

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE DESECHOS
INDUSTRIALES QUE CONTIENEN CELULOSA**

DESCRIPCIÓN

5

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se puede incluir dentro del sector de recuperación de celulosa. En particular, la presente invención tiene por objeto proponer un proceso que permita
10 separar y recuperar celulosa a partir de desechos industriales utilizando un líquido iónico que contiene una base fuerte y urea.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

15 En general la fabricación de productos de consumo masivo se lleva a cabo en grandes plantas industriales donde son producidos en grandes cantidades. En el caso de la fabricación de productos de higiene, los cuales contienen celulosa, cuando las líneas de producción se ponen en operación se genera cierto residuo perdida de las materias primas de fabricación, se estima que la pérdida total asciende de entre 100 – 200
20 Ton/año/línea de fabricación¹.

Hasta el momento se han propuesto algunos métodos que permiten solubilizar la celulosa presente en diversos desechos, en general se describe el uso de diversos métodos dentro del cual está el tratamiento con líquidos iónicos. En el documento
25 CN105970709A se describe un método para recuperar celulosa partiendo de papel impreso como residuo a tratar, el proceso describe las etapas de triturar y luego pulverizar el papel, seguido de una disolución del desecho en agua destilada, mediante filtración se recupera el papel húmedo y se trata con una mezcla de solventes orgánicos acetona, etanol y agua en una relación en volumen de 5:3:2, esta mezcla se vuelve a
30 lavar y filtrar se trata el residuo solo con una solución de hidróxido de sodio, se repite el filtrado y lavado para obtener como producto final celulosa de una contracción de 98.2%. este documento no describe la formulación del líquido iónico que se propone y el proceso dista en gran medida del propuesto.

¹http://ec.europa.eu/environment/life/project/Projects/index.cfm?fuseaction=search.dspPage&n_proj_id=1049&docType=pdf

También se encuentra el documento US20160122496A1, el documento describe un método y un proceso industrial para recuperar materiales sin procesar de desechos que contienen papel mediante el uso de líquidos iónicos. El método implica recuperar la celulosa mediante el uso de líquidos iónicos únicamente. Los plásticos que pueda
5 contener el desecho se recuperan de la materia prima mediante un proceso basado en disolvente. El líquido iónico usado para disolver la celulosa está compuesto por cationes de imidazolio, metilimidazolio y butilimidazolio y por compuestos anionicos de cloro o bromo o un anión triflato del tipo ácido trifluorometanosulfónico.

10 En este sentido, es evidente que la industria actual necesita procedimientos que por un lado, les permitan recuperar celulosa para ser posteriormente utilizados en procesos productivos como materia prima y por otro lado sean una solución de bajo costo y fácil implementación.

15 **DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**

En un primer aspecto, la presente invención describe un proceso de recuperación de celulosa a partir de desechos industriales que contienen celulosa caracterizado por las siguientes etapas:

- 20
- a. Disolución de celulosa proveniente de los desechos usando un líquido iónico
 - b. Filtrado de la solución obtenida en la etapa a)
 - c. Precipitado de la celulosa
 - 25 d. Filtrado de solución obtenida en la etapa c)
 - e. Acondicionado de la celulosa

En otra realización de la invención se refiere a que los desechos de celulosa comprenden celulosa, plástico, gomas y elementos metálicos, estos pueden ser provenientes de diversas industrias donde se use el papel como insumo o se genere
30 como desecho.

En otra realización de la invención se refiere a que el líquido iónico en la etapa a) descrita anteriormente es una mezcla entre una base fuerte o una sal básica de alta solubilidad y urea.

35

En otra realización de la invención se refiere a que la base fuerte se puede seleccionar de NaOH y KOH.

5 En otra realización de la invención se refiere a que la sal básica de alta solubilidad que puede hacer parte del líquido iónico puede ser NaCO_3 .

En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la base fuerte está en el rango 3M a 7M y la concentración de la urea que se utiliza es 1M.

10 En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la sal básica de alta solubilidad que puede ser parte del líquido iónico y se definió anteriormente es de 1M y se combina con urea en concentración de 1M para obtener dicho líquido.

15 En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo por un tiempo de seis (6) a doce (12) horas.

En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo con agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.

20 En otra realización de la invención el filtrado de la etapa a) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de 20 mbar.

25 En otra realización de la invención se refiere a que los productos de la etapa b) son por una parte una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos.

30 En otra realización de la invención se describe un procedimiento de acondicionado de los elementos plásticos y metálicos mediante lavado con agua hasta fin de basicidad la cual se puede medir con papel tornasol u otro medio apropiado a una temperatura de entre 18 °C a 25°C.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento de precipitado usado en la etapa c) se realiza utilizando un ácido fuerte y se caracteriza por las siguientes etapas:

- 35
- a. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
 - b. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.

c. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)

En otra realización de la invención se refiere a que el ácido fuerte puede ser ácido fosfórico o ácido clorhídrico.

5

En otra realización de la invención el filtrado de la etapa d) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de 20 mbar.

10

En otra realización de la invención los productos de la filtración de la etapa d) son por una parte celulosa recuperada y por otra parte residuo sólido.

En otra realización de la invención se refiere a que la celulosa recuperada es de alta pureza.

15

En otra realización de la invención se describe un procedimiento donde el acondicionado de la celulosa de la etapa e) está caracterizado por que comprende las etapas de:

d. Lavado con agua hasta fin de acidez

20

e. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.

25

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

30

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de

dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- esquema del proceso que muestra las etapas y las condiciones más relevantes de dichas etapas.

Figura 2.- Espectro infrarrojo de la celulosa recuperada mediante el proceso descrito.

EJEMPLOS

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del procedimiento descrito.

1. Formulación del líquido iónico usado para la recuperación de celulosa a partir de residuos industriales

Para el diseño del líquido iónico se tuvieron en cuenta las características fisicoquímicas de la celulosa en especial la solubilidad de esta en medio básicos, por lo que se realizaron ensayos utilizando diferentes aminas y diaminas con pH ajustado con hidróxido de sodio y realizando ensayos de separación con tiempos de agitación de 4 horas a 200 rpm y observando cual era el comportamiento en cada tratamiento como se muestra en la tabla 1. Con los resultados observados se escogió como composición del líquido iónico la mezcla de urea e hidróxido de sodio para el proceso de separación

Residuo industrial que contiene celulosa	Amina	Base	pH	Tiempo	Separación
	Amoniaco	NaOH	12	4 horas	Pobre
	Metilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilendiamina	NaOH	12	4 horas	Bajo
	Urea	NaOH	12	4 horas	Alto

Tabla 1. Composición del líquido iónico

2. Concentraciones de trabajo para la separación de celulosa de los residuos industriales.

Una vez establecida la composición del líquido iónico se realizaron ensayos preliminares para establecer las concentraciones de trabajo las cuales se muestran en la tabla a continuación.

	[Urea]	[NaOH]	pH	Tiempo de agitación	Rendimiento de separación
Residuo industrial que contiene celulosa	0	1M	11	4 horas	30%
	1M	1M	12	4 horas	50%
	1M	2M	12	4 horas	50%
	2M	1M	11	4 horas	40%
	2M	2M	12	4 horas	50%
	1M	3M	12.5	4 horas	60%
	1M	4M	13	4 horas	60%
	1M	6M	14	4 horas	70%
	1M	7M	14	4 horas	70%

5 Tabla 2. Concentraciones de trabajo del líquido iónico.

Se observó de acuerdo a los resultados que la separación depende de la concentración de NaOH y no de la urea pero que es necesario una cantidad de esta, para generar sinergia y aumentar el porcentaje de solubilidad de la celulosa que se encuentra en el residuo industrial.

3. Estandarización del proceso de separación

Una vez se determinan las concentraciones de trabajo se establece las variables fisicoquímicas del proceso como son el tiempo de agitación para alcanzar máxima solubilidad de la celulosa y pH de re precipitación donde se obtiene máxima recuperación de la celulosa como se muestra en la siguiente tabla.

Residuo industrial que contiene celulosa	Concentración liquido iónico	Tiempo de agitación	Solubilidad %	pH	Celulosa recuperada %	Plástico recuperado %
	Urea1M NaOH 6m	4 horas	70	5	50	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	5	60	100
	Urea1M	8 horas	80	3	80	100

	NaOH 6m					
	Urea1M NaOH 6m	12 horas	80	3	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	2	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	1	80	100

Tabla 3. Tiempos de agitación y pH de re-precipitación

- De acuerdo a los resultados obtenidos se establecen el tiempo y el pH donde se obtiene un mayor porcentaje de recuperación, obteniéndose así las variables de trabajo y definiendo la composición del líquido iónico, concentración de los componentes, tiempo de agitación y pH de re precipitación y recuperación de celulosa y plástico

4. Verificación de las variables de proceso, temperatura y concentración, agitación.

- Establecidas las variables fisicoquímicas del proceso se realizan ensayos por triplicado usando muestras de 20 g de residuo industrial en 100 ml de líquido iónico obteniéndose resultados acordes a los ensayos anteriores como se muestra en la siguiente tabla.

Concentración líquido iónico 100 ml	Tiempo de agitación	pH de precipitación	Peso celulosa recuperada	Peso plástico recuperado	% de recuperación
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,49	3.59	80
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	13.28	3,29	82
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,94	3,56	81

Tabla 4. Rendimientos de recuperación y verificación de variables

Conclusiones

El proceso propuesto logra, a partir de los residuos industriales que contiene celulosa, recuperar en un 99% celulosa tipo alfa la cual puede ser usada en diferentes sectores especialmente en el farmacéutico por su alta calidad y por el buen precio que genera haciendo el proyecto muy interesante y con alto grado de rentabilidad y viabilidad.

Los valores de la composición de la celulosa obtenida se muestran en la siguiente tabla.

	Alfa celulosa	Beta celulosa	Gama celulosa
Composición de celulosa recuperada ²	99,79 %	0,184 %	0,026 %

5

² La determinación de la composición de celulosa recuperada en términos de alfa celulosa, beta celulosa y gama celulosa se realizó mediante la norma venezolana COVENIN 2519-88, los datos reportados por el LIAC son como se muestra en la figura 2.