UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

FACULTAD DE INGENIERÍA EN TECNOLOGÍA DE LA MADERA

"Obtención de pulpa celulósica a partir de madera de *Eucalyptus* camaldulensis y *E. saligna* por medio del proceso a la sosa"

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO EN TECNOLOGÍA DE LA MADERA

PRESENTA:

LUIS JOSÉ GARCÍA MARISCAL

DIRECTOR:
Dr. José Guadalupe Rutiaga Quiñones

ASESOR: Ing. Nicolás González Ortega

Morelia, Michoacán, Agosto de 2009

RESUMEN

El objetivo de este trabajo es obtener pulpa celulósica de dos maderas del género *Eucalyptus: camaldulensis* y *saligna,* por medio del proceso a la sosa. Se aplicó un diseño experimental 3x3 siendo los factores Carga, con niveles de 10, 15 y 19%, y Tiempo, con niveles de 30, 40 y 50 minutos. Posteriormente se aplicó un diseño factorial 2º con Carga de 10 y 15% y Tiempo de 30 y 40 minutos. La temperatura de cocción fue de 175°C. Se utilizaron 100 g de astilla base seca, cuyo tamaño era de 3-7 mm de espesor, 20 mm de ancho y 25-30 mm de largo. La relación de baño fue de 4:1 y la concentración de sosa fue de 108 g/L como Na2O. Para ambas especies, las condiciones que dieron mejor rendimiento fueron Carga de 10% y Tiempo de 30 minutos. El *E. camaldulensis* alcanzó rendimiento de 42.43% mientras que el *E. saligna* tuvo un rendimiento máximo de 39.15%. El *E. camaldulensis* obtuvo un No. de Kappa máximo de 22 con los menores niveles de Carga y Tiempo, al igual que el *E. saligna*, cuyo No. de Capa máximo fue de 18.

ÍNDICE

Obtención de pulpa celulósica a partir de madera de *Eucalyptus camaldulensis* y *E. saligna* por medio del proceso a la sosa

1. Introducción	Página 1
2. Generalidades del proceso a la sosa	3
3. Generalidades de las especies3.1 Eucaliptus camaldulensis3.2 Eucalyptus saligna	6 6 8
4. Antecedentes	11
5. Objetivos5.1 Objetivo general5.2 Objetivos particulares	12 12 12
6. Metodología	13
7. Resultados 7.1 E. camaldulensis 7.1.1 Diseño 3X3 7.1.2 Diseño 2º con punto central 7.2 E. saligna 7.2.1 Diseño 3X3 7.2.2 Diseño 2º con punto central	17 17 17 26 29 29
8. Discusión de resultados	42
9. Conclusiones	44
10. Recomendaciones 11. Bibliografía 12. Apéndice	45 46 49

ÍNDICE DE TABLAS

<u>Tabla</u>	<u>Página</u>
E. camaldulensis	
 Análisis de Varianza (ANOVA) para Rendimiento (<i>E.c.</i>) Prueba de Rangos Múltiples (PRM) para Rendimiento por Carga PRM para Rendimiento por Tiempo ANOVA para No. de Kappa PRM para No. de Kappa por Carga PRM para No. de Kappa por Tiempo ANOVA para Álcali residual PRM para Álcali residual por Carga PRM para Álcali residual por Tiempo ANOVA para pH PRM para pH por Carga PRM para pH por Tiempo ANOVA para Rendimiento Tabla de Respuesta Óptima Modelo de Regresión ajustado 	17 18 19 19 21 21 22 23 24 24 26 26 27 28 29
E. saligna	
16. ANOVA para Rendimiento 17. PRM para Rendimiento por Carga 18. PRM para Rendimiento por Tiempo 19. ANOVA para No. de Kappa 20. PRM para No. de Kappa por Carga 21. PRM para No. de Kappa por Tiempo 22. ANOVA para Álcali residual 23. PRM para Álcali residual por Carga 24. PRM para Álcali residual por Tiempo 25. ANOVA para pH 26. PRM para pH por Carga 27. PRM para pH por Tiempo 28. ANOVA para Rendimiento 29. Tabla de Respuesta Óptima 30. Modelo de Regresión ajustado	29 31 31 32 33 34 34 36 36 37 38 38 39 41

ÍNDICE DE FIGURAS

<u>Figura</u>	<u>Página</u>
 Árbol de <i>E. camaldulensis</i> Hojas de <i>E. camaldulensis</i> Madera de <i>E. camaldulensis</i> Desrame de un <i>E. camaldulensis</i> Plantación de <i>E. camaldulensis</i> Árbol de <i>E. saligna</i> Madera de <i>E. saligna</i> Hojas y corteza de <i>E. saligna</i> Plantación de <i>E. saligna</i> Corteza de <i>E. saligna</i> Corteza de <i>E. saligna</i> Digestores Digestores Lavado de la pulpa Pulpa lavada Determinación del No. de Kappa Determinación del pH y álcali residual 	7 7 7 7 7 9 9 10 10 15 15 15 15
E. camaldulensis	
 Gráfica de medias para Rendimiento contra Carga Gráfica de medias para Rendimiento contra Tiempo Efecto de interacción para Rendimiento Gráfica de medias para No. de Kappa contra Carga Gráfica de medias para No. de Kappa contra Tiempo Efecto de interacción para No. de Kappa Gráfica de medias para Álcali residual contra Carga Gráfica de medias para Álcali residual contra Tiempo Efecto de interacción para Álcali residual Gráfica de medias para pH contra Carga Gráfica de medias para pH contra Tiempo Efecto de interacción para pH Gráfica de Pareto Gráfica de Efectos principales para Rendimiento Efecto de interacción para Rendimiento Efecto de respuesta del modelo ajustado para Rendimiento 	17 18 18 20 20 20 22 23 23 25 25 25 27 27 28 28
E. saligna	
34. Gráfica de medias para Rendimiento contra Carga 35. Gráfica de medias para Rendimiento contra Tiempo 36. Efecto de interacción para Rendimiento 37. Gráfica de medias para No. de Kappa contra Carga 38. Gráfica de medias para No. de Kappa contra Tiempo 39. Efecto de interacción para No. de Kappa 40. Gráfica de medias para Álcali residual contra Carga	30 30 31 32 33 33

41. Gráfica de medias para Álcali residual contra Tiempo	35
42. Efecto de interacción para Álcali residual	35
43. Gráfica de medias para pH contra Carga	37
44. Gráfica de medias para pH contra Tiempo	37
45. Efecto de interacción para pH	38
46. Gráfica de Pareto	39
47. Gráfica de Efectos principales para Rendimiento	40
48. Efecto de interacción para Rendimiento	40
49. Superficie de respuesta del modelo ajustado para Rendimie	ento 41

1. INTRODUCCIÓN

Existen varios métodos para transformar madera en pulpa para papel, algunos más utilizados que otros. Estos procesos han variado gradualmente de mecánico, termo-mecánico, semi-químico y químico. En éstos últimos se han desarrollado los ácidos, alcalinos y en ocasiones neutros.

Los procesos Kraft y a la sosa son los dos principales métodos de pulpeo químico alcalino, y la base para otros procesos. El hidróxido de sodio (NaOH) es el principal reactivo en la cocción en ambos métodos, siendo el proceso a la sosa el que exhibe mayor ataque sobre la celulosa (Libby, 1980). El proceso Kraft es el método alcalino más importante, debido principalmente a la resistencia de las pulpas obtenidas y a la posibilidad de recuperar reactivos (Casey, 1990). Por su parte, el proceso a la sosa se utiliza para materiales no maderables como algodón, lino y paja, los cuales no tienen una cantidad considerable de lignina, así como para algunas latifoliadas (d'A Clark, 1985).

Debido a los tratamientos y procesos posteriores al pulpeo, la materia prima de la que están hechas las distintas pulpas es cada vez menos distintiva o característica. Sin embargo, de manera general se puede afirmar que las latifoliadas, cuyas fibras miden regularmente la mitad de las de coníferas (1 a 1.5 mm contra 3 a 3.5 mm), producen pulpas menos resistentes pero el papel resultante es más apropiado para imprimir (d´A Clark, 1985). Las latifoliadas se pulpean más fácilmente y casi siempre requieren menos reactivos químicos. Generalizando, a menor densidad de una especie, el papel resulta más resistente, pero el rendimiento del pulpeo es menor.

Los malos olores que se generan en el proceso Kraft, causados por sulfuro de hidrógeno, metil mercaptano, sulfuro de dimetilo y otros compuestos (Casey, 1990), representan un inconveniente de aceptación pública. Estos compuestos no están presentes en el proceso a la sosa, lo que lo convierte en una alternativa al proceso Kraft en el contexto de la protección al medio

ambiente. El proceso a la sosa es adecuado para latifoliadas y para cuando la pulpa que se requiere no es de alta resistencia. Es también uno de los procesos más importantes para el pulpeo de otros materiales fibrosos.

Teniendo en cuenta que las fibras de casi cualquier tipo de planta se pueden transformar en papel, la disponibilidad de la materia prima es uno de los factores más importantes a considerar.

Los eucaliptos son árboles que presentan un crecimiento muy rápido. En plantaciones forestales se ha registrado un rendimiento de entre 20 y 30 m³/ha/año, lo que indica que la rotación es corta, de entre 10 y 15 años, contra los 20 a 30 años de las rotaciones de pino en las zonas templadas (d´A Clark, 1985).

2. GENERALIDADES DEL PROCESO A LA SOSA

Hace casi 2000 años los chinos comenzaron a fabricar papel a partir de la corteza de un tipo de árbol de moras con un proceso que por siglos fue secreto hasta que los árabes lo llevaron a Europa. Para mediados del siglo XVII ya se producía papel por medio de un complicado proceso en el que se utilizaba principalmente paja y tela de lino. Hacia finales del siglo XVIII, los hermanos ingleses Fourdrinier conocieron a un inventor llamado Roberts que había diseñado una máquina que podía producir hojas de papel continuas en una cinta de red de alambre giratoria. El procedimiento fue desarrollado y la máquina Fourdrinier revolucionó la manufactura del elevando producción reduciendo los papel, la ٧ costos (http://www.insights.co.nz/products processes pp.aspx)

Otro avance importante fue el desarrollo de técnicas para producir pulpa a partir de madera, usando combinaciones de calor y desintegración mecánica o química de la madera. Al poco tiempo, la madera ya se había convertido en la principal materia prima para la fabricación del papel.

El principal objetivo del pulpeo químico es el de remover la lignina y otros materiales que mantienen a las células unidas, haciendo que las fibras queden libres para la fabricación del papel. En este proceso las fibras se dañan menos que en otros.

Anteriormente el pulpeo químico se hacía en digestores batch con capacidad de aproximadamente 40 toneladas de astilla por día, donde se mezclaba con reactivos (como hidróxido y sulfuro de sodio) y se cocía a 150° C. La pulpa se separaba del licor negro para luego ser desfibrada y lavada. Otros avances de esta técnica incluyen el desarrollo de digestores continuos, con los que se pueden producir alrededor de mil toneladas de pulpa por día. Este proceso permite buen control, ya que la cantidad de reactivo y astilla se manejan cuidadosamente así como la temperatura de cocción (http://www.insights.co.nz/products processes pp.aspx).

El licor residual contiene lignina, polisacáridos, ácidos grasos y resínicos y otras sustancias, y generalmente se recicla por medio de evaporación y otros procesos para recuperar la mayor cantidad posible de reactivos químicos.

El proceso de pulpeo a la sosa fue inventado en Inglaterra en 1851, por Burgues y Watts. Fue llevado a Estados Unidos en 1854 y ahí se instaló la primera fábrica que usó el proceso en 1866. Muchas de las primeras fábricas de pulpa a la sosa se convirtieron al proceso Kraft cuando éste fue descubierto. El proceso a la sosa tiene uso limitado a materiales fácilmente pulpeables como paja y bagazo, y en ocasiones algunas latifoliadas, pero no es el proceso más utilizado (Biermann, 1996)

Debido a que este proceso consume grandes cantidades de sosa, los fabricantes de papel desarrollaron métodos para recuperar el reactivo que quedaba en el licor de cocción. A partir de entonces, la recuperación ha sido una parte integral de los métodos alcalinos de pulpeo.

En la fabricación de pulpa a la sosa el licor de cocción consiste principalmente en sosa cáustica, mientras que en el proceso Kraft se utiliza tanto sosa como sulfuro de sodio, el cual influye en la resistencia del papel pero genera malos olores. Estas emisiones han generado interés en la producción de pulpa alcalina libre de azufre, pero la calidad de la pulpa, velocidad de producción, rendimiento y costos del proceso son superiores en el proceso Kraft.

Las operaciones generales en una planta a la sosa se dan como sigue:

- Los trozos que llegan son descortezados y astillados.
- Las astillas son clasificadas por medio de tamices.
- Las astillas son alimentadas al digestor mediante bandas transportadoras.
- Las astillas se mezclan con el licor de cocción (NaOH) dentro del digestor y son sometidas a las condiciones de operación (temperatura, presión y tiempo)

UMSNH

- Terminada la cocción, la pulpa y el licor negro se soplan hacia el tanque de descarga. El digestor queda listo para otro cocimiento.

- La pulpa y el licor se bombean al sistema de depuración y lavado.
- La pulpa depurada y lavada se envía a la planta de blanqueo o a la máquina de papel.

3. GENERALIDADES DE LAS ESPECIES

3.1 Eucalyptus camaldulensis. Árbol de 20 a 50 metros de altura, hasta 2 metros de diámetro, con copa amplia y el tronco muy grueso. La corteza es de aproximadamente 3 cm de grosor, esponjosa, de colores rojizos, grises y verdes y a partir de la mitad del tronco es caduca, desprendiéndose anualmente en placas combadas más o menos largas (Fig. 1). La albura es de color blanco amarillento, y el duramen rojo oscuro. La madera es dura, con anillos anuales no muy diferenciados. Las hojas (Fig. 2) primordiales que aparecen inmediatamente después de la germinación, son opuestas, en pequeño número de pares (3 a 4), transformándose después en alternas. Las hojas adultas son alternas, de color verde mate en ambas caras. Miden de 12 a 22 cm por 0.8 a 1.5 cm de ancho (Montoya, 1995).

El *E. camaldulensis* es uno de los eucaliptos más plantados y se calcula que hay más de cinco mil km² a nivel mundial. Se ha utilizado para durmientes, vigas y postes por su resistencia a la podredumbre y recientemente para pisos, contrachapados y fabricación de muebles debido a su color y las figuras en la albura (Fig. 3). También produce un carbón de excelente calidad que se utiliza en la industria siderúrgica de algunos países. La densidad de la madera es de aproximadamente 900 kg/m³

Debido a su madera quebradiza, esta especie es proclive al desrame, desprendiéndose en un instante de ramas que en ocasiones tienen la mitad del diámetro del tronco (Fig. 4), por lo cual no se recomienda cerca de edificaciones.

En la Figura 5 se presenta una imagen de una plantación de *E. camaldulensis*.



Fig. 1- Árbol de E. camaldulensis



Fig. 3.- Madera de E. camaldulensis



Fig. 2.- Hojas de *E. camaldulensi*s



Fig. 4.- Desrame de un *E. camaldulensis*



Fig. 5.- Plantación de E. camaldulensis

3.2 Eucalyptus saligna. Árbol de 35 a 55 metros de altura, con 1.20 a 1.50 m de diámetro (Fig. 6). La corteza es caduca, de color blanco a gris azulado y se desprende en placas alargadas. La madera es dura de color rojizo en el duramen y más clara en la albura (Fig. 7). Las hojas jóvenes se presentan en más de cuatro pares, lanceoladas anchas, finas, de color verde pálido y de 3 a 6 centímetros por 2 a 3 centímetros. Las hojas adultas son alternas, pecioladas, lanceoladas estrechas, de 10 a 20 centímetros de largo por 1.5 a 3 centímetros de ancho, con nervadura fina y regular (Fig. 8)

La madera del *E. saligna* tiene un hilo bastante recto y en ocasiones entrelazado, con brillo mediano y veteado suave. Es un tanto dura aunque fácil de trabajar. Es usada para construcción, muebles, pisos, tableros aglomerados y contrachapados, leña y carbón (Montoya, 1995). Se considera aceptable para pulpa celulósica pero el papel que se fabrica con ella es de baja resistencia.

La madera es pesada, con una densidad de casi 850 kg/m³ pero cuando procede de plantaciones, puede ser menor, entre 500 y 600 kg/m³.

Como todas las especies del género *Eucalyptus*, esta es originaria de Australia, y el clima en que se desarrolla esta especie se caracteriza por intensas lluvias estivales y temporadas subtropicales, influidas por la proximidad de la costa. Las precipitaciones son de tipo máxima estiva o uniformes, con una media anual de 1020 a 1520 mm.

El *E. saligna* es un árbol de crecimiento rápido, apto para producir grandes cantidades de madera en rotaciones cortas. En la Figura 9 se presenta una plantación de *E. saligna*, mientras que las Figuras 10 y 11 son imágenes de la corteza antes y después del desprendimiento.

UMSNH

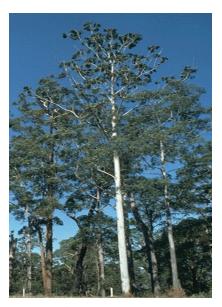


Fig. 6.- Árbol de E. saligna



Fig. 8.- Hojas y corteza de *E. saligna*



Fig. 7.- Madera de *E. saligna*

UMSNH



Fig. 9.- Plantación de E. saligna



Fig. 10.- Corteza de *E. saligna*



Fig. 11.- Corteza de *E. saligna*

4. ANTECEDENTES

Algunos estudios relacionados, tanto con el proceso Kraft como a la sosa para especies de eucalipto se mencionan a continuación:

Rodríguez (1971) realizó pulpeos a la sosa de *Eucalyptus*, sin especificar especie. Obtuvo un rendimiento de 38% usando 15.5% de concentración durante 180 minutos.

Ortega (2005) realizó pulpeo kraft a *E. camaldulensis*, en dos etapas, usando una carga de 14% y 15.5% y tiempos de 120 y 150 minutos. Obtuvo un rendimiento máximo de 35.1%.

Gabriel (2005) obtuvo pulpa kraft de *E. saligna*. También realizó el experimento en dos etapas. Usó carga de 14% y 15.5% y tiempos de 120 y 150 minutos. El máximo rendimiento fue de 39.6%

Gabriel *et al* (2005) realizó blanqueo de pulpa celulósica de *E. saligna* utilizando secuencias cloradas y libres de cloro.

Ortega *et al* (2005) realizó blanqueo de pulpa celulósica de *E.* camaldulensis.

Rutiaga, *et al* (2005) reporta que para *E. saligna* obtuvo pulpa kraft con un rendimiento de 39.7% usando una concentración de 15.5% durante 120 minutos.

Trujillo (2006) realizó pulpeo a la sosa de *E. robusta* con cargas de 18%, 24% y 28%. El máximo rendimiento que obtuvo fue de 46.74%.

Rodríguez (2006) obtuvo pulpa a la sosa de *E. citriodora*, consiguiendo un rendimiento máximo de 50.3%.

Rodríguez *et al.* (2006) realizaron pulpeos Kraft de *E. citriodora* y consiguieron un rendimiento máximo de 49.4%.

En base a estos antecedentes, se propone para este trabajo alcanzar los objetivos que a continuación se enuncian:

5. OBJETIVOS

5.1 Objetivo general

Usando el proceso a la sosa, obtener pulpas de *Eucalyptus camaldulensis* y *Eucalyptus saligna*.

5.2 Objetivos particulares

- Obtener pulpa de *E. camaldulensis* y *E. saligna* por medio del proceso a la sosa
- Determinar las condiciones óptimas de digestión por medio de un diseño experimental factorial
- Determinar rendimiento y número de Kappa en la pulpa obtenida
- Determinar el álcali residual y pH del licor negro
- Comparar las características de las pulpas de una especie con la otra

6. METODOLOGÍA

Para desarrollar el presente trabajo se utilizaron astillas clasificadas en Crisoba (hoy Kimberly) en un aparato de 6 platinas. Las aceptadas tienen dimensiones de 3-7 mm de espesor, 20 mm de ancho y 25-30 mm de largo. Los pasos generales de la metodología se dan a continuación:

- Determinación del % de humedad de las astillas
- Cálculo de las condiciones de digestión por medio de la aplicación de un diseño experimental utilizando tiempo y concentración del reactivo como variables
- Preparación y titulación del licor de cocción
- Realización de las cocciones:
 - colocación de las astillas y el licor en el digestor (Figs. 12 y 13)
 - calentar hasta llegar a presión de 2.5 kg/cm²
 - purgar el digestor hasta bajar la presión a aproximadamente 1.5 kg/cm²
 - elevar la temperatura hasta alcanzar presión de 4 kg/cm²
 - mantener la presión de 4 kg/cm² durante 20 minutos para impregnación
 - elevar la temperatura hasta 175° C y mantenerla durante el tiempo indicado por el diseño
- Lavado y depurado de la pulpa (Figs. 14 y 15)
- Cálculo del rendimiento según la norma T240 om-93, y número de Kappa (Fig. 16) norma T236 om-85 (TAPPI, 2000)
- Determinación del pH y álcali residual del licor negro (Fig. 17) según el método potenciométrico (Sanjuán, 1995)
- Compilación y procesamiento de los resultados en el programa

Para las cocciones se utilizaron dos digestores de acero cilíndricos, con capacidad aproximada de 8.3 L, cada uno cuenta en su tapa con un manómetro cuyo rango es de 0 a 21 kg/cm² y un termómetro con rango de 0 a 200°C.

Se aplicó un diseño experimental, el cual es un método estructuado y organizado que se utiliza para determinar las relaciones entre los diferentes factores que afectan a un proceso. En un diseño experimental se varían sistemáticamente los factores y al analizar los resultados se puede observar cuáles de ellos son los que influencian y

Para la primera etapa del pulpeo se aplicó un diseño experimentar 3² (Montgomery, 1991) cuyos factores y niveles fueron los siguientes:

A) Carga de reactivos: 10, 15 y 19%

B) Tiempo de cocción: 30, 40 y 50 minutos.

cuáles no, así como la existencia de interacciones.

El modelo estadístico para el diseño a aplicar es:

$$Y_{ijk} = \mu + \gamma_i + \delta_j + (\gamma \delta_{ij}) + \epsilon_{ijk}$$
, con $i=1,2,3$; $j=1,2,3$; $k=1,...,n$

Donde:

Yijk es la variable de respuesta

μ es la media general

yi es el efecto del factor A

δ_j representa el efecto del factor B

 $(\gamma \delta_{ij})$ es la interacción de los dos factores

εijk es el error aleatorio

n es el número de repeticiones en cada tratamiento

Como ejemplo de la hipótesis estadística a probar se cita la siguiente:

 $H_0: y_i = 0$

HA: **y**i ≠ 0

Las variables de respuesta fueron rendimiento, Número de Kappa, pH y álcali residual del licor negro. Los resultados se analizaron con un nivel de confianza

estadística de 95%. La comparación de las medias se hizo por medio del método de la Diferencia Mínima Significativa (LSD) (Montgomery, 1991).

Las condiciones constantes en el pulpeo fueron: la relación de baño 4:1, temperatura de 175°C, 100 g de astilla base seca y una concentración de sosa de 108 g/L como Na₂O.



Fig. 12.- Digestores



Fig. 14.- Lavado de la pulpa



Fig. 16.- Determinación del No. de Kappa



Fig. 13.- Digestores



Fig. 15.- Pulpa lavada



Fig. 17.- Determinación del pH y álcali residual

Para la segunda etapa de cocción, se aplicó un diseño factorial 2² con un punto central y una réplica (Montgomery 1991), teniendo ahora sólo al Rendimiento como variable de respuesta y como factores y niveles los siguientes:

A) Carga de reactivos: 10 y 15%

B) Tiempo: 30 y 40 minutos

Para este diseño, el modelo de regresión es:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \varepsilon$$

Donde:

x₁ y x₂ son las variables codificadas

 β_0 , β_1 y β_2 son los coeficientes de regresión

ε es el error experimental

Los resultados fueran analizados de la misma manera que para la primera etapa de pulpeo.

7.- RESULTADOS

7.1.- E. camaldulensis

7.1.1.- Diseño 3X3

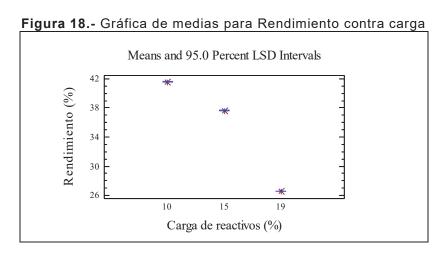
Rendimiento

Tabla 1.- Análisis de varianza (ANOVA) para Rendimiento

Analysis of Variance	for Rendimiento -	Туре	III Sums of Squ	ares	
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	722.413	2	361.207	72241.33	0.0000
B:Tiempo	3.41333	2	1.70667	341.33	0.0000
INTERACTIONS					
AB	6.09333	4	1.52333	304.67	0.0000
RESIDUAL	0.045	9	0.005		
TOTAL (CORRECTED)	731.965	17			
All F-ratios are base	d on the residual	mean	square error.		

De acuerdo a los datos del análisis de varianza (ANOVA) las entradas del valor p (p-Value) (Tabla 1), en ambos factores probados es menor a 0.05, por lo que la hipótesis estadística se rechaza, lo que significa que existe efecto estadístico significativo de ambos factores contra la variable de respuesta, Rendimiento.

En la Figura 18 se muestra el factor Carga contra el Rendimiento y se puede corroborar que sí existe un efecto estadísticamente significativo. También se observa que el Rendimiento máximo se obtiene con la Carga mínima. En la figura 19 se puede ver que el máximo Rendimiento se logra con el mínimo Tiempo de cocción, además de que se puede apreciar que sí existe efecto significativo. Con la Prueba de Rangos Múltiples (tablas 2 y 3) se corrobora que ambos factores presentan efecto significativo.



Means and 95.0 Percent LSD Intervals Ж Rendimiento (%) 35.6 35.2 34.8 * 34.4 34 30 Tiempo (min)

Figura 19.- Gráfica de medias para Rendimiento contra tiempo

En la Figura 20 se puede ver que la variable de respuesta y los factores Tiempo y Carga se modifican de manera similar, lo que indica que la interacción es casi nula.

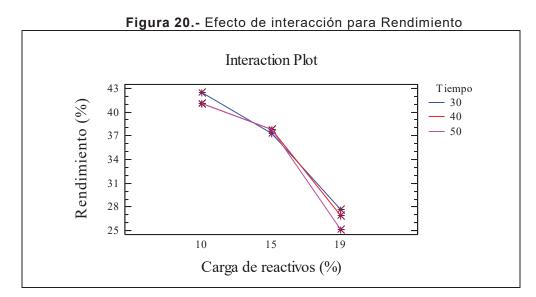


Tabla 2.- Prueba de Rangos Múltiples (PRM) para Rendimiento por Carga

Multiple 1	Range Tests :	for Rendimiento	by Carga	
Method: 9	5.0 percent 1	LSD		
Carga	Count	LS Mean	Homogeneous Gr	coups
19	 6	26.5833	Х	
15	6	37.6167	X	
10	6	41.55	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
10 - 15			*3.93333	0.0923524
10 - 19			*14.9667	0.0923524
15 - 19			*11.0333	0.0923524

Tabla 3.- Prueba de Rangos Múltiples (PRM) para Rendimiento por Tiempo

Multiple Rai	nge Tests fo	r Rendimiento b	y Tiempo	
	 O percent LS			
	-	LS Mean	Homogeneous Gr	oups
 50	6	34.7167	Х	
40	6	35.25	X	
30	6	35.7833	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
30 - 40			*0.533333	0.0923524
30 - 50			*1.06667	0.0923524
40 - 50			*0.533333	0.0923524

No. de Kappa

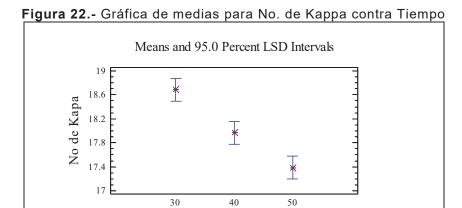
A continuación se presentan los resultados del efecto de los factores sobre el No. de Kappa. La tabla 4 corresponde al ANOVA y de acuerdo a la columna del valor p, cuyos valores son menores a 0.05, la hipótesis se rechaza, es decir, los efectos sí son significativos estadísticamente.

Tabla 4.- ANOVA para No. de Kappa.

14514 41 71110	vin para No. de Na	ppu.			
Analysis of Variance	for No de Kapa -	Type II	I Sums of Squar	es	
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	154.414	2	77.2072	914.30	0.0000
B:Tiempo	5.08778	2	2.54389	30.12	0.0001
INTERACTIONS					
AB	31.3556	4	7.83889	92.83	0.0000
RESIDUAL			0.0844444		
TOTAL (CORRECTED)	191.618				
All F-ratios are base	ed on the residual	mean s	quare error.		

En la figura 21 se puede observar que el mayor No. de Kappa se obtuvo con la menor Carga de reactivos (10%) mientras que para las dos cargas restantes (15 y 19%) el No. de Kappa es casi idéntico. En la figura 22 se aprecia que el mayor valor de No. de Kappa obtenido corresponde al menor tiempo. En la figura 23 se observa que el efecto de interacción es mínimo.

Figura 21.- Gráfica de medias para No. de Kappa contra Carga Means and 95.0 Percent LSD Intervals 23 No de Kapa 21 19 17 Ж Ж 15 10 15 19 Carga de reactivos (%)



Interaction Plot 27 Tiempo 30 25 40 No de Kapa - 50 23 21 19

15

Carga de reactivos (%)

19

10

17 15

Figura 23.- Efecto de interacción para No. de Kappa

Tiempo (min)

50

En la tabla 5 se ve que estadísticamente no existe una diferencia entre las cargas de 15% y 19%, pero sí de ambas con la carga de 10%. En la tabla 6 se ve que los tres niveles del factor tiempo presentan diferencia significativa.

Tabla 5.- PRM para No. de Kappa por Carga

Multiple Ra	nge Tests fo	or No de Kapa b	y Carga	
	0 percent LS		_	
Carga	Count	LS Mean	Homogeneous Gro	oups
 19	6	15.8	Х	
15	6	16.0833	X	
10	6	22.15	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
10 - 15			*6.06667	0.379532
10 - 19			*6.35	0.379532
15 - 19			0.283333	0.379532
* denotes a	statistical	lly significant	difference.	

Tabla 6.- PRM para No. de Kappa por Tiempo

Multiple	Range Tests	for No	de Kapa	by Tiempo	
Method: 9	95.0 percent	LSD			
Tiempo	Count	LS	Mean	Homogeneous	Groups
50	6	17.	.3833	Х	
40	6	17.	.9667	X	
30	6	18.	.6833	X	
Contrast				Difference	+/- Limits
30 - 40				*0.716667	0.379532
30 - 50				*1.3	0.379532
40 - 50				*0.583333	0.379532
 * denotes	a statistic	cally si	ignifica:	nt difference.	

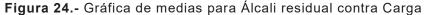
Álcali residual

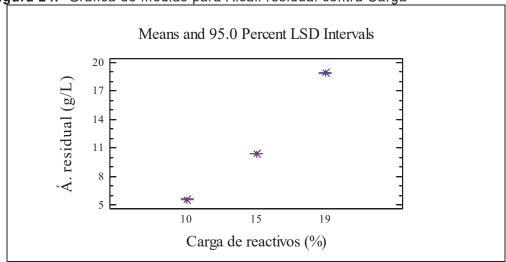
A continuación se presenta la tabla del ANOVA para el álcali residual del licor negro. Al igual que con las variables de respuesta anteriores, los valores p son menores a 0.05, lo que indica que sí hubo efecto significativo estadísticamente.

Tabla 7.- ANOVA para Álcali Residual

Analysis of Variance	for A residual -	Type I	II Sums of Squa	res	
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	548.481	2	274.241	61704.12	0.0000
B:Tiempo	15.9878	2	7.99389	1798.62	0.0000
INTERACTIONS					
AB	14.7822	4	3.69556	831.50	0.0000
RESIDUAL	0.04	9	0.00444444		
TOTAL (CORRECTED)	579.291	17			
All F-ratios are base	d on the residual	mean	square error.		

En la figura 24 se puede ver que a menor carga de reactivos corresponde menor álcali residual en el licor negro.





El factor Carga presentó un comportamiento lineal con un máximo de álcali residual en el nivel mayor (19%). El factor Tiempo no presentó un comportamiento lineal, y alcanzó el máximo nivel de álcali residual con un tiempo de 40 min, tal como se ve en la figura 25. En la figura 26 puede verse que la interacción fue casi nula.

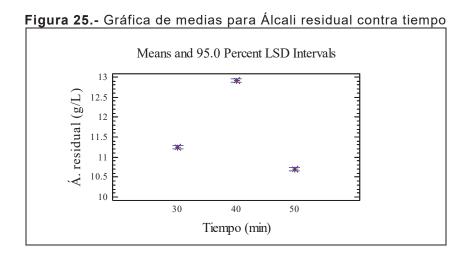
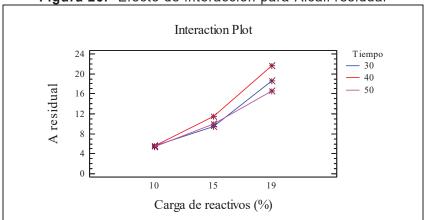


Figura 26.- Efecto de interacción para Álcali residual



Las tablas de PRM para álcali por Carga y por Tiempo (8 y 9) comprueban que hay una diferencia significativa para los tres niveles de cada factor.

Tabla 8.- PRM para Álcali residual por Carga

Multiple	Range 1	Tests	for	A residual	by Carga	· •
Method: 9	-			LS Mean	Homogeneous	Groups
10 15 19	6			5.56667 10.3833 18.9167	x x x	
Contrast					Difference	+/- Limits
10 - 15 10 - 19 15 - 19						0.0870707 0.0870707 0.0870707
* denotes	s a stat	tistic	ally	significa	nt difference.	

Tabla 9 PRM para Álcali residual por Tiempo						
Multiple R	ange Tests fo	or A residual B	oy Tiempo			
Method: 95	.0 percent LS	D				
Tiempo	Count	LS Mean	Homogeneous G	roups		
50	6	10.7	X			
30	6	11.25	X			
40	6	12.9167	X			
Contrast			Difference	+/- Limits		
30 - 40			*-1.66667	0.0870707		

*0.55

*2.21667

0.0870707

0.0870707

pH del Licor Residual

30 - 50

40 - 50

En la tabla 10 se presenta el ANOVA para pH del licor negro residual. El valor p para ambos factores es menor a 0.05, por lo que sí existe efecto significativo.

denotes a statistically significant difference

Tabla 10.- ANOVA para pH

Analysis of Variance	for pH - Type III	Sums	of Squares		
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	3.23111	2	1.61556	323.11	0.0000
B:Tiempo	0.0577778	2	0.0288889	5.78	0.0243
INTERACTIONS					
AB	0.0222222	4	0.0055556	1.11	0.4087
RESIDUAL	0.045	9	0.005		
TOTAL (CORRECTED)	3.35611	17			
All F-ratios are base	d on the residual	mean	square error.		

La figura 27 muestra que cuando la carga de reactivos es mayor, el pH residual también es mayor y viceversa. En la figura 28 y la tabla 12 se puede ver que no hay una diferencia significativa entre los niveles de 30 y 50 minutos del factor Tiempo, ya que el pH residual es casi idéntico.

Means and 95.0 Percent LSD Intervals

12.6

12.2

H 11.8

11.4

11

10

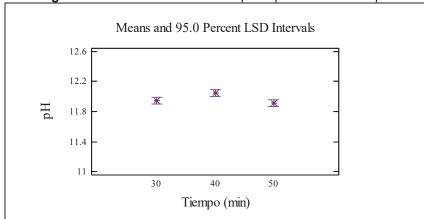
15

19

Carga de reactivos (%)

Figura 27.- Gráfica de medias para pH contra Carga





En la figura 29 puede apreciarse que las tres líneas son casi paralelas, lo que significa que el efecto de interacción es nulo.

Interaction Plot

12.6

12.2

Ha
11.8

11.4

10

15

19

Carga de reactivos (%)

Tabla 11.- PRM para pH por Carga

Multiple Ra	nge Tests fo	or pH by Carga		
 Method: 95.	0 percent LS	 SD		
Carga	Count	LS Mean	Homogeneous Gr	oups
 10	6	11.4833	X	
15	6	11.9167	X	
19	6	12.5167	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
10 - 15			*-0.433333	0.0923524
10 - 19			*-1.03333	0.0923524
15 - 19			*-0.6	0.0923524

Tabla 12.- PRM para pH por Tiempo

Multiple Ra	inge Tests fo	r pH by Tiempo		
Method: 95.	0 percent LS	D		
Tiempo	Count	LS Mean	Homogeneous Gr	oups
50	6	11.9167	Х	
30	6	11.95	X	
40	6	12.05	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
30 - 40			*-0.1	0.0923524
30 - 50			0.0333333	0.0923524
40 - 50			*0.133333	0.0923524

7.1.2.- Diseño 2º con punto central

Se aplicó un diseño experimental de 2º utilizando los niveles de cada factor que arrojaron mejores resultados para la variable Rendimiento. Se debe recordar que maximizar el rendimiento es el objetivo principal en un proceso de pulpeo. Para el factor Carga, los niveles fueron 10 y 15%, mientras que para el factor tiempo fueron de 30 y 40 minutos.

Analysis of Variar	nce for Rendimiento				
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Carga	35.9976	1	35.9976	1437.12	0.0000
B:Tiempo	0.437112	1	0.437112	17.45	0.0087
AB	1.87211	1	1.87211	74.74	0.0003
blocks	0.00361	1	0.00361	0.14	0.7198
Total error	0.125242	5	0.0250485		
Total (corr.)	38.4357	9			
R-squared = 99.674	42 percent				
R-squared (adjuste	ed for $d.f.$) = 99.511:	2 perce	ent		

En la figura 30 se puede ver que el factor Carga es el que más influye en el rendimiento, mientras que la influencia del factor Tiempo es mínima. Esto mismo se corrobora en la figura 31, en la que la línea que representa el factor Carga presenta una inclinación mayor que la línea del factor Tiempo, la cual está casi horizontal. Esto también coincide con el ANOVA de la tabla 13.

Figura 30.- Gráfica de Pareto

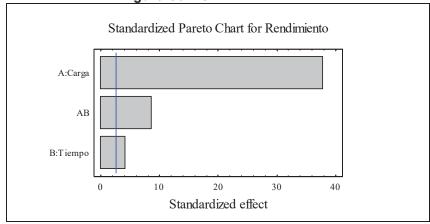
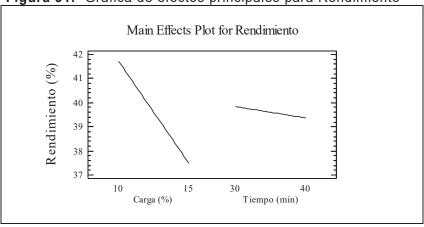


Figura 31.- Gráfica de efectos principales para Rendimiento



En la figura 32 puede verse que las líneas se cruzan, pero su pendiente es similar, por lo que la interacción es muy poca.

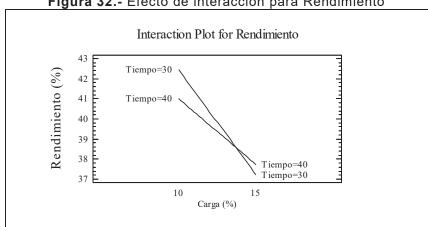


Figura 32.- Efecto de interacción para Rendimiento

En la figura 33 se presenta la gráfica de superficie de respuesta y en ella se puede visualizar el comportamiento de la variable Rendimiento respecto a los factores Carga y Tiempo. Puede verse que el mayor Rendimiento alcanzado (42.4398 %, según la tabla 14) se obtuvo con la carga de 10% y el tiempo de 30 minutos.

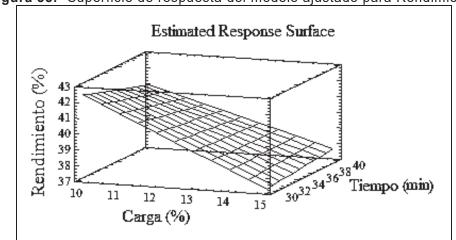


Figura 33.- Superficie de respuesta del modelo ajustado para Rendimiento

Tabla 14.- Tabla de respuesta óptima

Optimize Response								
Goal: maximize	Goal: maximize Rendimiento							
Optimum value = 42.4398								
Factor Low High Optimum								
Carga	10.0	15.0	10.0					
Tiempo	30.0	40.0	30.0					

En la tabla 15 se presenta el modelo de regresión ajustado que describe el comportamiento de la variable Rendimiento en cualquier punto de la región experimental.

Tabla 15.- Modelo de regresión ajustado

```
Regression coeffs. for Rendimiento

constant = 68.7747

A:Carga = -2.203

B:Tiempo = -0.5305

AB = 0.0387

The StatAdvisor

This pane displays the regression equation which has been fitted to the data. The equation of the fitted model is

Rendimiento = 68.7747 - 2.203*Carga - 0.5305*Tiempo + 0.0387*Carga*Tiempo
```

7.2.- E. saligna

7.2.1.- Diseño 3X3

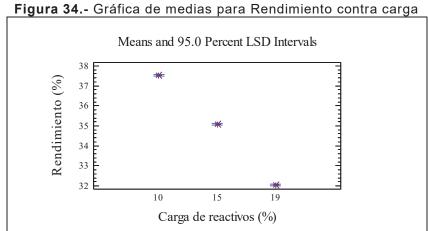
Rendimiento

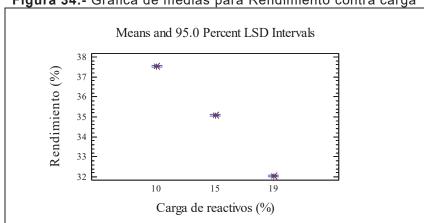
A continuación se presenta la tabla 16 de Análisis de Varianza para el Rendimiento. Los valores p son menores a 0.05, con lo que la hipótesis queda descartada y se interpreta que sí existe efecto estadísticamente significativo de los dos factores contra la variable de respuesta.

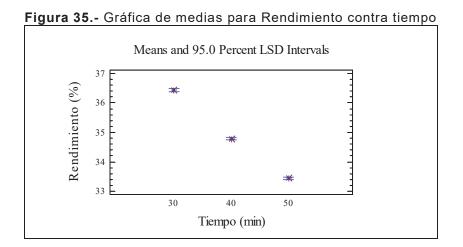
Tabla 16.- ANOVA para Rendimiento

Analysis of Variance for Rendimiento - Type III Sums of Squares						
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value	
MAIN EFFECTS						
A:Carga	90.5411	2	45.2706	10185.88	0.0000	
B:Tiempo	26.8011	2	13.4006	3015.13	0.0000	
INTERACTIONS						
AB	6.15556	4	1.53889	346.25	0.0000	
RESIDUAL	0.04	9	0.00444444			
TOTAL (CORRECTED)	123.538	17				
All F-ratios are base	ed on the residual	mean	square error.			

En las gráficas de medias para Rendimiento (Figuras 34 y 35) se ve claramente que los niveles de 10% de Carga y 30 minutos de Tiempo son los que producen mayor Rendimiento, mientras que 19% y 50 minutos dan como resultado un Rendimiento menor.







Prácticamente no existe interacción de los factores, como puede verse en la figura 36.

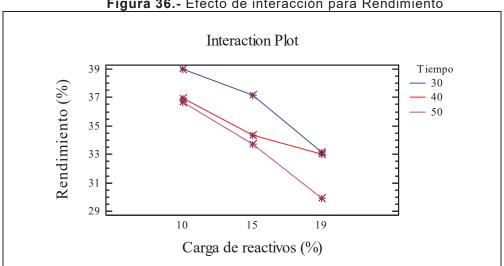


Figura 36.- Efecto de interacción para Rendimiento

Las tablas de PRM para Rendimiento (17 y 18) corroboran lo señalado por la Tabla 16 sobre la existencia de efecto significativo en ambos factores.

Tabla 17 - PRM para Rendimiento por Carga

	ıabı	a 17 PRM para	Renaimiento poi	r Carga
Multiple	Range Tests fo	r Rendimiento by	Carga	
	5.0 percent LS			
Carga	Count	LS Mean	Homogeneous	Groups
19	6	32.05	Х	
15	6	35.0833	X	
10	6	37.5333	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
10 - 15			*2.45	0.0870707
10 - 19			*5.48333	0.0870707
15 - 19			*3.03333	0.0870707
* denotes	a statistical	ly significant d	ifference.	

Tabla 18.- PRM para Rendimiento por Tiempo

Multiple	Range Tests	for R	endimiento	by Tiempo		
	95.0 percent					
Tiempo	Count	L	S Mean	Homogeneous	Groups	
50	6	3	3.45	Х		
40	6	3	4.7833	X		
30	6	3	6.4333	X		
Contrast				Difference	+/-	Limits
30 - 40				*1.65	0.087	 0707
30 - 50				*2.98333	0.087	0707
40 - 50				*1.33333	0.087	0707
* denote:	s a statistic	cally	significant	difference.		

No. de Kappa

La tabla 19 de ANOVA para el No. de Kappa, así como las tablas de PRM (20 y 21) señalan que sí hay efecto significativo de los factores Carga y Tiempo sobre la variable de respuesta.

Tabla 19.- ANOVA para No. de Kappa.

Analysis of Variance	for No de Kappa	No de Kappa - Type III Sums of Squares				
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value	
MAIN EFFECTS						
A:Carga	163.498	2	81.7489	16349.78	0.0000	
B:Tiempo	28.5911	2	14.2956	2859.11	0.0000	
INTERACTIONS						
AB	7.62222	4	1.90556	381.11	0.0000	
RESIDUAL	0.045	9	0.005			
TOTAL (CORRECTED)	199.756	17				
All F-ratios are bas	ed on the residua	l mean	square error.			

En las figuras 37 y 38 puede observarse que los niveles que produjeron mayor No. de Kappa fueron 10% y 30 minutos, mientras que los que resultaron en Kappas menores fueron 19% y 50 minutos.

Figura 37.- Gráfica de medias para No. de Kappa contra Carga Means and 95.0 Percent LSD Intervals 20 18 No de Kappa 16 14 12 10 10 15 Carga de reactivos (%)

Means and 95.0 Percent LSD Intervals 16 No de Kappa 15 14 13 12 40 30 50 Tiempo (min)

Figura 38.- Gráfica de medias para No. de Kappa contra Tiempo

Según la figura 39, hay interacción leve entre el Tiempo de 30 minutos y el de 40, sin embargo entre éstos y el de 50, la interacción no existe.

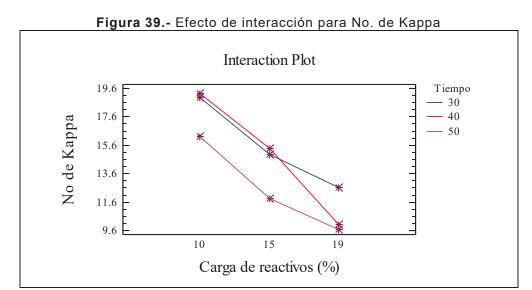


Tabla 20.- PRM para No. de Kappa por Carga

Method: 95.0) percent LS	SD		
	-	LS Mean	Homogeneous Gi	coups
 19	6	10.7833	Х	
15	6	14.05	X	
10	6	18.15	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
 10 - 15			*4.1	0.0923524
10 - 19			*7.36667	0.0923524
15 - 19			*3.26667	0.0923524

Tabla 21.- PRM para No. de Kappa por Tiempo

Multiple Rar	ige Tests fo	r No de Kappa	by Tiempo	
 Method: 95.0	percent LS			
	-	LS Mean	Homogeneous G	roups
 50	6	12.5833	Х	
4 0	6	14.8833	X	
30	6	15.5167	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
30 - 40			*0.633333	0.0923524
30 - 50			*2.93333	0.0923524
40 - 50			*2.3	0.0923524

Álcali residual

Tanto la tabla 22 de ANOVA para álcali residual como las de PRM (23 y 24) indican que sí hay una diferencia estadísticamente significativa producida por los dos factores.

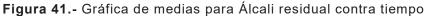
Tabla 22.- ANOVA para Álcali Residual

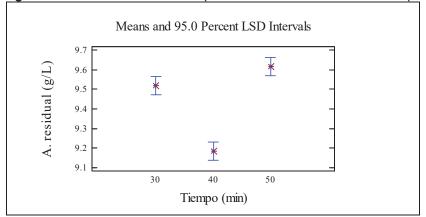
Analysis of Variance	for Aresidual - 5	Type II	I Sums of Square	es	
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	220.058	2	110.029	22005.78	0.0000
B:Tiempo	0.617778	2	0.308889	61.78	0.0000
INTERACTIONS					
AB	0.342222	4	0.0855556	17.11	0.0003
RESIDUAL	0.045	9	0.005		
TOTAL (CORRECTED)	221.063	17			
All F-ratios are base	ed on the residual	 L mean	square error.		

El álcali residual que está presente en el licor negro indica que parte de la sustancia del licor de cocción no reaccionó, por lo que es deseable minimizar ésta variable. Los niveles que arrojaron el menor nivel de álcali residual fueron 10% de carga y 40 minutos, como lo señalan las figuras 40 y 41.

Means and 95.0 Percent LSD Intervals 15.3 A. residual (g/L) 13.3 11.3 9.3 7.3 19 15 Carga de reactivos (%)

Figura 40.- Gráfica de medias para Álcali residual contra Carga





El efecto de interacción fue mínimo, como puede verse en la figura 42, donde a pesar de que las líneas se alcanzan a cruzar, son casi paralelas.

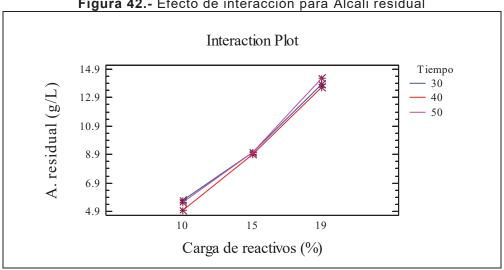


Figura 42.- Efecto de interacción para Álcali residual

Tabla 23.- PRM para Álcali residual por Carga

Multiple	Range Test	s for	Aresidual	by	Carga	•			
Method: Carga	95.0 percer Cour		LS Mean		Homogeneous	Groups			
10 15 19	6 6 6		5.38333 9.01667 13.9167		X X X				
Contrast					Difference		+/-	Limits	
10 - 15 10 - 19 15 - 19					*-3.63333 *-8.53333 *-4.9		0.09	23524 23524 23524	
* denote	s a statist	icall	y signific	ant	difference.				

Tabla 24.- PRM para Álcali residual por Tiempo

	Tubiu	27. - 1 Kivi pai	ia Aicaii residuai poi T	Tompo
Multiple Ra	inge Tests fo	r Aresidual b	y Tiempo	
 Method: 95.	0 percent LS	 D		
Tiempo	Count	LS Mean	Homogeneous Gr	oups
40	6	9.18333	Х	
30	6	9.51667	X	
50	6	9.61667	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
30 - 40			*0.333333	0.0923524
30 - 50			*-0.1	0.0923524
40 - 50			*-0.433333	0.0923524
* denotes a	statistical	ly significan	t difference.	

pH del licor negro

En la tabla 25 se presenta el ANOVA para el pH del licor residual. El valor p para el factor Carga es menor a 0.05, pero para el factor Tiempo y para la interacción es mayor, lo que índica que para éstos últimos el efecto no es estadísticamente significativo sobre la variable de respuesta. La figura 44 y la tabla 27 corroboran la ausencia de diferencia significativa.

Tabla 25.- ANOVA para pH

Analysis of Variance	for pH - Type III	Sums o	f Squares		
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Carga	1.96	2	0.98	196.00	0.0000
B:Tiempo	0.0133333	2	0.00666667	1.33	0.3111
INTERACTIONS					
AB	0.0266667	4	0.00666667	1.33	0.3294
RESIDUAL	0.045	9	0.005		
TOTAL (CORRECTED)	2.045	17			
All F-ratios are base	ed on the residual	mean s	quare error.		

En la figura 43 puede verse que el menor nivel de pH se obtuvo con la menor carga de reactivos y viceversa.

Figura 43.- Gráfica de medias para pH contra Carga

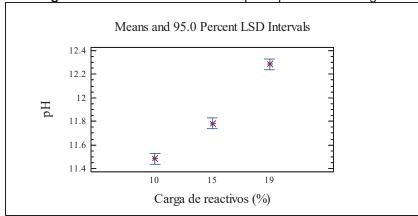
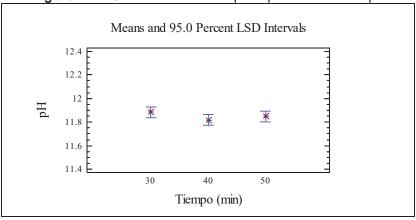


Figura 44.- Gráfica de medias para pH contra Tiempo



Existe un poco de interacción de los factores, según se ve en la figura 45.

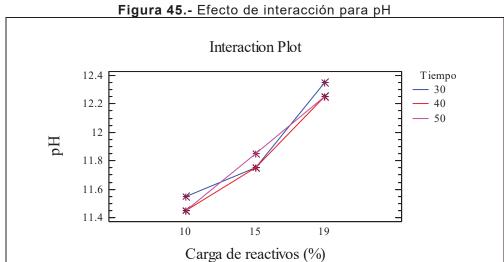


Tabla 26.- PRM para pH por Carga

		Tabla 20 FIX	vi para pH por Carga	1
Multiple Ra	nge Tests fo	r pH by Carga		
Method: 95.	0 percent LS	D		
Carga	Count	LS Mean	Homogeneous Gi	roups
10	6	11.4833	X	
15	6	11.7833	X	
19	6	12.2833	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
 10 - 15			*-0.3	0.0923524
			* * * *	
10 - 19			*-0.8	0.0923524
15 - 19			*-0.5	0.0923524

Tabla 27.- PRM para pH por Tiempo

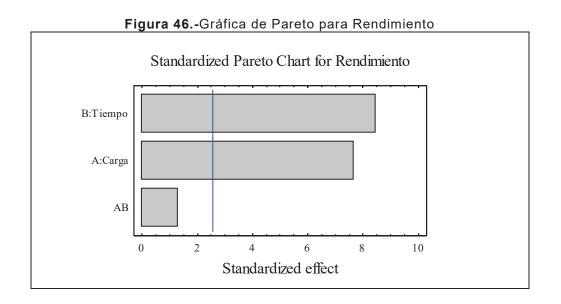
Multiple 1	Range Tests f	or pH by Tiempo		
Method: 9	5.0 percent L	 SD		
Tiempo	Count	LS Mean	Homogeneous Gro	oups
40	6	11.8167	Х	
50	6	11.85	X	
30	6	11.8833	X	
Contrast			Difference	+/- Limits
30 - 40			0.0666667	0.0923524
30 - 50			0.0333333	0.0923524
40 - 50			-0.0333333	0.0923524

7.2.2.- Diseño 2º con punto central

En la tabla 28 de ANOVA para el diseño 2º puede observarse que los factores Carga y Tiempo tienen valores p menores a 0.05, lo que quiere decir que estos efectos sí son significativos, mientras que la interacción no lo es. Esto también puede verse en la figura 46.

Tabla 28.- ANOVA para Rendimiento

Analysis of Varia	nce for Rendimiento				
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Carga	9.65801	1	9.65801	58.92	0.0006
B:Tiempo	11.737	1	11.737	71.60	0.0004
AB	0.277513	1	0.277513	1.69	0.2499
blocks	0.00729	1	0.00729	0.04	0.8413
Total error	0.819583	5	0.163917		
Total (corr.)	22.4994	9			
R-squared = 96.35	73 percent				
R-squared (adjust	ed for $d.f.$) = 94.536	percen	it		



UMSNH

Figura 47.- Gráfica de efectos principales para Rendimiento

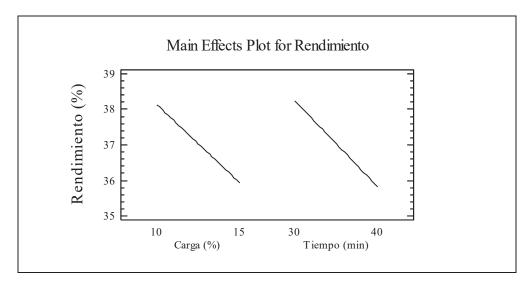
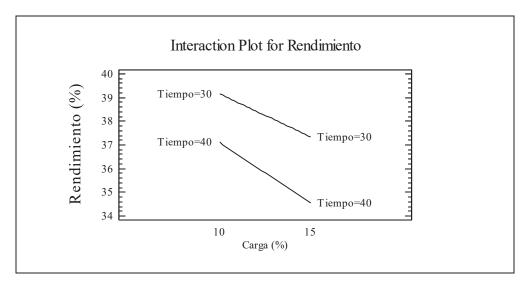


Figura 48.- Efecto de Interacción



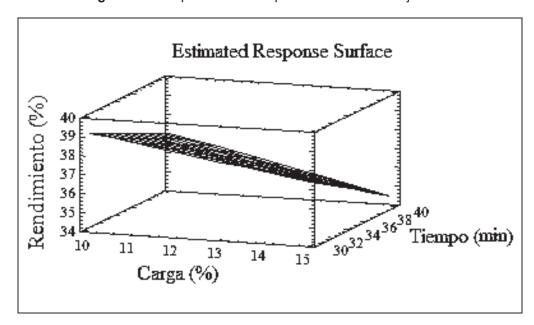


Figura 49.- Superficie de respuesta del modelo ajustado

En la figura 49 y la tabla 29 puede verse que el mayor Rendimiento alcanzado (39.1568%) se logra con niveles de 10% de Carga y 30 minutos

Tabla 29.- Respuesta óptima

- I date and the second optimal			
Optimize Respon	ise		
Goal: maximize Rendimiento			
Optimum value = 39.1568			
Factor	Low	High	Optimum
Carga	10.0	15.0	10.0
Tiempo	30.0	40.0	30.0

En la tabla 30 se presenta el modelo de regresión ajustado que describe el comportamiento de la variable Rendimiento en cualquier punto.

Tabla 30.- Modelo de regresión ajustado

```
Regression coeffs. for Rendimiento

constant = 44.4867
A:Carga = 0.082
B:Tiempo = -0.056
AB = -0.0149

The StatAdvisor

This pane displays the regression equation which has been fitted to the data. The equation of the fitted model is

Rendimiento = 44.4867 + 0.082*Carga - 0.056*Tiempo - 0.0149*Carga*Tiempo
```

8. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados del pulpeo a la sosa en madera de Eucalyptus camaldulensis y de E. saligna, en la primer etapa del diseño experimental 3x3, son semejantes en relación al comportamiento del Rendimiento por efecto de la carga de reactivos; en ambos casos se aprecia que a mayor carga de reactivos, menor es el rendimiento (Fig. 18 y Fig. 34), lo que coincide con la literatura, pues puede existir un sobrecocimiento que repercute en eliminación de hemicelulosas y de la misma celulosa (Casey 1990). De manera parecida es el comportamiento de los resultados de esta experimentación para ambas especies en relación al tiempo de cocción, observando menor rendimiento a mayor tiempo de cocimiento (Fig. 19 y Fig. 35), coincidiendo con lo reportado en la literatura (Casey 1990), además el mismo efecto de la carga de reactivos y del tiempo de cocción sobre el rendimiento fue también observado en cocimientos a la sosa en E. citriodora (Rodríguez 2006) y en E. robusta (Trujillo 2006). De manera análoga fueron los resultados obtenidos al evaluar el número de Kappa en las pulpas obtenidas en ambas especies, a mayor carga de reactivos (Fig. 21 y Fig. 37) y mayor tiempo de cocción (Fig. 22 y Fig. 38) menor número de kappa, es decir, menor cantidad de lignina residual en la pulpa, lo que significa mayor deslignificación por efecto de estas dos variables, coincidiendo con datos de la literatura (Casey 1990), e igualmente fue observada la misma tendencia del efecto de la carga de reactivos y del tiempo de cocción sobre el número de Kappa para E. citriodora (Rodríguez 2006) y para E. robusta (Trujillo 2006). Para el caso del análisis del álcali residual en el licor de cocción después del proceso de pulpeo, los resultados indican un comportamiento normal, a excepción de los resultados en la variable de tiempo de cocimiento (Fig. 25 y Fig. 41), pues es de esperarse que a mayor tiempo de reacción (cocción de la madera con el licor blanco) mayor es el consumo de reactivos químicos y por lo tanto menor deberá ser la cantidad de álcali residual (Casey 1990); las diferencias observadas pudieran deberse a un error experimental. Por otra parte, los resultados de la medición del pH en el licor residual, son semejantes para ambas especies de madera estudiadas (Fig. 27 y Fig. 28; Fig. 43 y Fig. 44).

Para el caso de la segunda etapa del diseño de experimentación 2^2 , los resultados obtenidos para maximizar el rendimiento sugieren que las condiciones óptimas de cocción, tanto para *E. camaldulensis* (Tabla 14) como para *E. saligna* (Tabla 29), son 10 % de carga de reactivos y 30 minutos de cocimiento a la temperatura máxima de 175 °C; para el primer caso el rendimiento máximo fue 42.4 % y para el segundo 39.2 %. El primer valor se encuentra dentro del rango reportado para el caso de pulpeo a la sosa (40 – 45 %) (Casey 1990) y el segundo ligeramente debajo de dicho rango. Otras experiencias sobre pulpeo a la sosa reportan rendimiento de 47.9 % para *E. citriodora* (Rodríguez 2006) y de 47.7 % para *E. robusta* (Trujillo *et al.* 2007), valores mayores a los reportados como rango de rendimiento (Casey 1990) y a los obtenidos en esta investigación; diferencias que pueden ser atribuidas a las características intrínsecas de las especies de eucalipto y a las condiciones del proceso de pulpeo.

9. CONCLUSIONES

9.1 E. camaldulensis

Los niveles de 10% de Carga y 30 minutos fueron los que produjeron el Rendimiento más alto (42.4398%). Al aumentar los niveles, sobre todo del factor Carga, el Rendimiento de la pulpa bajaba significativamente, llegando a alrededor de 26%. Los No. de Kappa obtenidos van desde el 15.8 hasta el 22.15, siendo los niveles menores de Carga y Tiempo los que dieron los No. de Kappa mayores y viceversa. Los niveles de álcali residual comparados contra el factor Carga coincidieron con lo esperado, a menor Carga, menor álcali residual, mientras que para el factor Tiempo el comportamiento fue irregular, pues el valor mínimo correspondió al máximo tiempo (50 min) y el valor máximo de álcali correspondió a 40 minutos. Los niveles del pH en el licor residual fueron entre 11.5 y 12.5, coincidiendo los niveles menores de carga con el pH residual más bajo.

9.2 E. saligna

El máximo rendimiento alcanzado fue de 39.1568%, y se logró con los niveles más bajos de Carga y Tiempo, 10% y 30 minutos. También en este caso a mayores niveles de reactivo y tiempo correspondieron menores niveles de rendimiento. El rango del No. de Kappa fue menor que el que se obtuvo en *E. camaldulensis*, pues se obtuvo entre 12.6 y 18, También aquí los niveles más bajos de Carga y tiempo produjeron Nos. De Kappa más altos. La gráfica de álcali residual contra Carga muestra que a menor Carga, menor nivel de álcali; la gráfica de álcali contra Tiempo en este caso también fue irregular, pues el nivel más bajo corresponde a 40 minutos y el más alto a 50. Los niveles de pH obtenidos van desde el 11.5 y 12.3.

UMSNH

10. RECOMENDACIONES

- Realizar cocciones utilizando rangos más bajos
- Elaborar hojas con la pulpa obtenida y realizar pruebas físico-mecánicas
- Aplicar secuencias de blanqueo a la pulpa
- Mezclar las pulpas obtenidas con pulpa de fibra larga para elaborar hojas y medir su resistencia

11. BIBLIOGRAFÌA

Biermann, Ch. 1996. Handbook of pulping and papermaking. Academy Press. E.U.

Casey, JP. 1990. Pulpa y papel – química y tecnología química. Vol. 1. LIMUSA. México.

d'A Clark, J. 1985 Pulp technology and treatment for paper. Millar Freeman Publications. E.U.

Gabriel Parra, R. 2005. Obtención de pulpa kraft a partir de madera de *Eucalyptus saligna*. Tesis profesional. UMSNH. México

Gabriel Parra, R. Rivera Prado, JJ. Sanjuán Dueñas R. Rutiaga Quiñones, JG. 2005. Blanqueo de la pulpa celulósica de *Eucalyptus saligna* Smith, utilizando secuencias clorada y libre de cloro. VII Congreso Mexicano de Recursos Forestales. Chihuahua, México. Memorias.

Jiménez, F. Pulpeo kraft en madera de *Mangifera indica* L. (mango) Tesis profesional. UMSNH. México. 2004

Libby, CE, 1980. Ciencia y tecnología sobre pulpa y papel. Tomo I. C.E.C.S.A. México.

Martínez, J. Eucaliptos en la producción de maderas con fines industriales para Michoacán. Tesis profesional. UMSNH.

Montgomery, DC. 1991. Diseño y análisis de experimentos. Grupo Editorial Iberoamérica. México.

Montoya, JM.1995. El eucalipto. Mundi-Prensa. España.

Ortega Mora, JR. 2005. Obtención de pulpa kraft a partir de madera de *Eucalyptus camaldulensis* Dehnh. Tesis profesional. UMSNH. México.

Ortega Mora, JR. R. Rivera Prado, JJ. Sanjuán Dueñas R. Rutiaga Quiñones, JG. 2005. Blanqueo de la pulpa celulósica de *Eucalyptus camaldulensis* Dehnh. Encuentro Nacional de la AMIDIQ. Acapulco, México. Artículo en extenso. Memorias en CD.

Rodríguez García, V. 1971. Estudio cinético de un proceso a la sosa con madera de eucalipto para la obtención de celulosa. Tesis profesional. Universidad de Gudalajara. México.

Rodríguez Olalde, NE. 2006. Obtención de pulpa por proceso Kraft y a la sosa y su blanqueo a partir de madera de *Eucalyptus citriodora* Hook. Tesis de Maestría. UMSNH. México.

Rodríguez Olalde, NE. Vargas Radillo, JJ. Rivera Prado, JJ. Castillo Maciel, LG. Sanjuán Dueñas, R. Rutiaga Quiñones, JG. 2006. Proceso de pulpeo Kraft utilizando madera de *Eucalyptus citriodora* Hook. XXVII Encuentro Nacional de la AMIDIQ. Ixtapa Zihuatanejo. México. Memorias.

Rutiaga Quiñones, JG. Gabriel Parra, R. Castillo Maciel, LG. Vargas Radillo, JJ. Sanjuán Dueñas, R.2005. Pulpeo Kraft en madera de *Eucalyptus saligna*. Taller de Desarrollo Forestal Sostenible DEFORS. Comisión No. 1 "Taller de Tecnología de la madera y productos forestales". Cuba. Memorias de trabajo en CD.

Sanjuán Dueñas, R. 1995. Guía práctica para la especialidad en celulosa y papel I. Universidad de Guadalajara. México.

Sanjuán Dueñas, R. 1997. Obtención de pulpas y propiedades de las fibras para papel. Universidad de Guadalajara. México.

Rutiaga Quiñones, JG. Ortega Mora, JR. Gabriel Parra, R. Rodríguez Olalde, NE. Trujillo Jiménez, U. 2006. Caracterización física y mecánica de diferentes pulpas celulósicas a partir de maderas de *Eucalyptus* spp. 1er Congreso IDEAR para el futuro de Michocán. COECYT. México. Memorias en CD.

TAPPI. 2000. TAPPI Test Methos. TAPPI Press. Atlanta, E.U.

Trujillo, U. 2006. Obtención de pulpa por proceso Kraft y a la sosa y su blanqueo a partir de madera de *Eucalyptus robusta*. Tesis de Maestría. UMSNH. México.

Trujillo-Jiménez U, Vargas-Radillo JJ, Becerra-Aguilar B, Sanjuán-Dueñas R, Rutiaga-Quiñones JG 2007. Pulpeo a la sosa a partir de madera de *Eucalyptus robusta* Sm. VIII Congreso Mexicano de Recursos Forestales. Morelia, México. Libro de Resúmenes

s/a. 1956. El eucalipto en la repoblación forestal. Roma, Italia.

Hemeroteca en Internet

- http://148.233.168.204/produccion/plantaciones/plc1.pdf
- www.aeroparget.com.eucarojo.html
- -http://agrobyte.lugo.usce.es/agrobyte/publicaciones/eucalipto/1introduccion.html
- www.aldeaforestal.cl/manual/contenido/especies/camaldulensis/esp0125.htm
- www.arboles.org/paginas/eucalyptus camaldulensis.html
- http://cat.inist.fr/amodele=afficheN&cpsidt=115868559
- www.dn.com.au
- http://home.utad.pt/~floresta/LPF/eucalyptus camaldulensis
- www.metrotrees.com.au
- http://palimpsest.stanford.edu/don/dt/dt3189.html

12. APÉNDICE

Las técnicas utilizadas para la determinación del No. de Kappa y el análisis del licor negro fueron tomadas del Manual de Laboratorio de Química de las Materias Primas IV, de la FITECMA y se citan a continuación. Para ambas técnicas los análisis se hicieron por triplicado y se promediaron los valores obtenidos.

No. de Kappa:

- Se pesa aproximadamente 1 g de pulpa húmeda y se mete al horno de secado hasta que está completamente seca. Se pesa y con esos datos se calcula el % de humedad de la pulpa.
- Se pesan 3 g de pulpa húmeda y se corrige el peso por el % de humedad.
- La pulpa se desfibra y se agrega en un vaso de precipitado de 1000 ml que contiene 400 ml de agua destilada. Se agita 3 minutos
- Se agregan al mismo tiempo 50 ml de KMnO₄ 0.1N y 50 ml de H₂SO₄ 4N y se agita durante 10 minutos
- Se adicionan 10 ml de Kl 1N y unas gotas de almidón
- Se titula con Na₂S₂O₃ 0.2N y se registran los ml consumidos como T
- Se hace una corrida sin pulpa y se registran los ml de Na2S2O3 como B
- Se calcula el No. de Kappa con la fórmula:

$$No.deKappa = \frac{B-T}{Ws}$$
 donde Ws es el peso de la pulpa base seca

Análisis del licor negro:

- Se agregan 250 ml de agua destilada a un vaso de precipitado
- Se añaden 10 ml del licor negro
- Se toma la lectura del pH con el potenciómetro
- Se titula con HCl 0.322N hasta que el pH llegue a 8.3
- La lectura de HCl consumido corresponde al álcali residual.