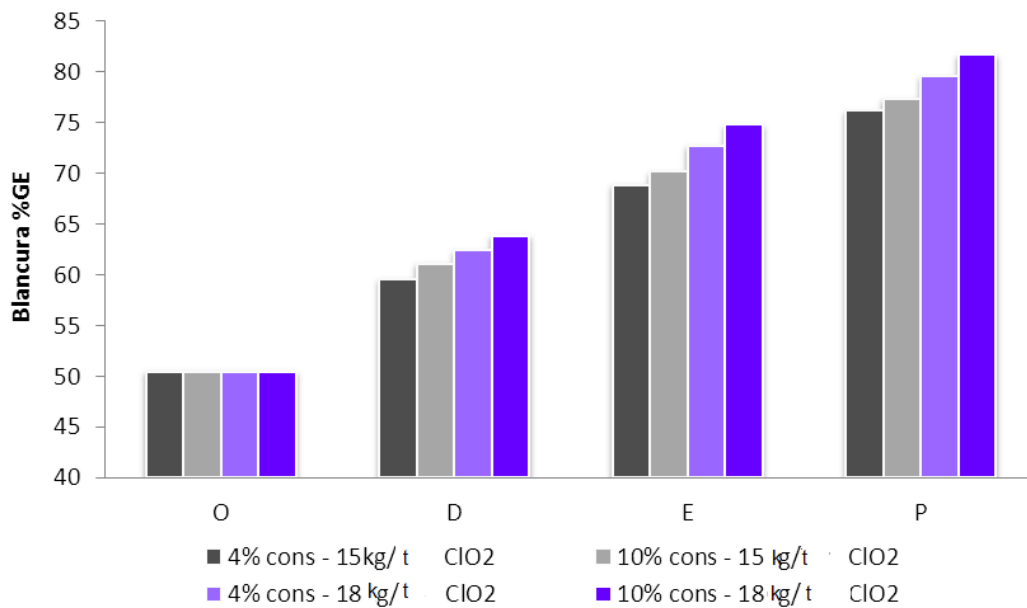


Figura 15. Influencia de la consistencia y carga de ClO₂ en la blancura. Secuencia ECF (1). Fuente: Esta investigación.

La Figura 15 indica la evolución de la blancura en la secuencia ODEP, desde la etapa D se observa una mejor respuesta para el ensayo correspondiente al 10% de consistencia y 18 kg/t ClO₂ con una blancura máxima de 63.91%. En las siguientes etapas de blanqueo (EP) la respuesta continua siendo mayor en comparación a las otras condiciones estudiadas. La prueba realizada al 4% y 15

kg/t ClO₂ genera una menor blancura en toda la secuencia ODEP con una diferencia de 5.5 puntos con respecto a la mayor blancura obtenida en la secuencia ODEP a 10% de consistencia y 18 kg/t ClO₂.

En adición a la blancura, las Tablas 10 y 11 indican los resultados de viscosidad y N° Permanganato para la secuencia de blanqueo ODEP. El descenso de la viscosidad en la pulpa ODEP es marcado con relación a la pulpa inicial, y el bajo N° permanganato se correlaciona con el resultado de la blancura.

Tabla 10. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (1) (ClO₂ 15 kg/t)

Variables			ClO ₂ 15 kg/t, consistencia 4%			ClO ₂ 15 kg/t, consistencia 10%		
	Inicial	O	D	E	P	D	E	P
N° Permanganato	5,7	3,2	-	2,0	1,8	-	1,9	1,5
Blancura	42,9	50,50	59,60	68,92	76,22	61,13	70,18	77,40
Viscosidad	11,15	8,14	-	-	4,95	-	-	4,52

Fuente: Esta investigación.

Tabla 11. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (1) (ClO₂ 18 kg/t)

Variables			ClO ₂ 18 kg/t, consistencia 4%			ClO ₂ 18 kg/t, consistencia 10%		
	Inicial	O	D	E	P	D	E	P
N° Permanganato	5,7	3,2	-	1,8	1,6	-	1,8	1,4
Blancura	42,9	50,50	62,45	72,76	79,63	63,91	74,87	81,77
Viscosidad	11,15	8,14	-	-	4,46	-	-	4,63

Fuente: Esta investigación.

6.1.2. Secuencia de blanqueo ODEP (2)

Al igual que en la primera secuencia, aquí el comportamiento de la blancura se estudia en cuatro ensayos al variar la consistencia en 4 y 10%, pero con una carga química de dióxido de cloro mayor a la anterior, para este caso 18 y 20 kg/t, las condiciones de las etapas posteriores a la etapa D siguen constantes (EP). Como se puede observar en la Figura 16, el incremento en la carga química de la etapa D causa un aumento en el grado de blancura, el cual se conserva hasta el final de la secuencia, estos valores se pueden comparar con los de la secuencia anterior para comprobar que la blancura es proporcional a la carga química y que la mejor consistencia para desarrollar la etapa D es al 10%.

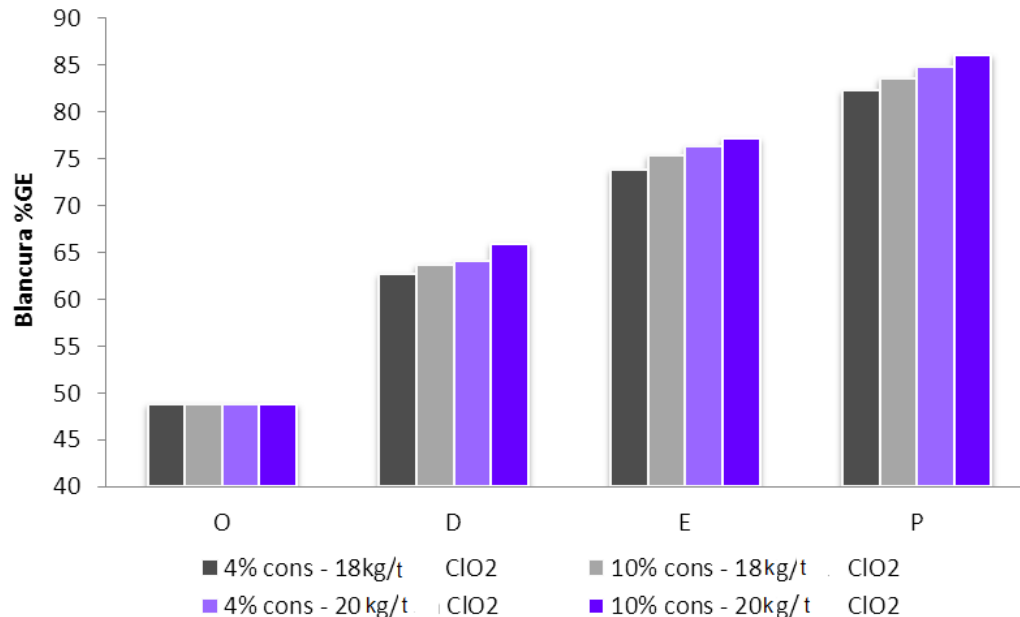


Figura 16. Influencia de la consistencia y carga de ClO_2 en la blancura. Secuencia ECF (2). Fuente: Esta investigación.

En las tablas 12 y 13, se presentan los resultados de N° permanganato y viscosidad, en estos parámetros se puede observar que no existe una diferencia marcada en el resultado del N° permanganato en la secuencia ODEP a 4 y 10% de consistencia con la carga de ClO_2 a 18 y 20 kg/t, esta observación permite

concluir que en la selección de las mejores condiciones de blanqueo es decisivo el resultado de la blancura. En la etapa D, se destaca que la blancura es claramente influenciada por las variables estudiadas, una mayor carga de ClO₂ y consistencia alta generan la mayor respuesta en la blancura con una diferencia de 3.85 puntos con relación a las condiciones estudiadas de 4% y 18 kg/t de consistencia y carga ClO₂, respectivamente.

Tabla 12. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (2) (ClO₂ 18 kg/t)

Variables			ClO ₂ 18 kg/t, consistencia 4%			ClO ₂ 18 kg/t, consistencia 10%		
	Inicial	O	D	E	P	D	E	P
N° Permanganato	6,2	4,9	-	1,3	0,6	-	1,1	0,5
Blancura	42,9	48,80	62,73	73,88	82,30	63,73	75,36	83,60
Viscosidad	15,59	12,54	-	-	7.92	-	-	7.82

Fuente: Esta investigación.

Tabla 13. Resultados secuencia de blanqueo ODEP (2) (ClO₂ 20 Kg/Ton)

Variables			ClO ₂ 20 kg/t, consistencia 4%			ClO ₂ 20 kg/t, consistencia 10%		
	Inicial	O	D	E	P	D	E	P
N° Permanganato	6,2	4,9	-	1,2	0,6	-	1,2	0,5
Blancura	42,9	48,80	64,12	76,35	84,86	65,98	77,25	86,15
Viscosidad	15,59	12,54	-	-	7.53	-	-	7.45

Fuente: Esta investigación.

6.1.3. Secuencia de blanqueo OXD₀E(D ó P)

Las secuencias de blanqueo “OXDoED” y “OXDoEP” incluyen una etapa enzimática denominada X que corresponde a la aplicación de la enzima xilanasas. El efecto positivo de las xilanasas se atribuye a su acción en la hidrólisis de los xilanos que forman parte de las hemicelulosas presentes en las fibras celulósicas,

como efecto permite la eliminación de los enlaces presentes entre la celulosa y lignina, facilitando posteriormente la remoción de lignina en las etapas de blanqueo. Para comprobar el efecto de la enzima hidrolítica se realizaron pruebas con diferentes dosis de xilanasas (0.15 y 0.2 kg/t) y los resultados se contrastaron con un blanco o tratamiento control que es realizado a idénticas condiciones de operación de la secuencia OXDoE(D ó P), pero sin la aplicación de la enzima xilanasas.

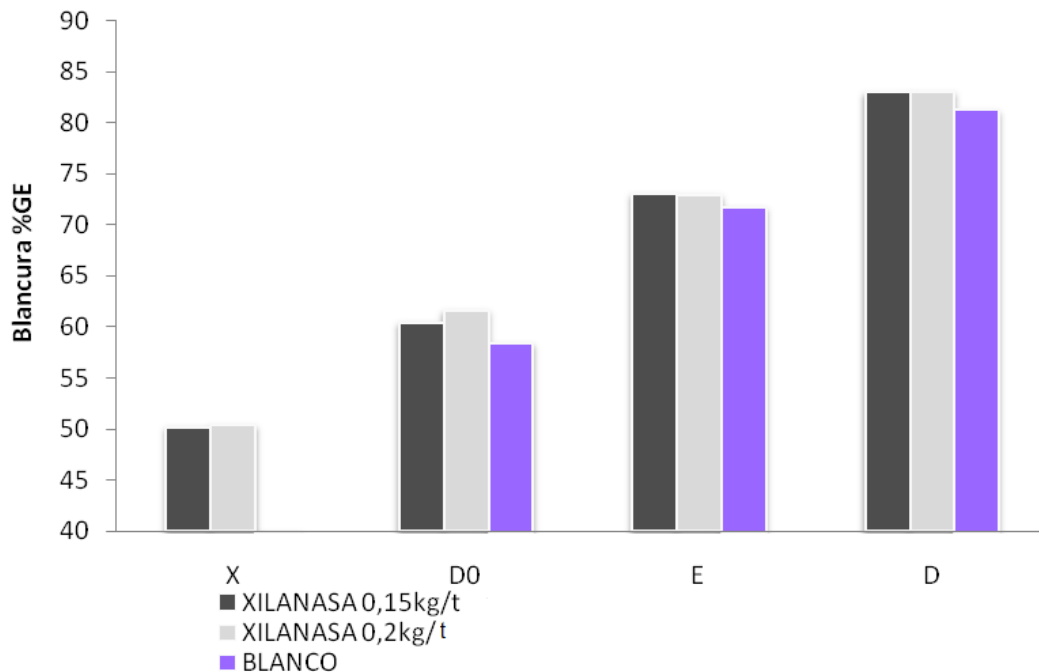


Figura 17. Efecto de la enzima xilanasas sobre la blancura en la secuencia OXDoED. Fuente: Esta investigación.

En la Figura 17, Tablas 14 y 15 se observan los resultados de la blancura para cada etapa de blanqueo a diferentes dosis de xilanasas en las secuencia OXDoED. De acuerdo a los resultados, se observa un efecto positivo de la xilanasas al final de la secuencia OXDoED. La etapa X incrementa la blancura en 1.75 unidades con respecto al control con una dosis de 0.15 kg/t y un incremento de 1.83 unidades de blancura con una dosis de 0.2 kg/t. Sin embargo si se compara los ensayos con diferente carga de xilanasas, se encuentra que existe una diferencia de 0.35, el cual es un valor muy bajo que indica que partiendo de estas dos cargas se obtendrán resultados muy similares.

Tabla 14. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoED – Dosis de xilanasa 0.15 kg/t

			Blanco				XILANASA 0.15 kg/t			
	Inicial	O	X	Do	E	D	X	Do	E	D
N° Permanganato	6.5	3.9	-	-	1.6	1.3	-	1.4	1.0	1.0
Blancura	40.58	47.22	-	58.5	71.8	81.3	50.26	60.5	73.12	83.05
Viscosidad	12.32	9.56				5.62				5.41

Fuente: Esta investigación.

Tabla 15. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoED – Dosis de xilanasa 0.2 kg/t

			Blanco				XILANASA 0.2 kg/t			
	Inicial	O	X	Do	E	D	X	Do	E	D
N° Permanganato	6.5	3.9	-	-	1.6	1.3	-	-	1.4	1.1
Blancura	40.58	47.22	-	58.5	71.8	81.3	50,40	61.7	73.02	83.13
Viscosidad	12.32	9.56				5.62				5.35

Fuente: Esta investigación.

El siguiente ensayo es idéntico al anterior excepto por la etapa final donde se ha reemplazado la etapa D por P con el fin de comparar la acción de estos dos agentes blanqueadores. En la Figura 18 se observa que el comportamiento de la blancura es similar al de la secuencia anterior en su etapa final, solo que ha generado unos valores más bajos en el grado de blancura.

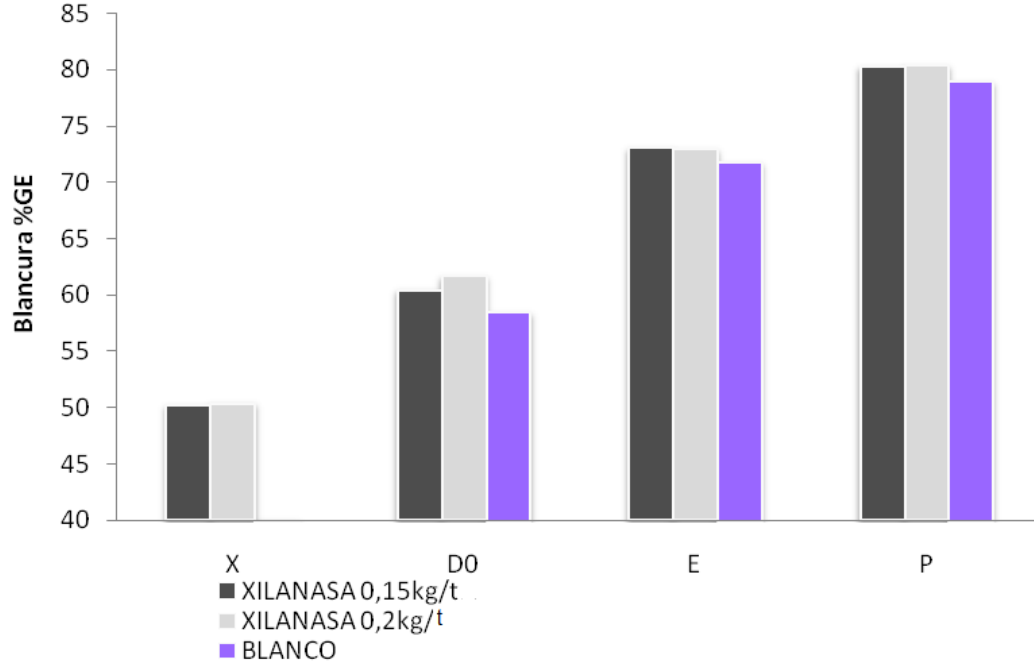


Figura 18. Influencia de diferente carga de xilanasa sobre la blancura con P como etapa final. Fuente: Esta investigación.

Las tablas 16 y 17 indican los valores de blancura alcanzados usando la como etapa final P, aquí se observa un incremento en el grado de blancura de 1.38 y 1.45 con respecto al blanco de control para las cargas de 0.15 y 0.2 kg/t respectivamente.

Tabla 16. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoEP – Dosis de xilanasa 0.15 kg/t

			Blanco				XILANASA 0.15 kg/t			
	Inicial	O	X	Do	E	P	X	Do	E	P
N° Permanganato	6.5	3.9	-	-	1.6	1.1	-	1.4	1.0	0.9
Blancura	40.58	47.22	-	58.5	71.8	79	50.26	60.5	73.12	80.38
Viscosidad	12.32	9.56				6.25				5.86

Fuente: Esta investigación.

Tabla 17. Resultados de secuencia de blanqueo OXDoEP – Dosis de xilanasa 0.2 kg/t

			Blanco				XILANASA 0.2 kg/t			
	Inicial	O	X	Do	E	P	X	Do	E	P
N°										
Permanganato	6.5	3.9	-	-	1.6	1.1	-	-	1.4	0.9
Blancura	40.58	47.22	-	58.5	71.8	79	50,40	61.7	73.02	80.45
Viscosidad	12.32	9.56				6.25				5.79

Fuente: Esta investigación.

Comparando los valores de blancura de las secuencias OXDoED y OXDoEP se encuentra que los valores mas altos se consiguieron con la primera secuencia, para sus valores mas altos alcanzados (xilanasa 0.2kg/t) la diferencia es de 2.68 unidades.

6.2 Secuencias TCF

6.2.1. Secuencia de blanqueo OQP0P

La secuencia de blanqueo OQP0P, corresponde a una secuencia libre de Cl₂, en este tipo de secuencias TCF incluye una etapa quelante (Q) cuya finalidad es secuestrar los metales pesados y de transición (Fe⁺⁺, Mn⁺) que actúan negativamente sobre el peróxido de hidrógeno activando su descomposición. Así el objetivo en la secuencia OQP0P es evaluar dos agentes quelantes que corresponden al DTPA (ácido dietilentetraaminopentaacético) y EDTA (ácido etilendiaminotetraacético), estos agentes son ampliamente conocidos en la industria papelera por su acción secuestrante. La carga aplicada en la etapa Q para el DTPA y EDTA corresponde a 4 kg/t, las condiciones operacionales de las etapas O, Po y P permanecen constantes para los dos tipos de ensayos realizados.

En la Figura 19, se presentan los resultados de la blancura usando el DTPA y EDTA, en esta se observa la evolución de la blancura a través de cada etapa de blanqueo llegando a un máximo de 72.52 °GE con la aplicación de EDTA. Ente

los dos tipos de agentes quelantes al final de la secuencia de blanqueo se reporta una diferencia en la blancura de 1.11, recalando la mayor acción del EDTA.

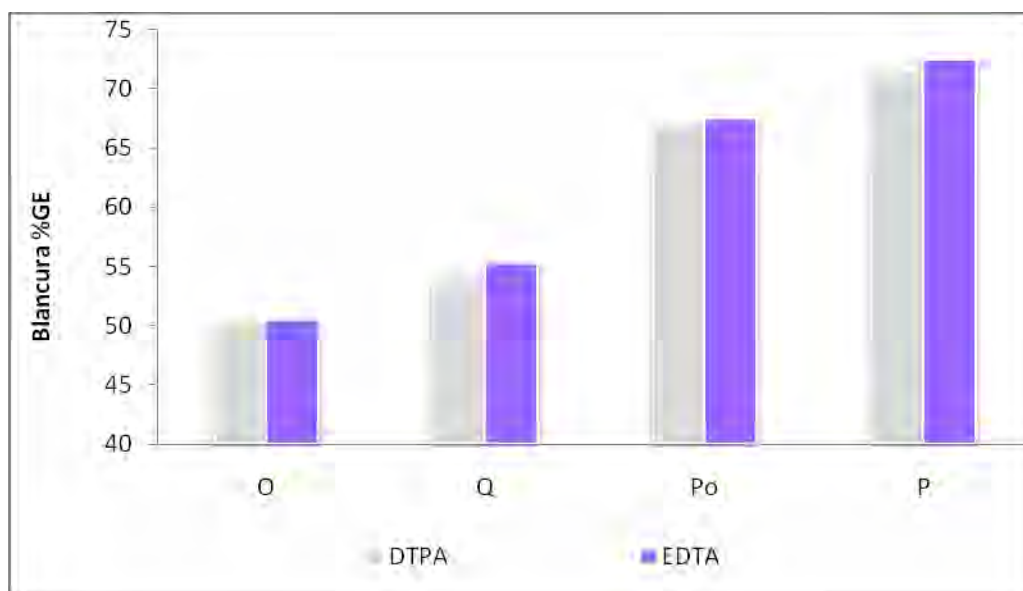


Figura 19. Evaluación de agentes quelantes en secuencias OQPoP. Fuente: Esta investigación.

La Tabla 18 presenta los valores de las variables obtenidos, respecto al numero del N° Permanganato se observa valores muy similares, esto se debe a que la acción quelante no actúa sobre la fibra como tal.

Tabla 18. Resultados secuencia de blanqueo OQPoP (Quelantes: DTPA y EDTA)

Variables	Inicial	O	DTPA , consistencia 10%			EDTA, consistencia 10%		
			Q	Po	P	Q	Po	P
N° Permanganato	5,7	3,2	3,0	1,6	0,7	3,1	1,6	0,8
Blancura	42,9	50,50	53,85	67,00	71,41	55,30	67,52	72,52
Viscosidad	11,15	8,14	-	-	6,22	-	-	6,19

Fuente: Esta investigación.

6.2.2. Secuencia de blanqueo OQ₁Q₂P₀P

La secuencia de blanqueo OQ₁Q₂P₀P incluye una doble etapa quelante, en ella se evalúa el efecto de una doble quelación con EDTA, para esto se realizan cuatro ensayos que corresponde a Q1 con una carga quelante de 8 y 12 kg/t y Q2 con cargas de 4 y 6 kg/t. Las propiedades iniciales de la pulpa sometida al blanqueo se presentan en la Tabla 19.

Tabla 19. Propiedades de la pulpa inicial

	Inicial	O
Nº Permanganato	6,2	4,9
Blancura	42,9	48,80
Viscosidad	15.59	12.54

Fuente: Esta investigación.

La Figura 20, presenta los resultados de la blancura correspondiente a Q1 equivalente a 8 kg/t y Q2 a 4 y 6 kg/t. Al finalizar la etapa Q2 se observa un mayor efecto en la blancura cuando se aplica una carga de EDTA de 6 kg/t, el incremento no es significativo y en contraste en las siguientes etapas del blanqueo se presenta una disminución en la blancura, observándose para la secuencia final (OQQP₀P) un mayor valor de blancura para una carga de 4 kg/t. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos con una etapa quelante en la secuencia OQP₀P, se puede afirmar que la inclusión de una nueva etapa quelante si incrementa la respuesta en la blancura. Desde la etapa O a la etapa final (P) de la secuencia de blanqueo TCF existe una diferencia de blancura de 22.02 puntos en la secuencia OQ(PO)P con una carga de EDTA correspondiente a 4 kg/ton, con la aplicación de una doble etapa quelante e incremento en la carga de EDTA (Q1= 8 kg/t, Q2= 4 kg/t) desde la etapa O a la etapa final se reporta una diferencia en la blancura de 30 puntos, siendo significativa la acción de la etapa quelante.

De acuerdo a los resultados de la Figura 18, se puede concluir que en la etapa Q2, el incremento de la carga quelante no genera un mayor efecto en la blancura, para próximos ensayos se sugiere disminuir el valor de la carga Q1 y verificar la influencia de diferentes cargas en la etapa Q2.

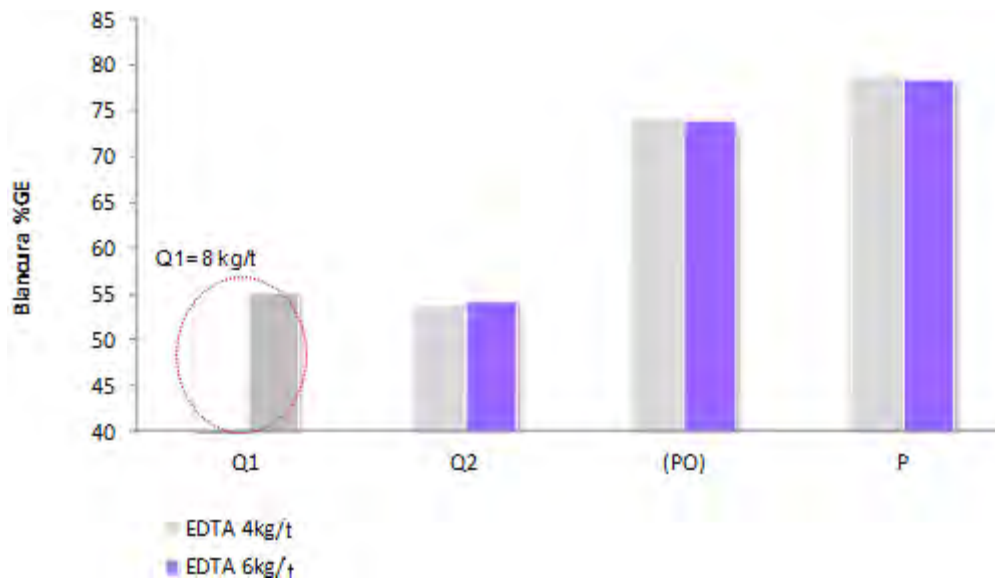


Figura 20. Efecto de una doble etapa quelante en la blancura. Q1= 8kg/t. Fuente: Esta investigación.

Comparando las Figuras 20 y 21, se puede observar que al incrementar la carga quelante en Q1 de 8 a 12 kg/t no se genera un incremento en la blancura al ya obtenido con Q1= 8 kg/t y Q2= 4 kg/ton, el máximo valor en blancura obtenido a las mencionadas condiciones al final de la secuencia de blanqueo corresponde a 78.80 °GE mientras que con Q1= 12 kg/t y Q2= 4 kg/t se genera una blancura de 76.92 °GE.

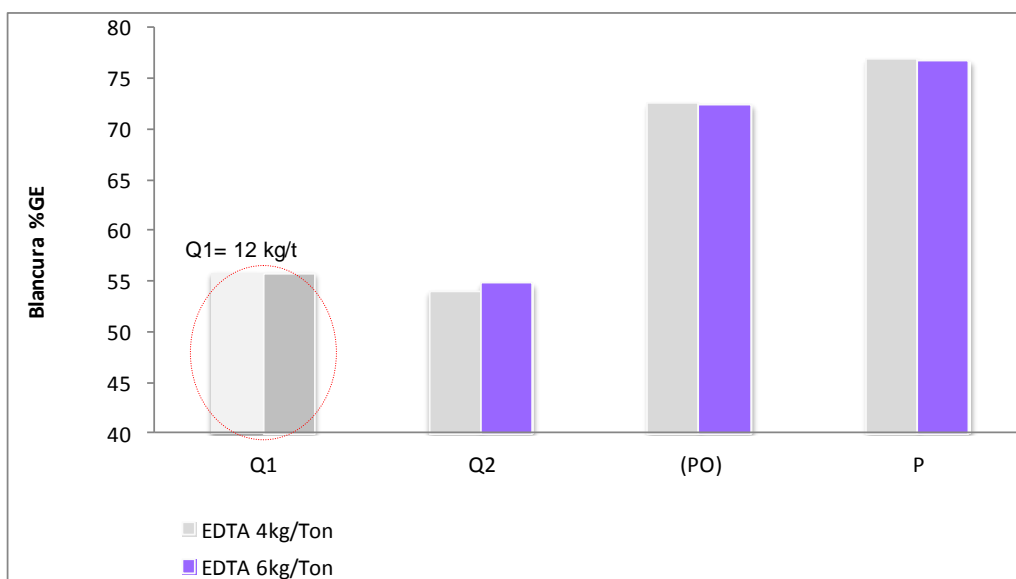


Figura 21. Influencia de diferente carga en Q2 en la blancura usando 12kg/t en Q1.
Fuente: Esta investigación.

Tabla 20. Resultados en la secuencia de blanqueo OQQPoP con 8kg/t en Q1.

			EDTA 8kg/t	EDTA 4kg/t			EDTA 6kg/t		
Secuencia	Inicial	O	Q1	Q2	(PO)	P	Q2	(PO)	P
N° Permanganato	6,2	4,9	4,7	4,6	2,4	2,2	4,6	2,5	2,2
Blancura	42,9	48,80	55,33	53,85	74,32	78,80	54,26	73,95	78,48
Viscosidad	15.59	12.54		-	-	8,22	-		8,52

Fuente: Esta investigación.

Se concluye que el ensayo al que se logra una mayor blancura es con 8kg/t en Q1 y con 4kg/t en Q2, es decir con los valores menores de carga química, esto es muy importante si tenemos en cuenta el valor comercial de estos reactivos.

Tabla 21. Resultados en la secuencia de blanqueo OQQPoP con 12kg/t en Q1.

			EDTA 12kg/t	EDTA 4kg/t			EDTA 6kg/t		
Secuencia	Inicial	O	Q1	Q2	(PO)	P	Q2	(PO)	P
N°									
Permanganato	6,2	4,9	4,3	4,2	2,1	1,9	4,2	2,1	1,9
Blancura		48,8	55,83	54,07	72,5	76,9	54,8	72,4	76,7
		42,9			0	8		2	7
Viscosidad	15,59	12,5 4		-	-	8,50	-	-	8,32

Fuente: Esta investigación.

Si se compara esta secuencia con la secuencia anterior se concluye que la doble quelación es muy efectiva ya que para la primera secuencia tenemos una diferencia de 25.02 grados de blancura entre la etapa O y P, en cambio la diferencia entre estas dos etapas usando doble quelación es de 30 grados de blancura.

6.2.3. Secuencia de blanqueo OOQ₁Q₂P₀P

Actualmente, los procesos modernos de blanqueo incluyen una pre-deslignificación con oxígeno simple (O). Las ventajas que generan una etapa con O₂ son conocidas, entre ellas se destaca una mayor selectividad y reducción en agentes de blanqueo. En algunas investigaciones se han evaluado la incorporación de una doble etapa con oxígeno (OO) con el objetivo de potenciar la deslignificación en las secuencias de blanqueo. Teniendo en cuenta estos antecedentes, en la secuencia OQ₁Q₂P₀P estudiada en el apartado anterior se incluye una pre-deslignificación con doble etapa O obteniéndose una secuencia OOQ₁Q₂P₀P. Cada etapa con oxígeno, se efectúa a idénticas condiciones; la etapa quelante se evalúa con EDTA con una carga equivalente a 1 kg/t en Q₁ y Q₂ respectivamente, y un ensayo adicional realizado con una carga de 1.5 y 0.5 kg/t en Q₁ y Q₂ respectivamente. En los ensayos propuestos, las etapas P₀ y P no presentan variación alguna en las condiciones de operación. La Figura 22, indica

la evolución de la blancura en $OOQ_1Q_2P_0P$ para las diferentes cargas de EDTA en Q_1 y Q_2 .

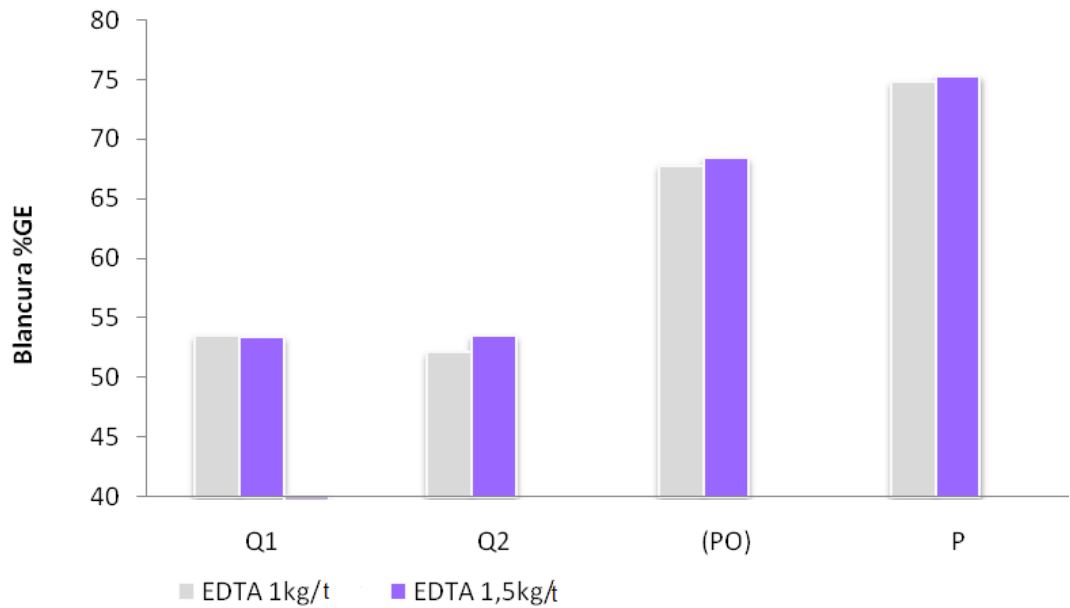


Figura 22. Influencia de diferente cargas en Q_1 Y Q_2 sobre blancura. Fuente: Esta investigación.

Al finalizar las secuencia $OOQ_1Q_2P_0P$, en la Figura 20 y Tabla 22, se visualiza claramente que entre los dos ensayos realizados no existe una diferencia marcada en la blancura, el máximo valor que se obtiene al finalizar la secuencia es de 75.21 °EG para una carga EDTA de 1.5 y 0.5 kg/t en Q_1 y Q_2 respectivamente. Los resultados obtenidos, permiten concluir que es más factible usar una mayor carga de quelante en Q_1 . Observando la diferencia de blancura entre (OO) y P se tiene un valor de 25.44 unidades, que si lo comparamos con las últimas dos secuencias anteriores es un valor muy aceptable ya que en las pruebas se ha disminuido la cantidad de quelante. En adición el efecto encontrado en la evolución de la blancura se vincula al doble preblanqueo con oxígeno, el descenso en el número permanganato en relación a la pulpa inicial indica una alta deslignificación.

Tabla 22. Resultados en la secuencia OOQQP₀P para las diferentes cargas de quelante.

			EDTA 1.0kg/t				EDTA 1.5kg/t			
	Inicial	(OO)	Q1	Q2	(PO)	P	Q1	Q2	(PO)	P
N°Permanganato	5,7	3,1	-	-	2,2	2,0	-	-	2,3	1,9
Blancura	41,6	49,77	53,48	52,06	67,75	74,72	53,38	53,45	68,36	75,21
Viscosidad	13.22		-	-	-	6.32		-	-	6.49

Fuente: Esta investigación.

6.2.4. Secuencia de blanqueo OOQ₁(Q₂ ó X)P₀P

En esta secuencia al igual que en la anterior se usa un doble preblanqueo y pretende comparar la acción blanqueadora de la xilanas frente a una etapa de quelación, para esto se realizan tres ensayos, dos con la enzima usando cargas de 0.15 y 0.2 kg/t y otro con una carga de quelante de 0.5 kg/t en la segunda etapa, las demás etapas se mantienen iguales para los tres ensayos en la secuencia de blanqueo.

En la figura 23 se puede observar que el comportamiento de la blancura es muy similar para los tres ensayos excepto por la segunda etapa donde se ha reemplazado la etapa X con Q₂, sin embargo después de este descenso la blancura alcanza los valores logrados con la etapa de xilanas.

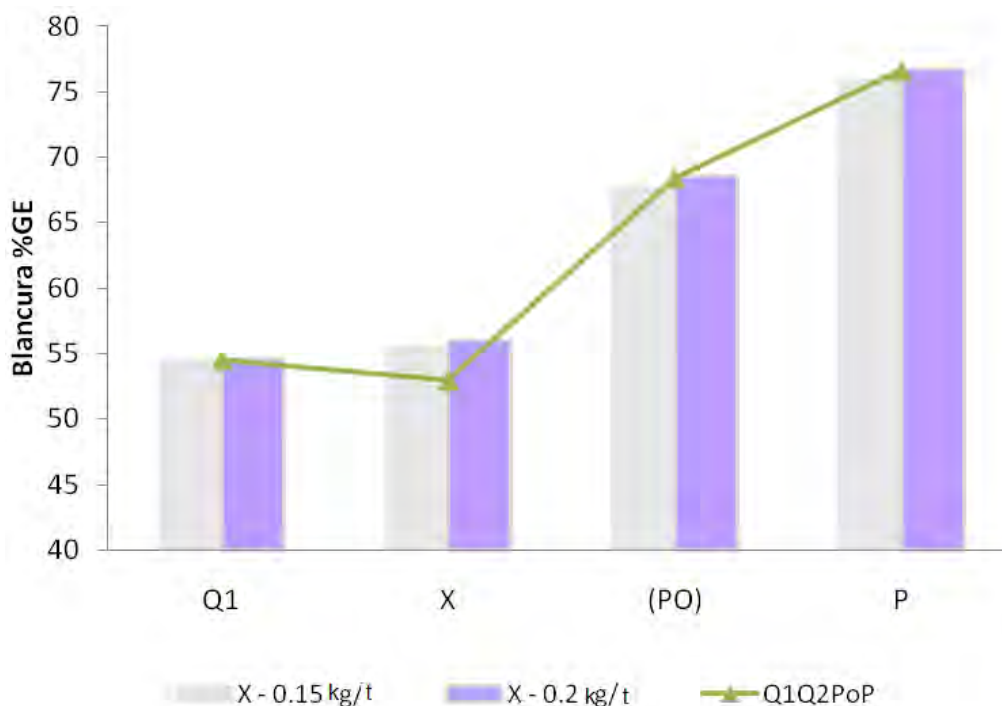


Figura 23. Comportamiento de la blancura al intercambiar una etapa Q2 por X.

Fuente: Esta investigación.

Los valores de las tablas 23 y 24 indican que en Q2 ocurrió un efecto negativo en la blancura con una diferencia de -1.62 respecto a la etapa Q1, este comportamiento también se observó en la secuencia anterior, sin embargo como lo estamos comparando frente a otra etapa aquí se comprueba que este descenso en la blancura no tiene relevancia pues posteriormente los valores de blancura son muy similares.

Tabla 23. Resultados en la secuencia usando 0.15kg/t y 0.2kg/t de xilanas.

			XYLANASA 0.15kg/t				XYLANASA 0.2kg/t			
	Inicial	(OO)	Q1	X	(PO)	P	Q1	X	(PO)	P
Nº Permanganato	5,7	3,1	-	-	2,1	1,9	-	-	2,1	1,9
Blancura	41,6	49,77	54.57	55.48	67,67	75.97	54.57	56.02	68,5	76.7
Viscosidad	13.22		-	-	-	6.21	-	-	-	6.32

Fuente: Esta investigación.

Tabla 24. Resultados en la secuencia usando 0.5 kg/t de quelante en Q2.

			EDTA 0.5kg/t			
	Inicial	(OO)	Q1	Q2	(PO)	P
N° Permanganato	5,7	3,1	-	-	1.9	1.7
Blancura	41,6	49,77	54.57	52.95	68.43	76.63
Viscosidad	13.22		-	-	-	6.83

Fuente: Esta investigación.

CONCLUSIONES

- ✓ . Para las secuencias ODEP 1 y 2 se concluye que los mejores resultados se alcanzan trabajando con una consistencia de 10%, también se observó que el valor de blancura es directamente proporcional a la carga usada.
- ✓ . De la secuencia OXDE(D ó P) se concluye que la xilanasa es efectiva en los procesos de deslignificación, su efecto se observa en los incrementos de la blancura, en cargas de xilanasa equivalentes a 0.15 y 0.2 kg/t.
- ✓ . En la secuencia OQPoP se encontró que los mejores resultados de blancura se obtienen con EDTA , este resultado indica que el agente quelante es importante ser incorporado en las secuencias de blanqueo.
- ✓ . Comparando los valores de blancura de la secuencia OQPoP con los de la secuencia OQ₁Q₂PoP se comprueba que la adición de otra etapa quelante incrementa el grado de blancura, para este ensayo también se concluye que se obtienen mejores resultados usando las menores cargas de agente quelante.
- ✓ . Las secuencias ECF reportan menores resultados en viscosidad en relación a las secuencias TCF, estos resultados se vinculan al uso de dióxido de cloro cuyo agente degrada la celulosa.

BIBLIOGRAFIA

- Aieta, E.M., and Roberts, P.V. Application of mass-transfer theory to the kinetics of a fast gas-liquid reaction: chlorine hydrolysis, *Environ. Sci. Technol.* (1986). 20. P .44-50.
- Boerjan, W., Ralph, J. y Baucher, M. Lignin biosynthesis. *Annual Review of Plant Biology*, (2003) p. 519-546
- Collier, J. R., Collier, B. J., Thames, J. L., and Elsunni, M. M. Production and Evaluation of Sugar Cane Geotextiles. Report submitted to Louisiana Transportation Research Center, Baton Rouge, Louisiana. (1995) p. 8-9
- Coppen, J.J. W. Xylem resin composition and chemotaxonomy of three varieties of *Pinus caribaea*. *Phytochemistry*. (1993). 33, p. 1103-1109.
- Fengel, D y Wegener, G. *Wood. Chemistry, ultraestructure and reactions*. Walter de Gruyter. Berlin/NewYork. (1984) p. 55-58
- Fiechter A. Pentosan and lignin. *Advanced Biochemistry, Engineering and Biotechnology*. (1983) p. 7-15
- Garces, R. Martinez, S. Estudio del poder calorífico del bagazo de caña de azúcar en la industria azucarera de la zona de Risaralda. Universidad tecnológica. Pereira (2007) p. 12-15
- Geplacea/PNUD. Atlas del bagazo de la caña de azucar. Mexico. (1990). P. 42-45
- Gierer, J. Reitberger, T. Yang, E. Yoon, B. Formation and involvement of radicals in oxygen delignification studied by the autoxidation of lignin and carbohydrate model compound. *J. wood chemistry and technology*. (2001). 21(4): p. 313-341.
- Johansson, E. Ljunggren S. The kinetics of lignin reactions during oxygen bleaching, Part. 4. The reactivities of different lignin model compounds and the influence of metal ions on the rate of degradation. *J. wood chemistry and technology*, (1994). 14(4):p. 507-525.
- Lachenal, D. and C. Chirat,. Improvement of ClO₂ delignification in ECF bleaching. *International Pulp Bleaching Conference*, (2000) pp: 159-162.
- Lin, S. Y. y Dence, C. W. *Methods in lignin chemistry*. Springer-Verlag, Berlin. (1992) p. 10-14
- Lucian A. Lucia and Rachel S. Smereck. Effect of lignin content and magnesium-tomanganese ratio on the selectivity of oxygen delignification in softwood kraft pulp. Institute of Paper Science and Technology, Georgia Institute of Technology,

500, 10th St., NW, Atlanta, Georgia 30318-5794, *Pure Appl. Chem.*, (2001) Vol. 73, No. 12, p. 2059–2065

McDonough, T.J. The technology of chemical pulp bleaching. Oxygen delignification. TAPPI press, Atlanta, GA, U.S.A. (1996). P. 213-239.

Montero, L. Melo, R. Zaror, C. estudio cinético de la reacción entre el peróxido de hidrógeno con lignina de klason. Dpto de Ing Química. Laboratorio de Productos Forestales. Universidad de Concepción (2010) p. 8-12

Nimz, H. Beech lignin- Proposal of a constitutional scheme. *Angew. Chem. Int. Edit* (1974). 13: p. 313-321

Reeve, D.W. Bleaching Technology. En *Pulp and Paper Manufacture*. Vol. 5. Alkaline Pulping. Joint textbook Committee of the Paper Industry, Atlanta-Montreal.(1989) p. 13-18

Tatsumi, K. Murayama, N. Terashima. TAPPI Int. Oxygen Delignification Conf. Proc. San Diego. (1987). P. 99–104

Wenzel H.F.J. *The Chemical Technology of Wood*. Academic Press. New York-London. (1970) p. 101-139

Zhu, S; Tomberlin, D; Buongiorno, Global forest products consumption, production, trade and prices: Global Forest Products Model Projections to 2010. *Global Forest Product Outlook Study Working Paper No.: GFPOS/WP/01 J.* (1998) p. 30-35

<http://www.reciclapapel.org/htm/info/tecnica/ciclo/fibrasv.htm> (Consultado 20 Febrero 2012)

Anexo A

PROPAL S.A	DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD DE LA PULPA	Nº: 992040307 Fecha de autorización: Agosto de 2005 Fecha de revisión: Agosto de 2005 Página número: 1 de 5
Elaborada por SILVIA RENDÓN /Técnica de Proceso EDGAR BANGUERO/Técnico de Proceso	Revisada por: ANIBAL TABARES/Prof. en Pulpeo y Blanqueo	Aprobada por: JUAN CARLOS SADOVNIK Gte. Tecnología de Procesos Manufacturas Primarias

1. OBJETIVO:

El objetivo de este procedimiento es describir la metodología para determinar la viscosidad en una muestra de pulpa usando 0.5 m cupriletildiamina como solvente y un viscosímetro capilar Cannon-Fenske.

La medida de la viscosidad es una suspensión de pulpa, indica el grado de polimerización de la celulosa; en consecuencia esta prueba da una indicación de la degradación (disminución del peso molecular de la celulosa) resultante del pulpeo y/o proceso de blanqueo.

2. ALCANCE:

La presente norma cubre los laboratorios de blanqueo tanto en Planta 1 como en Planta 2.

3. EQUIPOS/REACTIVOS/SEGURIDAD:

3.1 EQUIPO:

3.1.1 Viscosímetro tipo capilar Cannon-Fenske con un tamaño de acuerdo al rango de viscosidad esperada, según la siguiente tabla:

Viscosímetro No.	Viscosidad Cos.
50	0.8-3.2
100	3-19
150	7-27
200	19-27
300	48-90

3.1.2 Balanza de precisión 0.1

3.1.3 Cronómetro.

3.1.4 Bureta de 25 mL.

3.1.5 Embudo duchner.

3.1.6 Termómetro.

3.1.7 Tubo de vidrio de 19 mm de diámetro interior y 15mm de altura.

3.1.8 Desintegrador t-line con varilla de cobre de 3.2 mm de diámetro.

3.2 REACTIVOS:

3.2.1 Solución de cuprietilendiamina 1.0 ± 0.02 M.

3.2.2 Agua desmineralizada.

3.3 SEGURIDAD:

3.3.1 Durante la toma de la muestra y el desarrollo del análisis utilizar los implementos de seguridad adecuados:

3.3.1.1 Use pera de succión para la cuprietilendiamina ya que esta es altamente nociva.

3.3.1.2 Gafas de seguridad.

- 3.3.1.3 Guantes de caucho.
- 3.3.1.4 Casco.
- 3.3.1.5 Botas de seguridad.
- 3.3.1.6 Tapones para oídos, en los desplazamientos a los sitios de muestreo.

4. PLAN DE MUESTREO/PROCEDIMIENTO/INSTRUCCIÓN:

4.1 PLAN DE MUESTREO:

- 4.1.1 La muestra se debe tomar en el toma muestra de pulpa blanca que va hacia los tanques de almacenamiento.

4.2 PROCEDIMIENTO:

- 4.2.1 Obtener una muestra homogénea de pulpa y elaborar con ella una galleta lo mas delgada posible.
- 4.2.2 Secar la galleta.
- 4.2.3 Pesar 0.125 gr. de pulpa seca, rasgarla en trozos pequeños.
- 4.2.4 Depositarla en un tubo metálico o de vidrio y adicionarle 12.5 mL de agua desmineralizada y agitar durante 10 min. o hasta que la pulpa este completamente desintegrada.
- 4.2.5 Adicionar 12.5 mL de cuprietilendiamina y llevar nuevamente al desintegrador durante 2 min.
- 4.2.6 Llenar el viscosímetro por inmersión de su brazo diámetro más pequeño en la solución.
- 4.2.7 Arrastrar el líquido hasta la segunda marca utilizando peso de función en el otro extremo del viscosímetro.
- 4.2.8 Remover el brazo de la solución y retorne el viscosímetro a su posición vertical.

- 4.2.9 Colocar el viscosímetro en un baño a temperatura constante y dejarlo por 5 min.
- 4.2.10 Con la pera de succión elevar la solución hasta 1cm. más arriba de la marca.
- 4.2.11 Permitir que la solución drene.
- 4.2.12 Medir con el cronometro el tiempo que tarda en fluir el líquido desde el menisco superior al inferior.
- 4.2.13 Reportar el tiempo de flujo, en segundos.

5. REPORTE/CÁLCULO DE RESULTADOS:

5.1 CÁLCULO DE RESULTADOS:

La viscosidad de la pulpa se calcula con la siguiente fórmula:

$$V_{(Cp)} = T * C * D * F$$

Donde:

V = Viscosidad
C = Constante del viscosímetro
T = Tiempo de flujo (segundos)
D = Densidad de la pulpa (1.052)
F = Factor por temperatura

5.2 Nota:

- 5.2.1 La pulpa debe estar completamente desintegrada antes de añadir la cuprietilendiamina.
- 5.2.2 Se debe controlar que la temperatura del baño sea 25 °C.
- 5.2.3 El viscosímetro debe estar muy limpio, pues cualquier suciedad puede

cambiar el resultado.

- 5.2.4 El viscosímetro debe ser lavado por lo menos una vez al día con una dilución de ácido clorhídrico para limpiar completamente sus paredes internas.
- 5.2.5 Cada que se vaya a hacer una viscosidad revisar que el viscosímetro este completamente seco por dentro, ya que cualquier gota de agua modificaría la consistencia de la muestra, lo que acarrea a resultados erróneos.

MANEJO DEL VISCOSIMETRO CAPILAR CANNON-FENSKE **TAMAÑO 100 O 200**

1. Limpiar el viscosímetro con solvente suave (Ej.: Solvente 1125) y pasando aire a través del instrumento para remover solvente atrapado. Periódicamente remover depósitos orgánicos con solución sulfocrómica.
2. Para cargar la muestra en el viscosímetro invertir el instrumento y aplicar succión al tubo, luego invertir con un movimiento rápido el instrumento a su posición vertical normal.
3. Colocar el viscosímetro en un baño de agua de 25 °C y déjelo acondicionar por 5 min.
4. Medir con un cronómetro digital el tiempo que el menisco pasa por la marca del primer menisco, hasta la marca del segundo menisco.

TABLA DE TEMPERATURA PARA VISCOSIDAD

° C	FACTOR
20	0.879
21	0.903
22	0.927
23	0.951
24	0.975
25	0
26	1.025
27	1.051
28	1.077
29	1.103
30	1.129
31	1.155
32	1.181

Nota 1: Si la temperatura es 25°C no se registra el valor en la fórmula.

<p align="center">PROPAL S.A</p>	<p align="center">DETERMINACIÓN DEL FACTOR DE NÚMERO DE PERMANGANATO 0.1 N</p>	<p>Nº: 992040101</p> <p>Fecha de autorización: Agosto de 2005</p> <p>Fecha de revisión: Agosto de 2005</p> <p>Página número: 1 de 3</p>
<p>Elaborada por</p> <p>SILVIA RENDÓN /Tecn. de Procesos</p> <p>EDGAR BANGUERO/Tecn. de Procesos</p>	<p>Revisada por:</p> <p>ANIBAL TABARES/Prof. en Pulpeo y Blanqueo</p>	<p>Aprobada por:</p> <p>JUAN CARLOS SADOVNIK Gte. Tecnología en Procesos Manufacturas Primarias</p>

3. OBJETIVO:

Establecer el procedimiento empleado para la determinación del factor del número de permanganato.

4. ALCANCE:

La presente norma cubre los laboratorios de digestores tanto en Planta 1 como en Planta 2.

3. EQUIPOS/REACTIVOS/SEGURIDAD:

3.1 EQUIPOS:

3.1.1 Pipetas volumétricas de 25 mL.

3.1.2 Pipeta graduada de 5y10 mL.

3.1.3 2 Erlenmeyer de 250 mL.

3.1.4 2 Bureta automática de 50 mL.

3.1.5 Plancha (horno microondas).

3.2 REACTIVOS:

3.2.1 Ácido Sulfúrico concentrado.

3.2.2 Solucion de KMnO_4 0.1 N

3.2.3 Solucion de Sulfato Ferroso Amoniacal 0.1 N

3.2.4 Solucion de Oxalato de Sodio 0.1 N

3.2.5 Agua desmineralizada.

3.3 SEGURIDAD:

3.3.1 Durante la toma de la muestra y el desarrollo del análisis utilizar los implementos de seguridad adecuados:

3.3.1.1 Gafas de seguridad

3.3.1.2 Guantes de caucho.

3.3.1.3 Casco.

3.3.1.4 Botas de seguridad.

3.3.1.5 Tapones para oídos, en los desplazamientos a los sitios de muestreo.

3.3.1.6 Usar guantes térmicos, careta, y pinzas largas para manejo de objetos calientes.

4. PLAN DE MUESTREO/PROCEDIMIENTO/INSTRUCCIÓN:

4.1 PROCEDIMIENTO:

- 4.1.1 Lavar bien las pipetas y el erlenmeyer con agua desmineralizada. Medir con pipeta volumétrica 25 mL exactos de Oxalato de Sodio en el erlenmeyer, mida 2 mL de Ácido Sulfúrico concentrado y calentar bien la solución evitando ebullición fuerte.
- 4.1.2 Cargar la bureta automática con Solución de KMnO_4 0.1 N y titular la solución en caliente de oxalato de Sodio 0.1 N hasta que aparezca una coloración violeta pálida que persista por unos segundos. Nombrar **A** a la lectura de la bureta.
- 4.1.3 Medir con bureta volumétrica 25 mL exactos de Sulfato Ferroso Amoniacal y deposítelos en el erlenmeyer, previamente lavado con agua desmineralizada. Cargue la bureta automática con la solución de Permanganato de Potasio y titule el sulfato ferroso hasta coloración violeta pálida. Nombrar **B** a la lectura de la bureta.

5. REPORTE/CÁLCULO DE RESULTADOS:

5.1 CÁLCULO DE RESULTADOS:

$$\text{Normalidad del } \text{KMnO}_4 = \frac{2.5}{A}$$

$$\text{Normalidad del Sulfato Ferroso} = \frac{\text{Normalidad del } \text{KMnO}_4 * B}{25}$$

$$\text{Factor} = (\text{Normalidad de } \text{KMnO}_4 - \text{Normalidad del Sulfato}) * 250$$

El número KMnO_4 verdadero será igual a:

$$\text{mL de } \text{KMnO}_4 * \text{Normalidad de } \text{KMnO}_4 * 10 \pm \text{Factor}$$

<p style="text-align: center;">PROPAL S.A</p>	<p style="text-align: center;">DESARROLLO DE BLANQUEO EXPERIMENTAL DE PULPA CAFÉ DE BAGAZO A ESCALA DE LABORATORIO</p>	<p>Nº: 992040813</p> <p>Fecha de autorización: Abril de 2006</p> <p>Fecha de revisión: Abril de 2006</p> <p>Página número: 1 de 10</p>
<p>Elaborada por:</p> <p>SILVIA RENDÓN/Técnica de Proceso</p> <p>EDGAR BANGUERO/Técnico de Proceso</p>	<p>Revisada por:</p> <p>ANIBAL TABARES/Prof. en Pulpeo y Blanqueo</p>	<p>Aprobada por:</p> <p>JUAN CARLOS SADOVNIK Gte. Tecnología de Procesos Manufacturas Primarias</p>

1. OBJETIVO.

Este procedimiento tiene por objeto realizar los blanqueos de bagazo y otras fibras a escala de laboratorio.

2. ALCANCE.

La metodología de este procedimiento, aplica para los blanqueos realizados en los laboratorios de Planta 1 y Planta 2.

3. EQUIPOS.

3.1 Baño maria de 0 a 100 °C.

- 3.2 4 bolsas plásticas de alta densidad de capacidad 3 l aproximadamente.
- 3.3 Probeta plástica de 1 litro.
- 3.4 Cronometro digital.
- 3.5 1 frasco plástico de boca ancha con tapa de 1 l.
- 3.6 3 frascos plásticos de boca ancha con tapa de 250 ml.
- 3.7 Balanza analítica con capacidad para 1000 g.
- 3.8 1 Pipeta graduada de 10 ml.
- 3.9 1 Probeta graduada de 100 ml.
- 3.10 1 Pera de succión.
- 3.11 4 Bandas de caucho.
- 3.12 4 Frascos plásticos **de boca ancha con tapa** de 100 ml.
- 3.13 Papel filtro cualitativo 12.5 cm. de diámetro
- 3.14 Equipo completo de filtración al vacío para filtros de 12,5 cm
- 3.15 Prensa neumática L& Sheet Press marca Lorentzen & Wettre
- 3.16 Centrifuga
- 3.17 Discos de acero inoxidable
- 3.18 Equipo medidor de blancura modelo Technidyne S4 –BL
- 3.19 **pH-metro**
- 3.20 **1 cedazo plástico.**
- 3.21 **Bandas de caucho**

4. REACTIVOS.

- 4.1 Dióxido de cloro **líquido**.
- 4.2 Agua desmineralizada.
- 4.3 Tiosulfato de sodio 0.0142 N.
- 4.4 Ácido sulfúrico 0.033 N.
- 4.5 KMnO_4 0.1 N.
- 4.6 Sulfato Ferroso amoniacal 0.1 N.
- 4.7 Ácido sulfúrico 0.28 N.
- 4.8 Yoduro de potasio al 10 % w/w
- 4.9 Ácido acético al 10 % w/w
- 4.10 Fenolftaleína.
- 4.11 Filtrados de la lavadora de cloro, cáustica, hipoclorito y peróxido.
- 4.12 Cuprietilendiamina.
- 4.13 Hidróxido de sodio al 7.0% w/w (NaOH)
- 4.14 Peróxido de hidrogeno al 3.0 % w/w (H_2O_2)
- 4.15 Hipoclorito de sodio **de concentración 21 – 23 g/l como cloro activo** (NaClO).
- 4.16 **Solución de** ácido sulfámico, $\text{H}_2\text{NSO}_2\text{OH}$

5. **SEGURIDAD.**

- 5.1.1 Durante la toma de la muestra y la determinación de las concentraciones de los reactivos, desarrollo del blanqueo experimental y pruebas de evaluación a la pulpa blanqueada, utilizar los implementos de seguridad adecuados:
- 5.1.2 Monogafas de ventilación indirecta, mascarilla de protección contra cloro, guantes solvex, Gafas de seguridad, Casco, botas, tapones para oídos, en

los desplazamientos a los sitios de muestreo, consultar al medico en caso de cualquier accidente o incidente.

- 5.1.3 Se debe manejar los reactivos con extrema precaución y de ser posible en campana extractora, pues presentan características irritantes, cáusticas, ácidas y tóxicas.
- 5.1.4 En caso de inhalación de vapores de cloro se debe respirar aire fresco lo mas pronto posible y consultar de inmediato al medico.
- 5.1.5 En caso de contacto con cualquiera de los reactivos, lavar la parte afectada con abundante agua durante 15 minutos, como mínimo.
- 5.1.6 Evitar al máximo entrar en contacto con la CUPRIETILENDIAMINA, pues es un reactivo altamente tóxico. En caso de ser tragado este reactivo, se debe tomar agua para diluir pero no inducir el vomito. Consultar al medico cualquier incidente.

6. MUESTREO.

6.1. Muestreo de la pulpa café de bagazo.

Usualmente se realiza tomando **una** muestra de pulpa de bagazo, saliendo de los deckers (tanque 150 ton planta 1) y entrando al TK 2210 (planta 2), calculando aproximadamente 100 g de muestra seca, para cada blanqueo.

6.2. Muestreo de reactivos.

El muestreo del dióxido de cloro, soda, hipoclorito y el peróxido, siempre se realizaran tomando las muestras del flujo que alimentan al proceso.

A los reactivos muestreados para uso del ensayo se les debe efectuar las siguientes determinaciones **inmediatamente antes de su uso de acuerdo a los procedimientos vigentes:**

Concentración de cloro (g /l de Cl_2 activo).

Concentración de la soda (g /l de NaOH).

Concentración del peróxido de hidrogeno (g /l de H_2O_2).

Estas concentraciones serán usadas posteriormente para el cálculo de las dosificaciones de reactivos a la pulpa evaluada en cada etapa.

7. MUESTRA INICIAL

Para dosificar los reactivos en cada etapa de blanqueo experimental se debe tener presente el peso seco de la muestra en la etapa a blanquear, esto se debe a que el peso inicial de muestra son 100 gramos secos, pero en cada etapa se retira muestra para las diferentes pruebas.

La muestra colectada de los esperadores Planta 2 o tanque de 150 ton en Planta 1, debe ser caracterizada para conocer sus condiciones iniciales. Las pruebas de caracterización **deben ser efectuadas de acuerdo a los procedimientos vigentes y son:**

7.1. Consistencia.

7.2. Número de permanganato.

7.3. pH.

7.4. Blancura.

7.5. Viscosidad.

7.6. **Una vez caracterizada** la muestra debe ser lavada con abundante agua hasta llevarla a pH entre 7 y/o 8 unidades y continuar con el ensayo.

8. PROCEDIMIENTO

8.1 Preparación de la muestra (para consistencia)

8.1.1 Tomar una cantidad de pulpa adecuada (**30 g secos como mínimo requeridos por cada etapa**) para cada etapa y lavarla con agua industrial para remover los filtrados usando el cedazo.

8.1.2 Exprimir la pulpa hasta formar una pasta con alta consistencia, **para remover la mayor cantidad posible de filtrados.**

8.1.3 Homogenizar la muestra de bagazo.

8.1.4 **Calcular con la siguiente expresión** la cantidad de pulpa húmeda equivalente al peso **de pulpa seca** requerida para iniciar el blanqueo de cada etapa de acuerdo con la siguiente expresión:

$$A = \frac{W}{C}$$

Donde A: Peso de la pulpa húmeda a pesar (g).

C: % consistencia de la pulpa (w/v).

W: peso de la pulpa seca requerida (g)

8.2 Cálculo para la aplicación de químicos.

8.2.1 Valorar o titular cada uno de los reactivos químicos utilizados para cada etapa de blanqueo, de acuerdo con los procedimientos de análisis establecidos para tal fin.

8.2.2 **Determinar la cantidad de reactivo a adicionar a la pulpa a blanquear, según la etapa a realizar, de acuerdo a lo reportado y/o requerido en el Anexo I.**

8.2.3. Calcular el volumen (ml) de reactivo a aplicar, mediante la siguiente expresión:

$$V = \frac{A \times B}{C}$$

Donde A = **Peso pulpa seca (g).**

B = **Carga del reactivo (kg/ton pulpa seca)**

C = **Concentración del reactivo (g/l).**

V = **Volumen del reactivo en solución a adicionar (ml).**

8.3 Agua de reposición

8.3.1 **Determinar la consistencia de la pulpa a blanquear, según la etapa a realizar, de acuerdo a lo reportado y/o requerido en el Anexo I.**

8.3.2 **Calcular el agua a adicionar (agua de reposición) para ajustar la consistencia según la etapa de blanqueo a realizar, usando la siguiente expresión:**

$$R = \frac{100}{C} \times W - \sum V_{RX}$$

donde: R: **agua de reposición (ml)**

C: **consistencia de la pulpa según la etapa de blanqueo (% w/w o % w/v)**

V_{RX}: **volumen de los reactivos necesarios según cada etapa de blanqueo (ml)**

W: **peso de la pulpa seca requerida en la etapa de blanqueo (g)**

8.4 Blanqueo de la pulpa en cada etapa.

8.4.1 **Determinar el peso de pulpa húmeda de la pasta lavada equivalente al peso de la pulpa necesaria por cada etapa según lo definido en el Anexo I.**

8.4.2 **Identificar los reactivos necesarios a usar en cada etapa y medir el volumen requerido de estos.**

8.4.3 **Determinar el volumen de agua de reposición necesario para cada etapa (ítem 8.3.2).**

8.4.4 **Adicionar el agua de reposición a la pulpa húmeda y homogenizar.**

- 8.4.5 **Adicionar los reactivos a la mezcla anterior, de acuerdo al orden establecido para cada etapa (ver Anexo I).**
- 8.4.6 **Medir pH de los filtrados de la mezcla (pH inicial de reacción).**
- 8.4.7 **Cerrar herméticamente la bolsa usando las bandas de caucho.**

9 REPORTE/ CÁLCULOS DE RESULTADOS:

- 9.1 **Reportar todos los resultados y condiciones del blanqueo experimental en la planilla del anexo.**

10. REFERENCIAS/REGISTROS/FORMATOS:

REFERENCIAS NORMATIVAS:

CONFERENCIA SOBRE BLANQUEO DE PULPA DE BAGAZO
"GENERALIDADES QUÍMICAS".

PLANILLA PARA BLANQUEOS DE PULPA EXPERIMENTAL.

**PROCEDIMIENTOS DE ANALISIS. MANEJO DOCUMENTAL
SHAREPOINT - PROPAL**

Anexo B

PROPAL S.A	PREBLANQUEO CON OXIGENO DE PULPA EN DIGESTOR EXPERIMENTAL	Nº: 992040812 Fecha de autorización: Mayo de 2006 Fecha de revisión: Mayo de 2006
Elaborada por: SILVIA RENDÓN/Técnica de Proceso EDGAR BANGUERO/Técnico de Proceso	Revisada por: ANIBAL TABARES/Prof. en Pulpeo y Blanqueo	Aprobada por: JUAN CARLOS SADOVNIK Gte. Tecnología de Procesos Manufacturas Primarias

1. OBJETIVO:

Establecer el procedimiento para el preblanqueo con oxígeno de pulpa en el digestor experimental de fibras de bagazo y otras fibras vegetales a escala de laboratorio.

2. ALCANCE:

Aplica en el laboratorio central de tecnología de procesos en la planta No 1 de Propal S.A.

3. DEFINICIONES:

3.1 Preblanqueo con Oxígeno a nivel experimental: procedimiento realizado a escala de laboratorio en 3 reactores experimentales (autoclaves), bajo condiciones controladas de temperatura y tiempo de reacción; para obtener pulpa deslignificada a partir de fibras vegetales y/o recicladas.

4. EQUIPOS/REACTIVOS/SEGURIDAD:

4.1 EQUIPOS:

- 4.1.1 Reactor experimental discontinuo con mecanismo de rotación/traslación y equipado con manómetro para presión máx. de 300 psi.
- 4.1.2 Dispositivo para descarga.
- 4.1.3 2 llaves mixtas de 1 ¼" o en su defecto de boca fija.
- 4.1.4 1 llave Peston.
- 4.1.5 1 llave mixta de ¾" o en su defecto de boca fija.
- 4.1.6 1 Atornillador.
- 4.1.7 Palanca metálica o madera de 2 m de longitud, para accionamiento de la válvula de descargue.
- 4.1.8 Probeta plástica de 1000ml.
- 4.1.9 Cronómetro digital.
- 4.1.10 Recipiente plástico (platón) de 20 galones de boca ancha.
- 4.1.11 Recipiente plástico de 1 galón con tapa.
- 4.1.12 Bolsas plásticas.
- 4.1.13 Balanza analítica con capacidad de 3000 - 6000g con precisión de 1g.
- 4.1.14 Tamiz de malla metálica mesh 325, y medidas de 0.6m x 0.6m x 0.15m.

4.2 REACTIVOS:

- 4.2.1 Oxígeno.
- 4.2.2 Agua industrial.
- 4.2.3 Hidróxido de Sodio.
- 4.2.4 Material vegetal húmedo

4.3 SEGURIDAD:

- 4.3.1 Durante la realización de los cocimientos, el operario deberá utilizar los implementos de seguridad adecuados:
 - 4.3.1 Botas de caucho.
 - 4.3.2 Monogafas de ventilación indirecta.
 - 4.3.3 Careta de protección facial.
 - 4.3.4 Guantes de cuero.

- 4.3.5 Guantes solvex.
- 4.3.6 Traje plástico completo para químicos (chaqueta y pantalón).
- 4.3.7 Protección auditiva.

5. PLAN DE MUESTREO/PROCEDIMIENTO

5.1 PLAN DE MUESTREO

5.1.1 Muestreo de fibra

5.1.1.1 En el caso de fibra de bagazo, usualmente se utiliza fibra de las mismas características que la fibra para la cocción en digestores. Por seguridad, esta debe ser tomada en el lugar de acopio y no de un transportador.

5.1.1.2 Precaución: Nunca tomar la fibra de bagazo de los transportadores.

5.2 PROCEDIMIENTO:

5.2.1 Variables a determinar en la muestra de material vegetal a cocinar.

Las variables a determinar son las siguientes:

5.2.1.1 Peso de fibra seca (W_{SEC}): Depende de la capacidad del digestor y es expresada en gramos (g).

5.2.1.2 Carga química de Álcali: Es la cantidad de NaOH expresada en unidades de Kg de NaOH por Tonelada de pulpa. Su cantidad depende de la cantidad de materia seca

5.2.1.3 Peso de material vegetal húmedo (W_{HUM}): Es el peso (g) de material vegetal con una humedad determinada (H_{MAT}), que es equivalente al peso de fibra seca que se quiere cocinar (W_{SEC}) y está definida por la siguiente expresión:

$$W_{HUM} = \frac{W_{SEC} \times 100}{100 - H_{MAT}}$$

5.2.2.2 Carga de álcali activo de soda para la cocción (Q): Para cocimientos experimentales realizados en PROPAL S.A., se debe cumplir con una carga de álcali activo de **Q (% w/w)**, es decir Q gNa₂O/100 g fibra seca.

Su cantidad por cocimiento depende de la cantidad de materia seca (W_{SEC}) a cocinar y esta definida por la siguiente expresión:

$$W_{NaOH} = 0.0129 \times Q \times W_{SEC}$$

- 5.2.2.4 Volumen de agua (V_{FAL}): Es la cantidad de agua (ml) necesaria para completar La consistencia necesaria.
- 5.2.2 Homogenizar la solución cáustica con la fibra lo mas rápido posible para evitar pérdidas significativas de humedad.
- 5.2.3 Precalentar el aceite térmico del digestor. se ajusta en el tablero de control la temperatura del digestor, y se prenden las resistencias.
- 5.2.4 Verificar que las autoclaves estén completamente limpias y secas para evitar contaminación de la pulpa y del aceite de calentamiento.
- 5.2.5 Introducir la mezcla homogenizada de reactivos y fibra cuidadosamente en el interior de la autoclave.
- 5.2.6 Tapar la autoclave, apretando siempre los tornillos en “X” con la ayuda del rache o en su defecto la llave de boca fija.
- 5.2.7 Inyectar el oxígeno desde el tanque Hasta una determinada presión requerida.
- 5.2.8 Repetir los pasos para cada autoclave que se va a utilizar.
- 5.2.9 Cada autoclave tiene un número que corresponde a su ubicación en el eje de rotación del digestor. Una vez listas las autoclaves y asegurándose que el aceite térmico ha alcanzado la temperatura de precalentamiento, montar en el eje de rotación, cerciorando que no haya un falso ajuste, ubicando primero los autoclaves con numeración impar y posteriormente las faltantes.
- 5.2.10 Cerrar la tapa de la carcaza.
- 5.2.11 Después de alcanzar la temperatura de, medir el tiempo especificado para la duración del proceso.

- 5.2.12 Terminado el tiempo de Reaccion, inmediatamente se deben trasladar las autoclaves al tanque de enfriamiento con la ayuda del diferencial y la garrucha.
- 5.2.13 Esperar un tiempo de 15 a 20 minutos y se destapar las autoclaves.
- 5.2.14 Descargar la pulpa en recipientes de plástico previamente rotulados,
- 5.2.15 Exprimir la pulpa con el fin de recolectar suficiente licor negro para análisis.
- 5.2.16 Lavar la pulpa con abundante agua en un tamiz mesh 325,
- 5.2.17 Después de escurrir la pulpa manualmente empacar en bolsas plásticas para los análisis.