ESTUDIO TÉCNICO – ECONÓMICO DE LA PRODUCCIÓN DE CELULOSA MICROCRISTALINA

Mirta Gomez, Roberto Melo.
Depto. Ingeniería Química - Facultad de Ingeniería - Universidad de Concepción
Casilla 160 C - Correo 3 - Concepción
rmelo@diq.udec.cl

RESUMEN

En el presente trabajo se estudia la obtención de celulosa microcristalina mediante el proceso de hidrólisis con HCl a concentraciones de 2 a 3N y temperaturas desde 80 °C hasta los 100°C. Los datos de hidrólisis se han ajustado satisfactoriamente a un modelo estadístico para determinar el grado de polimerización de la celulosa microcristalina obtenida, como función de la concentración de HCl, temperatura y tiempo de hidrólisis. Un estudio económico permite determinar las condiciones técnicas y económicas que favorecen la rentabilidad del proyecto.

1. INTRODUCCIÓN

Continuamente se ha ido avanzando en la dirección de aprovechar en mejor forma la madera con el objetivo de darle uso integral a los distintos componentes que posee: celulosa, hemicelulosas, lignina, ceras y resinas. Un ejemplo de ello es la búsqueda de aplicaciones de la lignina o ampliando los campos de utilización de la celulosa, compuesto que posee importancia industrial debido a su mayor proporción en la célula vegetal. La celulosa y sus derivados han encontrado una amplia aplicación en diversos campos industriales: papel y cartón, fibras artificiales, explosivos, azúcares, etc.

La celulosa microcristalina se define como una celulosa natural, derivada de pulpas de madera de alto grado de pureza, que se depolimeriza parcialmente mediante hidrólisis ácida, y se reduce a polvo. Es un polvo blanco, inodoro, insípido, virtualmente libre de contaminantes orgánicos e inorgánicos. Insoluble en agua, en ácidos diluidos y en la mayoría de los solventes orgánicos. Se dispersa en agua y tiene las propiedades de una goma. **[1]**

Debido a la naturaleza química de este producto (celulosa de alta pureza) y su estructura física (gran área superficial), lo vuelven un producto con amplias posibilidades de aplicación como ser en farmacia, cosmética , alimentos, catálisis, cromatografía, adsorción, pseudopigmentos, aglomerados y aislantes térmicos, etc. En la industria farmacéutica se les usa como excipiente y coadyuvantes de preparados y en un área más restringida como principio activo, particularmente inhibidores del apetito **[2]**. Las formas en que se encuentra la celulosa microcristalina es en suspensión coloidal o en polvo.

Se aborda el estudio del aislamiento de la fracción cristalina de la celulosa, potenciando dicho estudio con una evaluación económica de producir a escala nacional celulosa microcristalina, impulsado esto por el hecho de que no se produce en Chile, lo que permitirá diversificar el mercado de la celulosa, resultando de un producto con valor agregado factible de ser exportado.

2. OBJETIVO GENERAL

El objetivo de este trabajo es determinar la factibilidad técnico económica de la producción de celulosa microcristalina en base a productos locales.

3. HIDRÓLISIS ÁCIDA

3.1 ANTECEDENTES GENERALES

3.1.1 Composición Química de la Madera

La madera es una sustancia constituida por muchos componentes químicos, los cuales varían de especie en especie, a lo largo del árbol y en la pared celular. Estos componentes se pueden clasificar en celulosa, poliosas, lignina, extraíbles y cenizas. En general el contenidos en celulosa es de un 88 - 94%.

La celulosa consiste en una larga cadena de núcleos glucopiranósicos unidos a través de sus carbones 1 y 4, con enlaces betaglucosídicos, donde los grupos se invierten alternadamente para adoptar la posición geométrica que favorece el enlace betaglucosídico. Luego la celulosa es depositada en la pared celular, en una estructura ordenada: la fibrila elemental.

La determinación de la viscosidad de una solución diluida de celulosa o de uno de sus derivados es el medio más sencillo y útil de obtener el peso molecular y el grado de polimerización. La determinación de α- celulosa permite tener una idea aproximada de la distribución del peso molecular, donde las moléculas de celulosa en la fracción de α - celulosa tienen grado de polarización de más de 200.

Las cadenas celulósicas se agrupan formando filamentos que se unen por los extremos con un cierto traslapo y se reagrupan originando cordones. En estos cordones existen zonas cristalinas y amorfas alternadas que explican el comportamiento de la pared celular frente al ataque de reactivos, donde la zona amorfa es más susceptible de romperse y se conoce como depolimerización de cadenas. En la zona cristalina, las cadenas de celulosa se ordenan en forma paralela y en las zonas amorfas no tienen ordenación alguna. El material cristalino generalmente está presente en un 60 a 70 %.

Las reacciones químicas que se observan en la molécula de celulosa son características de los grupos que la componen, pudiendo dar productos de oxidación, adición y sustitución, además de degradación hidrolítica, de tipo ácida ó alcalina donde se produce la ruptura de enlaces entre las moléculas de glucosa. [3]

3.1.2. Antecedentes sobre la celulosa microcristalina

Los antecedentes sobre la celulosa microcristalina actualmente son abundantes, pero ellos tienen como base innumerables estudios que datan de mucho tiempo atrás.

Una de las primeras referencias del estudio de la celulosa microcristalina es realizado por O. A. Battista, [4]. En dicho trabajo se destaca que las propiedades únicas de la celulosa microcristalina obtenida a partir de hidrólisis ácida se debe a su particular tamaño y distribución de partículas. La celulosa microcristalina obtenida en forma de polvo blanco presenta un tamaño de partícula de 1- 40 micrómetros Y utilizando apropiadamente un medio de desintegración mecánica en medio acuoso, el tamaño de partícula que se logra es de 150 a 50000 Amstrong (5 micrómetros).

En la actualidad, se encuentran numerosos artículos que se relacionan a la producción y a la investigación de la celulosa microcristalina. Entre ellos se tiene el trabajo realizado por A. Tikhomirov, y R. Bulanov, durante el año 1999 en Rusia,[5], al patentar la producción de celulosa microcristalina a partir de desechos de algodón, mediante hidrólisis ácida con una mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico. P. Jollez, E. Chornet y S. Cloutier de Canadá, en mayo del 2000 [6], patentaron un proceso de producción de celulosa microcristalina de bajo grado de polimerización, donde lo novedoso es la utilización de etapas de compresión y descompresión durante la hidrólisis.

De todos los antecedentes reunidos, se debe destacar que aun en 50 años de investigación sobre la obtención de la celulosa microcristalina, el método tradicional de purificación de la celulosa, la hidrólisis ácida, continúa vigente. Los ácidos utilizados son de tipo inorgánico, como el ácido clorhídrico, nítrico, sulfúrico, etc. Y las variantes que se encuentran en los distintos artículos son la materia prima o la tecnología usada, como en el caso de la producción de celulosa microcristalina por un proceso continuo de extrusión reactiva, patente estadounidense de mayo del año 2001 [7].

En resumen se pueden obtener derivados de celulosa de dos maneras: Por modificaciones físicas y/o físico-químicas de la celulosa, como por ejemplo la celulosa microfina y la celulosa microcristalina ; ó semi-síntesis a partir de celulosa, por ejemplo la carboximetilcelulosa e hidroxipropilcelulosa.

3.2. Objetivo de la hidrólisis

Es la obtención de una celulosa de grado de polimerización nivelado "celulosa DP". Según la revisión bibliográfica se ha establecido que la reacción adecuada es la hidrólisis ácida de la celulosa, y las variables que influyen en la obtención de la celulosa DP son la naturaleza del ácido, concentración, temperatura y tiempo de hidrólisis.

3.3. Técnica Experimental

3.3.1. Materias primas utilizadas

Se ha utilizado como materia prima pulpa kraft blanqueada de pino radiata suministrada por Celulosa Arauco y Constitución S.A. Los análisis de control de la materia prima dieron los siguientes resultados, referidos a muestra seca: α-celulosa 87 %, viscosidad 770 ml/g, grado de polimerización (DP) 2800, humedad 10 %. El ácido clorhídrico utilizado para la hidrólisis ácida es producido por la empresa Occidental Chemical Chile S.A.I. conocida como Oxy-Chile, Su análisis químico da una concentración de 32 % en p/p, densidad de 1,19 kg/l.

El material se considera de elevada pureza, por lo que no es necesario ningún trata miento de purificación previo a su empleo para las siguientes etapas del trabajo.

3.3.2. Descripción del equipo experimental

El equipo consiste en un reactor (balón de tres bocas), en el cual se ubica la mezcla reaccionante (celulosa + ácido). Un calefactor mantiene la temperatura de la reacción, mientras se ingresa nitrógeno a muy baja presión para mantener una atmósfera inerte. Los vapores son condensados en el refrigerante que actúa a contracorriente y devueltos al reactor. La temperatura de reacción se lee en el termómetro de la tercer boca.

3.3.3. Procedimiento experimental

En este trabajo lo que se realiza es el tratamiento de la pulpa kraft blanqueada con ácido clorhídrico, el cual se encuentra a la temperatura y concentración que permiten obtener el grado de polimerización deseado.

El procedimiento experimental en sí consta de dos etapas principales:

- Obtención de la celulosa microcristalina en el laboratorio
- Determinación de propiedades de dicho producto

Para realizar este trabajo se debe primero realizar un diseño de la etapa de hidrólisis ácida, para determinar el número de ensayos a realizar y sus respectivas condiciones. Se recurre para ello a un diseño estadístico denominado Diseño Factorial del tipo 2^n [8] ,el cual considera los siguientes factores: 2 = número de niveles que se le asignan a la variable; n = número de factores o tratamientos a aplicar ; 2^n = número de experiencias a hacer en el diseño experimental.

Las variables consideradas en el proceso de hidrólisis son: concentración de ácido, temperatura y tiempo de hidrólisis, manteniendo constante la relación sólido líquido y tamaño del material. Aplicado a este caso, se tiene diseño 2^3, con lo cual el número de ensayos suman 8.

Tabla 1:
Resumen de condiciones utilizadas en el diseño factorial

VARIABLES		NIVELES	
Concentración HCl(aq)	(N)	2	3
Temperatura	(°C)	80	100
Tiempo	(min)	15	30

De acuerdo a lo informado por A. Soler [9], la relación ácido/celulosa kraft seca es de 300ml del ácido de la concentración que demande el ensayo por cada 2 gramos de celulosa kraft blanqueada seca , y ésta es la relación que será utilizada en este trabajo.

3.3.4. Métodos Analíticos

La pulpa Kraft una vez hidrolizada debe ser evaluada para determinar si satisface los parámetros exigidos por la farmacopea internacional para su utilización como excipiente.

Análisis químicos: Una vez tratada la pulpa con ácido, es necesario establecer la variación que han sufrido los parámetros característicos de la pulpa, de modo de reorientar la técnica de purificación en el caso de no obtener los resultados deseados. El tipo de los análisis químico que se utiliza es :

- Contenido de alfa-celulosa
- Viscosidad

Análisis farmacológicos: La Industria Farmacéutica nacional utiliza las técnicas normadas en el Manual United States Pharmacopeia (USP XXII) [10]. La monografía titulada "Microcristaline Celllulose", establece que se deben realizar los siguientes análisis: Identificación, determinación del pH, pérdida por secado, sustancias solubles, residuos de incineración, existencia de metales pesados, cantidad de almidón, ensayo de valoración. En el presente trabajo se realiza *el **análisis de identificación***, ya que es aquel que permitirá verificar que el producto final es celulosa microcristalina.

3.3.5. Tratamiento de datos

Los datos recogidos en los distintos ensayos reciben el siguiente tratamiento:

- Cada uno de los ensayos de hidrólisis permite el cálculo de rendimiento en función del peso seco de la muestra y de la humedad.

- Respecto de los test para determinar viscosidad de la muestra hidrolizada, se realizan en paralelo por duplicado, de modo de obtener valores que luego son promediados. La ecuación que relaciona el grado de polimerización con la viscosidad (Evans and Wallis, 1987) se extrajo de la norma para la determinación de la viscosidad en solución de cupro-etilendiamina y es la siguiente [11], donde [η] es la el número de viscosidad límite y DP el grado de polimerización

$$DP^{0.85} = 1.1 * [\eta]$$

- Los valores de viscosidad permiten el cálculo de grado de polimerización DP, y estos a su vez son correlacionados en función de las variables involucradas en el proceso de hidrólisis por medio del software estadístico STATGRAPHICS.

4. ANALISIS DE CAMBIO DE RELACIÓN DE ÁCIDO/CELULOSA

En todos los ensayos anteriores, las variables consideradas son concentración de ácido, temperatura y tiempo de reacción, manteniendo constante la relación ácido/celulosa en un valor de 300 ml / 2g.

Por lo tanto la cantidad de ácido requerida para hidrolizar pequeñas cantidades de celulosa es elevada, lo que se complica si se considera la producción de celulosa microcristalina a escala industrial.

Para ello se programa realizar un ensayo que permita determinar si es posible disminuir dicha relación, considerando una razón de 300 mililitros de HCl 3N por cada 6 gramos de celulosa kraft, concentración de ácido 3 N (14%), temperatura a ebullición y tiempos de 20,25,30 y 35 minutos.

5. ANÁLISIS ECONÓMICOS DEL PROYECTO

5.1. Definición

El objetivo de este proyecto es determinar la factibilidad técnico económica de la producción de celulosa microcristalina, utilizando como materias primas recursos de la zona. Para ello realiza un estudio de las principales variables económicas que afectan al proyecto, en función de las cuales se determina el beneficio económico utilizando como índices de rentabilidad el VAN y TIR .

Las limitaciones de este proyecto están dadas por la falta de información que existe respecto de los antecedentes económicos de la celulosa microcristalina a nivel internacional, hecho que obliga a hacer suposiciones gruesas respecto del mercado internacional. Otra limitación importante se debe a que el método de obtención seleccionado necesita del consumo de una gran cantidad de ácido clorhídrico, hecho que conlleva a un elevado costo de operación.

En este proyecto la producción de celulosa microcristalina está orientada a abastecer el mercado nacional, y el estudio económico que aquí se realiza está en función de ello. El consumo del producto no excede las 390 toneladas anuales en promedio en Chile , por lo tanto para determinar los índices económicos se considera en primer lugar una producción de 630 toneladas anuales de celulosa microcristalina, cantidad que permite abastecer el mercado nacional y considera la exportación del 40 % restante hacia países latinoamericanos. Si bien la cantidad a producir que se utilizará en los cálculos económicos no es elevada, se estima que es un valor prudente debido a que responde a la información que se tiene sobre la comercialización de la celulosa microcristalina en nuestro país.

5.2. Estudio de Mercado

Actualmente en Chile no se produce celulosa microcristalina y aquella que se comercializa en el mercado nacional es de origen extranjero, principalmente norteamericano, alemán o brasileño. Chile es un gran productor de celulosa, materia prima para la elaboración de celulosa microcristalina, por lo que resulta interesante realizar estudios que permitan diversificar este mercado, de modo de crear nuevos productos a escala nacional.

5.2.1. Mercado Objetivo

El mercado hacia el cual se enfoca el producto es la industria farmacéutica nacional, y es en función de este que se evalúa este proyecto. Los laboratorios que producen remedios son nuestros potenciales clientes, los cuales se encuentran a lo largo de todo el país. La cantidad de celulosa microcristalina importada por este sector se acerca a las 390 ton/año [12], la cual se utiliza mayormente en la elaboración de comprimidos, grageas y cápsulas.

Otro mercado potencial a escala nacional es la industria de alimentos, ya que la celulosa microcristalina es ampliamente utilizada en la fabricación de alimentos dietético ricos en fibras, y en menor grado la industria cosmética.

5.2.2. Características del Producto y sus usos.

Dentro de la industria farmacéutica, los excipientes son sustancias muy importantes, porque debido a sus características particulares permiten ser el medio a través del cual se ingresa el principio activo de los remedios al cuerpo de las personas. Los excipientes son utilizados para la fabricación de tabletas, comprimidos y grageas, entre otras formas farmacéuticas.

En la industria farmacéutica se reconoce a la celulosa microcristalina por su poder de hinchamiento, característica que lo hace muy útil como diluyente y para dar volumen a las tabletas, debido a que esto facilita la desintegración de las mismas al momento de ser digeridas. Puede ser utilizada en mezclas con carboximetilcelulosa, ya que mejora la viscosidad de las suspensiones; también se puede mezclar con otros productos como almidones que mejoran el poder de aglutinación. No tiene sustitutos debido a sus propiedades únicas, y ha desplazado a excipientes como la lactosa y el almidón de maíz, que poseen algunas de las características de la celulosa microcristalina, esto a nivel de la industria farmacéutica nacional[13].Es el excipiente que posee la mejor capacidad de compresibilidad y la más alta capacidad de dilución de todos lo excipientes usados en compresión. Por lo anterior es recomendado como uno de los mejores excipientes para obtener comprimidos por esta vía. [14]

En alimentos se utiliza como derivado, estabilizante, agente texturizante y como sustituto de las grasas, por lo que se utiliza ampliamente en comidas reducidas en grasas, productos dietéticos (quesos, comida congelada y productos de pastelería). [15]

5.2.3. Disponibilidad de materias primas

Las materias primas involucradas en el proceso en estudio son celulosa kraft de alto grado de blancura y ácido clorhídrico. La celulosa utilizada en este trabajo se produce en Celulosa Arauco y Constitución S.A., celulosa kraft blanqueada de pino radiata, y posee un precio de 440 US$/ton.

El ácido clorhídrico (HCl) es producido por la empresa Occidental Chemical Chile S.A.I. conocida como Oxy-Chile, comercializada con un precio de 250 US$/ton. La ventaja de contar con las fábricas de materias primar en la región está en el reducido gasto por concepto de transporte y en la rápida respuesta ante un aumento en la demanda de dichos productos, lo que permitirá mantener un stock de materias primas acorde a la producción.

5.2.4. Demanda y oferta

La celulosa microcristalina que se comercializa en el mercado nacional es de importación, cuya marca más conocida es Avicel, de origen estadounidense. Datos obtenidos del Servicio Nacional de Aduanas del Gobierno de Chile (30 / 12 / 2002), en los últimos cinco años la cantidad promedio de celulosa microcristalina importada es de 390 toneladas anuales, con tendencia a la baja.

El precio promedio en dicho período es de 3440 US$ / ton, con una tendencia al alza, por lo que en el año 2003 se espera que el precio sea de US$ 3820 la tonelada. Al igual que ocurre con la demanda, la cantidad que se proyecta en la oferta está en función directa de la cantidad consumida a nivel nacional, la cual tiene tendencia a la baja en la actualidad.

La tendencia del mercado es a la baja en la cantidad importada de celulosa microcristalina, esto permite prever que durante el año 2003 la cantidad demandada será de 360 toneladas si no se producen cambios en la industria farmacéutica nacional. Como la proyección del precio permite estimar que el valor de venta de la celulosa microcristalina será de US$ 3820 la tonelada, el ingreso por ventas se estima en US$ 2.406.600 durante el año 2003.

5.3. Estudio Técnico

La planta productora de Celulosa Microcristalina debe ubicarse en la VIII Región, donde se encuentran las fuentes de materia prima, demás de contar con la infraestructura portuaria y caminera

necesaria, y con ríos capaces de proporcionar el agua que requiere el proceso. Se considera que especialmente adecuado sería el Parque Industrial Escuadrón.

5.3.1. Proceso Tecnológico de hidrólisis ácida de la pulpa kraft blanqueada

El proceso industrial debe contar con las siguientes etapas básicas:
Preparación de la pulpa: Este procedimiento luego la acción del ácido durante la hidrólisis, ya que se produce una absorción del reactivo durante el remojo.
Hidrólisis de la celulosa: La pulpa se filtra y se transporta hacia el reactor donde el ácido clorhídrico se encuentra a la temperatura de reacción. Se deja allí el tiempo requerido, por lo que el reactor es tipo batch. Esta etapa requiere entre 15 y 30 minutos en general para obtener un grado de polimerización nivelado.
Filtrado y lavado: La celulosa hidrolizada se lleva a un filtro donde se separa del ácido y se procede a realizar el primer lavado, lo cual requiere una gran cantidad de agua libre de ácido.
*Neutralización y lavado:*Se somete a la pulpa a la acción de hidróxido de amonio, lo que permite neutralizar el ácido que aún contiene la pulpa. Luego se lava por última vez para retirar todo el reactivo alcalino y obtener una pulpa con pH neutro.
Secado : Se prepara una solución de baja consistencia en agua destilada, y luego se alimenta a un sistema de secado por atomización, de modo de obtener la pulpa seca en forma de polvo. Esta etapa es fundamental, ya que de él depende el tamaño de partícula final de la celulosa microcristalina.

5.4. Estudio de Costos

5.4.1. Costo de Inversión

Los costos de inversión se calculan teniendo en cuenta el proceso tecnológico que permite producir celulosa microcristalina. Es necesario invertir capital para los equipos físicos y edificios auxiliares de la planta, más el capital de trabajo que debe estar disponible para pagos de salarios, imprevistos ,etc.

La tabla n° 2 detalla los ítems involucrados en la estimación de dicha inversión:

Tabla n°2
Inversión Capital Fijo del Proceso

Item		Valor (US$)
Costos directos	Costos dentro limite de la planta	479 380
	Costos fuera limite de la planta	958 750
Costos indirectos		359 530
Inversión Capital Fijo		1 797 660
Capital de Trabajo		350 550
Costo Puesta en Marcha		188 750
INVERSION TOTAL		2 336 960

5.4.2. Costo Total Anual de Producción

El Costo Total de Producción está formado por los Costos de Fabricación, que son aquellos gastos directamente conectados con la operación de fabricación y los Gastos Generales, compuestos por los costos administrativos, de distribución y ventas.

De los antecedentes de las tablas 2 y 3 se construye el flujo de caja, a partir del cual se obtiene el VAN correspondiente al proyecto.

Tabla n° 3
Costo Total Anual de Producción

ITEM	ITEM	VALOR US$/año
Costos de Fabricación	Costos Directos de Producción	1 502 780
Gastos Generales	Costos Fijos	55 100
	Costos generales de fabricación	88 030
	Gastos administrativos y distribución	42 840
COSTO TOTAL ANUAL DE PRODUCCIÓN		1 688 750

6. Resultados

6.1 Resultado de la Hidrólisis Acida

Una vez determinados los datos experimentales para cada ensayo, se calcularon los valores de humedad de la materia prima y el rendimiento de la reacción de hidrólisis, tabla n° 4.

Es de esperar que si se aumenta la concentración de ácido o si la muestra permanece mayor cantidad de tiempo en contacto con el reactivo se produzca una mayor cantidad de remoción de material, por lo que el rendimiento debe disminuir. La temperatura influye directamente en la velocidad de reacción, por lo que igualmente debe producirse mayor degradación de celulosa ante un aumento en la misma.

Como se observa en la tabla n° 4, el rendimiento promedio de la reacción es elevado, por lo que muy poca cantidad del material original se degrada y pasa a la solución ácida.

Tabla n° 4
Resultados medición de rendimientos de reacción

Ensayo n°	Concentración HCl (N)	Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Humedad celulosa (%)	Rendimiento (%)	Viscosidad (ml sol/g m seca)
1	2	80	15	10,66	94,96	150
2	3	80	15	12,69	97,87	131

3	2	100	15	11,60	96,63	134
4	3	100	15	11,23	89,11	127
5	2	80	30	11,53	90,84	133
6	3	80	30	11,68	87,58	129
7	2	100	30	12,50	95,11	129
8	3	100	30	11,64	91,01	122
Promedio				11,69	92,89	

Comparativamente se muestra que para condiciones más drásticas de reacción entre muestras en iguales condiciones, en las cuales el valor de una de las variables se ha aumentado, el rendimiento disminuye como se esperaba.

Las tres variables independientes del proceso de hidrólisis ácida en este caso son la concentración de HCl, temperatura y tiempo de hidrólisis, las cuales se modificaron secuencialmente según el diseño experimental detallado en el punto 2.2.3, para optimizar el número de hidrólisis a realizar . En total se requirieron de 8 ensayos, los cuales se realizaron dos veces cada uno.

Utilizando la ecuación del punto 2.2.5, y a partir de los valores de viscosidad se procede a calcular el grado de polimerización de cada una de las celulosas hidrolizadas obtenidas, resultados que se pueden apreciar en las gráficas 1 y 2 .

El grado de polimerización disminuye drásticamente durante los primeros 15 minutos de hidrólisis, comportamiento que se observa para todas las muestras, que a partir del valor 2800 que posee la celulosa kraft inicial, rápidamente arriba a valores comprendidos entre los 330 y 400 en este tiempo.

Luego la tendencia que presenta hacia los siguientes 15 minutos es de disminuir, pero en forma suave, y que permite hablar en este tiempo de un valor casi constante de largo de cadena . Este fue el hecho que más llamó la atención de los investigadores, por lo que se denominó a este punto " leveling-off" , celulosa DP (grado de polimerización nivelado), ampliamente discutido en la bibliografía, y que a través de la experimentación se ha podido comprobar .

Las gráficas 1 y 2 consideran distintas temperaturas, observándose en la gráfica 2 (reacción a 100°C) menores grados de polimerización para igual concentración ácida y tiempo que en la gráfica 1 (reacción a 80 °C).

El grado de polimerización que se obtuvo del trabajo en laboratorio se encuentra en el rango 320-400 y que es superior al encontrado en bibliografía [16] de 200- 300. Esto significa que habiendo trabajado en iguales condiciones de reacción, la naturaleza las celulosas de partida han marcado la diferencia en los resultados obtenidos.

Mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM), se obtuvieron fotografías de las muestras de celulosa hidrolizada y de la celulosa una vez obtenido el gel (celulosa microcristalina).

De las fotógrafías se ha determinado que el tamaño de partícula en general se encuentra entre los 15 a 39 micrones de largo y 10 micrones de ancho promedio. La fibra original tiene un ancho de 56 micrones, por lo que se evidencia que el tratamiento con ácido produce la degradación de la fibra, acortándola y separando las microfibrilas.

Los resultados obtenidos permitieron usar tratamiento estadístico de Regresión Múltiple para obtener una correlación donde la variable dependiente es el grado de polimerización (DP), donde las variables independientes son la concentración de HCl , la temperatura y el tiempo de hidrólisis. Dicha correlación es la siguiente:

$$DP = 567.304 - 28,1831 * C_{HCl}\,(N) - 1,24809 * T\,(°C) - 1,56891 * T\,(min) \qquad (1)$$

Mediante un análisis un análisis de varianza se determina que la relación entre las variables es estadísticamente significativa con un 99% nivel de confianza. Utilizando la correlación (1) se calcula el valor esperado de DP y este se compara al DP experimental, esto permite evaluar el error promedio entre dichos valores, siendo este del 2.5 %.

Gráfico n° 1
Influencia de la concentración del reactivo ácido en el grado de polimerización
Temperatura constante 80 °C

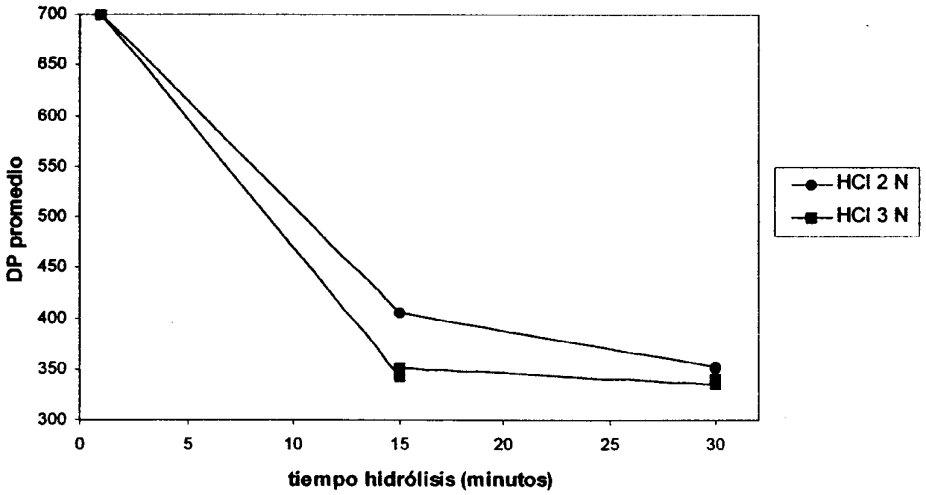
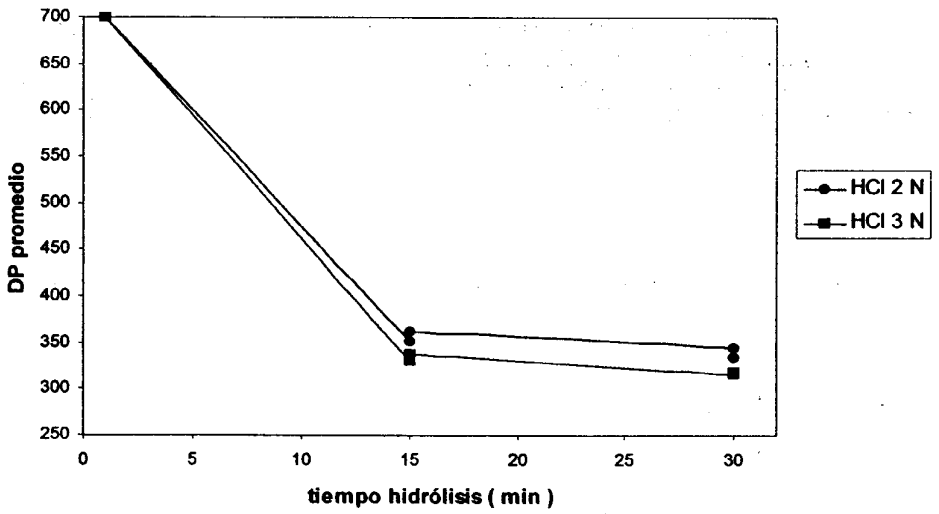


Gráfico n° 2

Influencia de la concentración del reactivo ácido en el grado de polimerización

Temperatura constante 100 °C



6.2. Control farmacéutico de la celulosa hidrolizada

En el laboratorio se obtuvo un polvo blanco, el cual fue sometido al Ensayo de Identificación que se menciona en el punto 2.2.4. La técnica exige que una solución al 5 % y dispersa a alta velocidad (18000 rpm) debe dar una solución lechosa con una estabilidad mínima de 24 horas.

El tratamiento mecánico al que se sometió la celulosa hidrolizada se realizó en húmedo, esto para liberar los microcristales del entramado cristalino y proteger a la celulosa de la acción agresiva del efecto mecánico. Se utilizó un equipo para liberar geles, resultando una suspensión de aspecto lechoso de color blanco, que permaneció estable un tiempo superior a 24 horas. Habiendo dado positivo este examen, queda establecido que el producto obtenido es celulosa microcristalina.

6.3. Análisis de Cambio de Relación Ácido/ Celulosa

Los ensayos destinados a verificar que los valores de grado de polimerización de la celulosa hidrolizada resultan comparables a los obtenidos bajo las mismas condiciones de concentración, temperatura y tiempo de reacción, pero disminuyendo la relación ácido/celulosa de 300 ml/2g a 300 ml / 6g, dieron los resultados que figuran en la siguiente tabla:

Tabla n° 5 :
Resultados de la hidrólisis de celulosa kraft blanqueada con ácido 3N (10.4 % p/p) a 100 °C.

Tiempo (min)	Grado polimerización (DP)
20	334
25	332
30	330

A un tiempo superior a 30 minutos de reacción la celulosa hidrolizada pierde su color blanco, requisito indispensable para este producto.

El grado de polimerización prácticamente no varía entre los 20 y los 30 minutos de hidrólisis. Para la misma concentración de ácido 3N, temperatura 100 °C y tiempo de 30 minutos, la muestra arrojó un valor de 338 de grado de polimerización, por lo que es evidente que disminuyendo la relación ácido/celulosa a un tercio del valor original es posible obtener prácticamente los mismos resultados. La humedad promedio de la celulosa hidrolizada en este caso es de 3.5 %.

6.4 Evaluación Económica

6.4.1 Estimación de índices de rentabilidad del proyecto

Con todos los antecedentes obtenidos en cuanto a precio del producto, Inversión Total y Costo de Producción se procede realizar el flujo de caja correspondiente a este proyecto.

A partir del flujo de caja se determinan los siguientes índices económicos:

VAN (10%) = US$ 349.300
TIR = 14 %

Los resultados de este estudio preliminar arrojan valores positivos, que permiten afirmar que es factible económicamente producir celulosa microcristalina para abastecer el mercado nacional.

Estos valores pueden mejorar, ya que en este caso se ha utilizado el precio para un ácido clorhídrico de óptima calidad, de alta pureza y con el mayor precio del mercado. Cabe la posibilidad de utilizar un ácido clorhídrico de menor calidad, siempre que los beneficios justifiquen el costo de purificación que requiera acondicionarlo para el proceso.

6.4.2. Análisis de Sensibilidad

El análisis de sensibilidad permite determinar cómo varía la rentabilidad del proyecto de acuerdo al precio del ácido clorhídrico , que es una variable crítica a la hora de evaluar los índices económicos.

Tabla n° 9: Resumen Análisis de Sensibilidad

Precio HCl (US$/ton)	VAN(10%) (US$)	TIR (%)
250	349.000	14
150	2.274.000	31
100	3.236.000	39

Hasta hace un tiempo, el cloro se utilizaba en el proceso de blanqueo en las fábricas de celulosa, pero este consumo ha disminuido drásticamente debido a la formación de compuestos organoclorados y dioxinas que son de alta toxicidad, lo que ha empujado el desarrollo de otros agentes de blanqueo , como el dióxido de cloro de uso actual. Como consecuencia, los países extranjeros hacia los que se exporta la celulosa exigen productos libres de cloro, y esto ha ido en detrimento de la demanda del mismo.

El ácido clorhídrico es un subproducto en la producción de hidróxido de sodio, y la tendencia actual del consumo de soda va en aumento, por lo que la producción de dicho ácido también aumenta. Aunque las empresas nacionales que producen ácido clorhídrico en exceso destinan su producto a las

empresas mineras para poder colocarlo en el mercado, tienen una cuota remanente que se debe exportar, por lo que el precio con que se comercializa en este caso es mucho menor.

Las grandes empresas como Celulosa Arauco, utilizan en los procesos de pulpaje altas cantidades de hidróxido de sodio y a futuro se estima un mayor demanda de este producto debido a la instalación de dos nuevas plantas productoras de celulosa en el país, una de las cuales se encuentra en construcción. Por ello es previsible que la producción de ácido clorhídrico será un problema, debido a que su colocación en el mercado nacional va en descenso y su producción en aumento.

Este proyecto requiere grandes cantidades de ácido clorhídrico, por lo que se vuelve una alternativa interesante para las empresas productoras de ácido clorhídrico, que encontrarían un uso adecuado del mismo. Es viable que una gran empresa como Celulosa Arauco, que tiene una alta demanda de soda para sus procesos, pueda negociar un buen precio para el ácido clorhídrico con dichas empresas, para lograr que la obtención de celulosa microcristalina sea un proyecto con réditos económicos positivos y se beneficie al Mercado Farmacéutico Chileno con un producto de alta calidad.

7. CONCLUSIONES

7.1. Conclusiones a Partir del Estudio Técnico

- Es posible obtener celulosa microcristalina a partir de celulosa kraft blanqueada producida en la zona;
- El rendimiento del proceso de hidrólisis ácida disminuye cuanto más drásticas sean las condiciones de reacción;
- El grado de polimerización disminuye ante un aumento en la rigurosidad de las condiciones de hidrólisis.
- Es posible relacionar el grado de polimerización de la celulosa hidrolizada con las variables involucradas en el proceso: concentración de ácido, temperatura y tiempo de reacción.
- De acuerdo al Test de Identificación de Farmacia, el producto que se obtuvo en el laboratorio por el procedimiento de hidrólisis ácida, es efectivamente Celulosa Microcristalina.
- Es factible técnicamente obtener celulosa microcristalina utilizando una relación ácido/celulosa de 300 ml/ 6 g celulosa kraft blanqueada.

7.2. Conclusiones a partir de la Evaluación Económica del Proyecto

- De acuerdo a la Evaluación Económica se puede concluir que la rentabilidad del proyecto es buena, el VAN es de US$349.000 con una TIR del 14%, por lo que es factible económicamente producir celulosa microcristalina.
- Del análisis de el índice económico VAN es altamente sensible al precio y cantidad de ácido clorhídrico utilizado para la reacción.

8. BIBLIOGRAFÍA

1. Battista, O. A.,"Hydrolysis and Criystallization of Cellulose", Ind . Eng. Chem., vol. 42 (n° 3), 502-507 (1950).
2. Aproximación al aislamiento y estudio de la fracción cristalina de materiales vegetales. Generalidades e hidrólisis. Inv. Y Tecn. Del Papel, 61, 596 – 621 (1980).
3. Melo, R., "Tecnología de la celulosa y el papel", Vol. I, Física y Química de la Madera, Dirección de Docencia, U. de Concepción, p. 43-61. Concepción (1993)
4. Battista, O. A. , Smith, P. A. , "Microcrystalline Cellulose", Ind. Eng. Chem. 54, p. 24 (1962).
5. "Manufacture of microcrystalline cellulose from waste cotton", Tickomirov, A., Bulanov, R., Cl.: CO8B15/02 , Russ. Pat. RU 2.155.192, 27 Aug. 2000, Appl. 99.116.394.4, Aug. 1999.
6. Kemestrie Inc, Can.,"Process for producing low d.p. microcrystalline cellulose", Jollez,P., Chornet,E., Cloutier,S. Cl.: D21C9/00, PCT Int. Appl. WO 0236.877,10 May 2002, US Appl. Pv.245.148, 3 Nov 2000, 30 pp.(Eng)

7. University of Nebraska-Lincoln, "Produccion of microcrystalline cellulose by reactive extrusion", Hanna,M., Biby,G., Miladinov,V., UC Pat 6.228.213, 8 May 2001, Appl. 154376, 16 Sep 1998.
8. Klattenhoff, D. "Laboratorio de Procesos Químicos I", Apuntes de clases, 1° semestre 2000, Facultad Ing. Química, Universidad de Concepción.
9. Aproximación al aislamiento y estudio de la fracción cristalina de materiales vegetales. Generalidades e hidrólisis. Inv. Y Tecn. Del Papel, 61, 596 – 621 (1980).
10. The United States Pharmacopeia, USP XXII, United states Pharmacopeial Convention, Inc. Pp 1915-1916 (1990).
11. Scandinavian Pulp, Paper and Board, " Viscositiy in cupri-ethylenediamine solution", p. 3
12. Reyes, M., Subdirección de Informática, Servicio Nacional de Aduanas Chile, <http://aduana.cl>, diciembre 30 (2002).
13. Conversación personal, Sr. Claudio González, Laboratorio Pasteur, Concepción, 10 dic. 2002.
14. Araneda Pando, Sandra C. ," Propiedades Farmaco-técnicas de la Celulosa Parcialmente Depolimerizada Obtenida de Pulpa de Celulosa" , Trabajo de fin de carrera para optar al título de Químico Farmacéutico, Universidad de Concepción, Chile (1990).
15. Vega, M., Bontoux, L., " Aplicaciones alimentarias de las nuevas tecnologías en polisacáridos", correo electrónico secr@jrc.es.
16. Aproximación al aislamiento y estudio de la fracción cristalina de materiales vegetales. Pesos Moleculares. Inv. Y Tecn. Del Papel, 60, 616 (1979).