

V CONGRESO IBEROAMERICANO DE INVESTIGACION EN CELULOSA Y PAPEL 2008,
CIADICYP Octubre 2008, Guadalajara, Jalisco, México,
Departamento de Madera, Celulosa y Papel,
Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías
Universidad de Guadalajara,
Km. 15.5 Carretera Guadalajara-Nogales, C.P. (45200), Zapopan, Jalisco, México.
Tel: (52)33 -3682-0110, Ext.118, e-mail: ciadicyp@red.cucei.udg.mx

OBTENCIÓN DE PULPA A PARTIR DE LOS RESIDUOS DE PALMA AFRICANA PRETRATADOS CON *STEAM EXPLOSION*

Quintana, Germán C.; Arroyave, Mónica S. y Suárez, David E.

Grupo Pulpa y Papel,
Facultad de Ingeniería Química,
Universidad Pontificia Bolivariana
Circular 1 No. 70 – 01, Medellín, Colombia
Tel: (574) 4159020 Ext. 9582, Fax: (574) 4118779
e-mail: german.quintana@upb.edu.co

Materia Prima – Presentación oral

RESUMEN:

Se estudió la producción de pulpa papelera con materia prima a bajo costo, a partir del raquis residual proveniente del proceso de extracción de aceite de palma africana. La fibra se caracteriza fisicoquímicamente y posteriormente ingresa a un proceso de *steam explosion* como pretratamiento para liberar las hemicelulosas y facilitar el ascenso de la lignina a capas más superficiales, seguido de un pulpeo alcalino (NaOH) donde se obtiene la pulpa para la formación de hojas. Se realiza un diseño de experimentos de superficie de respuesta, central compuesto, ortogonal y rotatable de 23 ensayos. Las variables estudiadas y sus respectivos intervalos fueron: severidad del pretratamiento, 3,2 – 4,8; concentración de NaOH, 8,3 – 16,7%; tiempo de pulpeo, 2,0 – 9,0 hr y consistencia, 3,5– 5,3%. Los valores de las variables de respuesta proporcionados por la mejor combinación de los cuatro factores fueron: *freeness*, 800 mL; número Kappa, 76,90 mL; *Ring Crush*, 6,5 lb; CMT, 7 lb; Explosión, 110,31 kPa; y Rasgado, 549,17 mN; estas pulpas tienen propiedades cercanas a las propiedades de pulpa Kraft de madera.

Palabras claves: Pulpa, Palma de aceite, *Steam Explosion*

ABSTRACT:

This project study the paper pulp production from low cost raw material of the African palm oil extraction process empty fruits bunches. The fiber was characterized physicochemically and later was pretreated with steam explosion to liberate the hemicelluloses and allow the lignin to rise to the surface, followed by a basic soda pulping; then from both processes we produced pulp sheet in a local paper company. The research team worked with a rotatable orthogonal central composite surface response experiment design, with 23 experiments. The variables and their respective intervals were: severity of pretreatment, 3.2 - 4.8; NaOH concentration, 8.3 - 16.7%; pulping time, 2.0 – 9.0 hr and consistency, 3.5 – 5.3%. The values of the variables response provided by the best combination of the four factors were: *freeness*, 800 mL, Kappa number, 76.90 mL; *Ring Crush*, 6.5 lb.; CMT, 7 lb; Explosion, 110.31 kPa, and Rip Index, 549.17 mN; these pulp has properties near to the properties of Kraft pulp.

Keywords: Pulp, Oil Palm, Steam Explosion

INTRODUCCIÓN

La palma africana es muy cultivada en Malasia, Indonesia, Tailandia y en el Oeste y Centro de África. La expansión del cultivo de palma de aceite en Colombia ha mantenido un crecimiento sostenido. A mediados de la década de los 60's

existían 18.000 hectáreas sembradas, hoy existen más de 220.000 hectáreas en 73 municipios del país [1]. Los subproductos de la extracción de aceite son el raquis, el cuesco y la cachaza; en la actualidad algunos de estos subproductos están ocasionando serios problemas de contaminación en zonas aledañas a las plantas extractoras.

El *steam explosion* consiste en el calentamiento de un material fibroso con vapor a alta temperatura, seguido de una ruptura del material mediante una expansión súbita a un tanque de colección a presión atmosférica. El *steam explosion* puede realizarse a una gran variedad de biomateriales como un proceso previo al pulpeo que facilite la eliminación de la lignina de las fibras [2]. El vapor saturado a temperaturas entre 140 y 240°C, modifica radicalmente la estructura de la pared celular de la fibra, hidrolizando parcialmente las hemicelulosas a hexosas y pentosas, las cuales se extraen fácilmente de la pulpa mediante un lavado, quedando así una fracción insoluble en el agua, la cual contiene celulosa, hemicelulosa residual y lignina químicamente modificada; la cual puede extraerse con diferentes compuestos químicos [2].

Ralph Overend y Esteban Chornet [3], desarrollaron el denominado factor de reacción ordenada o factor de severidad (R_o o $\log R_o$), el cual es un número adimensional y empírico de reacción, que combina la temperatura del vapor y el tiempo de residencia, en un único parámetro que puede calcularse según la siguiente expresión:

$$\text{Log}(R_o) = \text{Log}\left(\int e^{\frac{T-100}{14.75}} dt\right) \Big|_{T(^{\circ}\text{C})}$$

Malasia es uno de los pioneros en la producción de pulpas papeleras a partir de los residuos de la palma africana y entre sus principales estudios se encuentra la evolución del desempeño de la pulpa de palma africana frente a los diferentes tipos de pulpeo. Wanrosli [4], de la universidad de Sains en Malasia, realizó pulpeos al sulfito y con soda a las hojas de la palma africana. El proceso al sulfito generó una pulpa con aceptable desempeño y aceptables propiedades papeleras. Ibrahim Rushdan [5] realizó un estudio de la variación en la composición química de las pulpas frente a los diferentes pulpeos. Los resultados indican que las fibras pulpeadas bajo los procesos de soda (NaOH), soda-AQ y kraft-AQ muestran pulpas con características químicas muy diferentes. La pulpa obtenida con soda muestra el mayor contenido de lignina y holocelulosa, mientras que la pulpa obtenida mediante soda-AQ tiene el más alto contenido de alfa – celulosa y viscosidad, a diferencia de la pulpa obtenida mediante kraft-AQ que tiene el mayor contenido de glucosa y el menor contenido de arabinosa, manosa y galactosa.

Esta investigación estudiar la factibilidad del empleo del *steam explosion* como pretratamiento al pulpeo y el uso de los residuos fibrosos de la palma africana (raquis) como materia prima para la obtención de pulpa sin blanquear.

METODOLOGIA

El raquis utilizado fue suministrado por la empresa Palmas de Curvaradó S.A., ubicada en Mutatá en el departamento de Antioquia - Colombia. Este es un residuo proveniente del proceso de la extracción de aceite de la palma africana.

Caracterización de la materia prima. En la caracterización del raquis de palma se utilizaron normas estandarizadas para humedad (ASTM E-871-82), cenizas (ASTM D 1102-84), extraíbles acuosos (ASTM D1110-84), extraíbles orgánicos (ASTM D1107-84).

La hidrólisis ácida de la lignina se realizó de la siguiente manera: Aproximadamente 2 g de fibra con humedad conocida, son puestos en contacto con 10 mL de ácido sulfúrico 72% en un baño de termostático a $45^{\circ} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ durante 7 minutos, el proceso se realiza con agitación constante. La reacción se interrumpe con la adición de 50 mL de agua destilada. La muestra se transfiere de forma cuantitativa a un erlenmeyer, adicionando otros 225 mL de agua destilada. El erlenmeyer se tapa con papel aluminio y se lleva a una autoclave a 121°C durante 30 minutos. La suspensión resultante se filtra en un papel de filtración rápida. El filtrado resultante durante la hidrólisis ácida se lleva a un balón volumétrico y aforado a 500 mL con agua destilada; muestras de este filtrado serán usadas para la determinación de la cantidad de lignina soluble en ácido y carbohidratos. La lignina insoluble se lava aproximadamente con 1,5 L de agua destilada para la eliminación del ácido residual y posteriormente secada hasta peso constante, siendo este el valor correspondiente a la lignina insoluble en ácido (lignina Klason).

Diseño de experimentos. Para encontrar las condiciones óptimas del proceso de pulpeo se realizó un diseño de experimentos con el fin de estudiar el efecto de cuatro factores (consistencia, concentración de álcali, tiempo de pulpeo y severidad del *steam explosion*) sobre las propiedades de las pulpas.

Tabla 1. Diseño de experimentos propuesto

Ensayo	Severidad	Concentración NaOH (%)	Tiempo pulpeo(h)	Consistencia (%)
1	3,5	10,0	8,0	4,0
2	4,0	16,7	6,0	4,5
3	4,0	12,5	6,0	4,5
4	3,5	10,0	4,0	4,0
5	4,0	12,5	6,0	4,5
6	4,0	12,5	6,0	5,3
7	4,0	12,5	6,0	4,5
8	3,5	15,0	8,0	5,0
9	4,8	12,5	6,0	4,5
10	4,5	10,0	8,0	5,0
11	4,0	12,5	6,0	3,7
12	4,0	12,5	6,0	4,5
13	4,5	15,0	4,0	4,0
14	4,0	12,5	6,0	4,5
15	4,5	15,0	8,0	4,0
16	4,0	12,5	9,4	4,5
17	4,0	12,5	2,6	4,5
18	4,0	12,5	6,0	4,5
19	3,2	12,5	6,0	4,5
20	3,5	15,0	4,0	5,0
21	4,0	12,5	6,0	4,5
22	4,0	8,3	6,0	4,5
23	4,5	10,0	4,0	5,0

Como variables de respuesta se seleccionaron el número Kappa, *freeness* y pruebas físicas a la hojas de pulpa tales como explosión y rasgado. El diseño de experimentos seleccionado es del tipo superficie de respuesta Draper-Lin, ortogonal y rotatable, el cual arroja un total de 23 experimentos como se muestra en la tabla 1.

Pulpeo químico alcalino. En un balón volumétrico de 500 mL se alimenta agua, material pretratado y NaOH en las relaciones y cantidades indicadas por el diseño de experimentos. El proceso se desarrolla en una plancha de calentamiento y agitación magnética constante a temperatura de ebullición. El balón es conectado a un condensador para evitar pérdidas de agua por evaporación durante la cocción.

RESULTADOS Y DISCUSION

Resultados de la caracterización del raquis de palma africana. De acuerdo a lo presentado en el aparte de metodología, los resultados de la caracterización del raquis residual de palma africana se observan en la tabla 2.

La caracterización del raquis residual de la palma africana muestra un alto contenido de lignina (21,89%) y extraíbles acuosos (11,64%). Wanrosli [4], uno de los principales investigadores de los residuos de la palma africana, ha determinado en sus investigaciones que las hojas de palma africana tienen un 15,2% lignina, lo que indica que el raquis residual presenta un contenido de lignina superior (+44,01%) al de las hojas de la planta. Lo anterior muestra que las fibras del raquis están más adheridas unas con otras que las fibras de las hojas.

Tabla 2. Caracterización del raquis residual de palma africana

Caracterización	
% Humedad	6,31 ± 0,04
% Cenizas	8,40 ± 0,22
% Extraíbles acuosos	11,64 ± 0,3
% Extraíbles orgánicos	3,58 ± 0,16
% Lignina Klason	21,89 ± 0,42
% Humedad*	6,79 ± 0,19
% Cenizas*	6,10 ± 0,25

* Después de Lignina Klason

Si se compara la caracterización del raquis residual con el bagazo de caña, se observa que el contenido de lignina, cenizas y extractivos tanto orgánicos como acuosos del raquis de palma africana, es superior a los de bagazo de caña; mientras que el bagazo de caña presenta un contenido de humedad superior al del raquis [6].

Resultados del diseño de experimentos.

La mayoría de pulpas se obtuvieron dos hojas, sin embargo algunas pulpas solo no permitieron la formación de ninguna hoja (tabla 3).

Tabla 3. Tabla de factores y variables de respuesta

Ensayo	Variables de respuesta			
	Freeness (mL)	Número Kappa (mL)	Explosión (kPa)	Rasgado (mN)
1	800	76,9	110,3	549,2
2	720	84,2	89,6	0
3	750	68,6	96,5	0
4	820	54,9	No forma hoja	No forma hoja
5	770	75,8	100,0	235,4
6	780	79,1	100,0	78,4
7	780	72,8	110,3	255,0
8	760	87,3	86,2	78,4
9	800	79,2	79,3	78,4
10	790	77,8	93,1	78,4
11	780	89,4	82,7	78,4
12	780	88,5	82,7	78,4
13	730	87,6	82,7	78,4
14	790	79,6	93,1	78,4
15	730	87,7	82,7	156,9
16	740	87,6	75,8	78,4
17	750	89,8	82,7	117,7
18	750	95,1	89,6	78,4
19	820	52,9	No forma hoja	No forma hoja
20	820	68,1	No forma hoja	No forma hoja
21	730	86,0	68,9	0
22	770	85,7	79,3	156,9
23	800	73,9	82,7	156,9

Las propiedades mecánicas evaluadas fueron Ring Crush, CMT, explosión y rasgado. El Ring Crush presentó un rango de 2 - 7 lb; el valor de las hojas de pulpa de pino para esta propiedad es de 31 lb. Para el CMT se tiene un rango de 4 – 12 lb, sin embargo la mayoría de las hojas sufrieron fractura en el momento de dar forma senoidal al papel; el valor para las hojas de pulpa de pino para esta propiedad es de 60 lb. Para la explosión se tiene un rango 68,94 - 110,31 kPa; el valor para las hojas de pulpa de pino para esta propiedad es de 100 – 150 kPa. Para el rasgado el rango de resultados es 78,45 - 549,17 mN; el valor para las hojas de pulpa de pino para esta propiedad es de 700mN. De las propiedades analizadas solo la tensión y el rasgado reportaron valores cercanos a los valores de las pulpas de cartón.

Los diagramas de Pareto muestran que el principal efecto sobre ambas propiedades es la severidad del pretratamiento. La severidad es directamente proporcional al color oscuro e inversamente proporcional a la longitud y porosidad de la fibra; es decir, a bajas severidades se observan fibras claras, con mayor longitud y un conjunto menos compacto, es decir más porosas. El ensayo 19, con una severidad de 3,2, presenta las fibras más claras y largas. Con severidades entre 3,5 y 4,0 las fibras se oscurecen cada vez más y su porosidad disminuye, es decir, cada vez son más compactas. A severidades entre 4,5 y 4,8, que es el mayor valor de pretratamiento trabajado, las fibras toman un color café oscuro, prueba del ascenso de la lignina a las capas más superficiales y objetivo del pretratamiento.

Diagrama Estandarizado de Pareto para Número Kappa

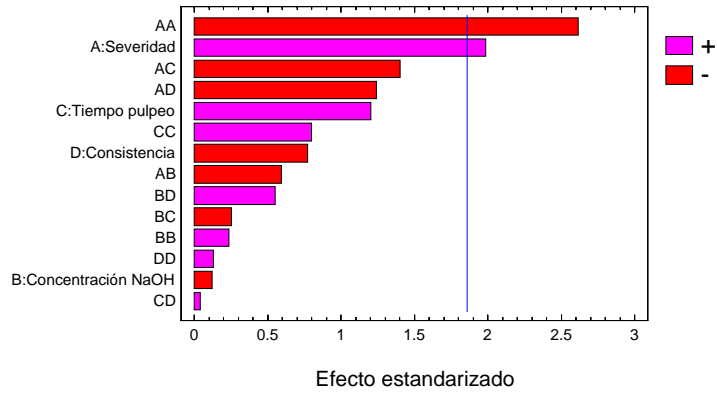
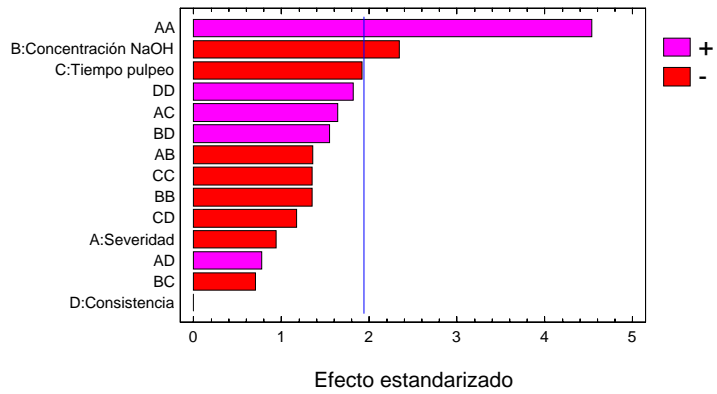
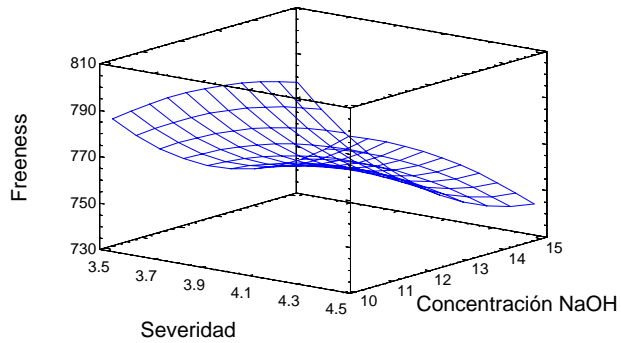


Figura 1. Resultados del diseño de experimentos para *freeness* y número Kappa

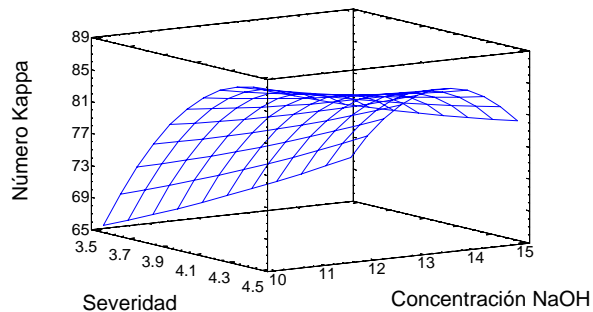
Diagrama Estandarizado de Pareto para Freeness



Superficie de respuesta estimada
Tiempo pulpeo=6.0, Consistencia=4.5



Superficie de respuesta estimada
Tiempo pulpeo=6.0,Consistencia=4.5



La facilidad para formar hojas se logra a medianas o altas severidades (3,5 – 4,8) combinadas con altos tiempos de pulpeo (6,0 – 9,4 h), moderados y altos valores de consistencia (4,0 – 5,3%) y baja concentración de soda. De los factores descritos los más críticos para el éxito de la formación de hojas son la severidad y el tiempo del pulpeo, prueba de esto son los tres ensayos de los que no se obtuvieron hojas. Ensayo 4, severidad de 3,5, concentración de soda de 10,0%, consistencia de 4,0% y un tiempo de pulpero de 4,0 h que no permitió una adecuada y necesaria cocción de las fibras e impidiendo la formación de la hoja; ensayo 19, concentración de soda de 12,5%, consistencia de 4,5%, tiempo de pulpero de 6,0 h y una severidad de 3,2, la cual no alcanzó a ser contrarrestada por los tres factores restante y no se obtuvo hoja; ensayo 20, severidad de 3,5, concentración de soda de 15,0%, consistencia de 5,0% y un tiempo de pulpeo de 4,0 h que no permitió obtener una pulpa lo suficientemente buena para la formación de la hoja. En los límites superior e inferior de la concentración de soda y consistencia siempre se obtuvieron hojas, lo cual no ocurre a bajos valores de severidad y tiempo de pulpeo, lo cual evidencia nuevamente que los factores más críticos para la formación de hojas son la severidad y el tiempo de cocción. De la tabla 3 se observa que el valor del *freeness* se encuentra en un rango de 720 – 820 mL y se ve afectado por la combinación de los cuatro factores que cada ensayo presenta; sin embargo la severidad es el factor más fuerte sobre la respuesta del *freeness*. El valor para las pulpas de cartón de 730 – 750 mL. Para esta investigación el valor varió entre 52.87 – 95.06 mL de permanganato de potasio consumidos. El valor para las pulpas de cartón es de 130 mL de permanganato de potasio consumidos.

CONCLUSIONES

La mejor combinación de los factores del diseño de experimentos fue: severidad, 3,5; tiempo de pulpeo, 8,0 h; concentración de soda cáustica, 10,0%; y consistencia, 4,0%; proporcionado valores para las variables de respuesta de: *Freeness*, 800 mL; número Kappa, 76,9 mL; Ring Crush, 6,5 lb; CMT, 7,0 lb; Explosión, 110,31 kPa; y Rasgado, 549,17 mN.

De las propiedades analizadas solo la tensión y el rasgado reportaron valores cercanos a los valores de papel de pino, en futuras investigaciones deberán estudiarse diferentes pulpeos como el kraft, que permitan acercarse cada vez más al punto en el cual estas pulpas puedan ser materia prima para cartón.

Los valores óptimos para el *freeness* y el número Kappa son 750 mL y 119 mL respectivamente. Como estos valores son superiores a los obtenidos con la mejor combinación de los cuatro factores (severidad, tiempo de pulpeo, consistencia y concentración de soda), es conveniente dar continuidad a la experimentación con una refinación de las pulpas después de las cocciones, pues esto posiblemente permitiría alcanzar el punto óptimo experimentalmente y maximizar los valores de las propiedades mecánicas de las hojas de pulpa.

BIBLIOGRAFIA

1. Ospina, M.; Ochoa, D. (2001). La palma africana en Colombia. Bogotá: Fedepalma. ISBN 958-96494-0-8
2. Velásquez J., Jorge A. (2002). Producción de tableros de fibra a partir de *Miscanthus sinensis*. Tarragona: Universidad Rovira y Virgili. ISBN 688-1091-6.
3. Overend, R; Chornet, E. (1992). Phenomenological kinetics of complex systems: the development of a generalized severity parameter and its application to lignocellulosics fractionation. *Chemical Engineering Science*, 47 (5), 1109 - 1102. ISSN 0009-2509.
4. Wanrosli, W. (2007). Pulp from oil palm fronds by chemical processes. *Industrial crops and products*, 25 (1), 89-94. ISSN 0926-6690.
5. Rushdan, I. (2002). Chemical composition of alkaline pulps from oil empty fruit bunches. *Oil Palm Bulletin*, 44,19 - 24.
6. CASEY, J. Pulpa y papel: química y tecnología química, volumen 1. México: Limusa. ISBN 968-18-2061-4.