

RESUM

En els últims anys, les comunitats tant industrials com científiques han mostrat un interès creixent per la unitat d'estructura més petita de les fibres de cel·lulosa, les nanofibres. Mostren unes elevades propietats mecàniques, bona funcionalització química i estabilitat tèrmica i dimensional que, juntament amb el seu origen natural, les fa un producte molt potent per un ampli rang d'aplicacions. En la producció nanofibres de cel·lulosa es diferencien tres etapes: preparació de la pasta de cel·lulosa, pretractament i la individualització de les nanofibres. Cal destacar dues coses del procés de producció de nanofibres de cel·lulosa: primer, l'etapa d'individualització és purament mecànica i representa un alt cost energètic, cosa que repercuteix en el cost de producció; i segon, el pretractament és la clau per reduir el consum energètic de l'etapa final.

L'etapa de pretractament presenta moltes opcions, entre les quals destaquen la oxidació de la cel·lulosa catalitzada per TEMPO, la carboximetilació i la cationització com a pretractaments químics. També és possible realitzar un pretractament mecànic, que és el més utilitzat avui en dia i finalment, hi ha la opció realitzar una hidròlisi enzimàtica, l'opció més respectuosa amb el medi ambient, però la menys utilitzada. Els pretractaments químics es controlen de forma molt senzilla coneixent la cinètica de la reacció i el pretractament mecànic coneixent el grau de *Schopper-Riegler* o la retenció d'aigua. Per el procés d'hidròlisi enzimàtica, la mateixa naturalesa en que actuen les *endo- β -1,4-glucanasses* és molt complexa i dificulta la monitorització a temps real i el control del procés, les capacitats de producció actuals de CNF ho reflecteixen: només 45 d'un total de 4393 tones l'any de CNF són produïdes mitjançant processos total o parcialment enzimàtics.

L'objectiu principal d'aquest projecte era estat trobar almenys un paràmetre que permeti la monitorització i control de la hidròlisi enzimàtica, així com el disseny teòric d'una producció a escala pilot de nanofibres mitjançant la hidròlisi enzimàtica.

Les CNF es van produir a partir de pasta blanquejada d'eucaliptus, la qual es va refinar a 4000 rpm al PFI. Posteriorment, per la hidròlisi, es va portar la fibra a una consistència del 3%, a una temperatura de 50 °C i un pH de 5 abans d'afegir l'enzim. Passat el temps de tractament necessari, es va aturar l'activitat enzimàtica produint un canvi sobtat en el pH amb l'addició d'un petit volum d'una solució concentrada de NaOH. La última etapa es va dur a terme després de portar la fibra a una consistència de l'1% i mitjançant l'homogeneïtzació d'alta pressió.

A priori, es va voler comprovar l'evolució de la viscositat aparent i de la potència consumida en l'agitació durant el tractament, es van realitzar hidròlisis de quatre hores amb dosis d'enzim de 80, 160, 240 i 320g/Ton. El seguiment de la potència es va fer mitjançant dos multímetres connectats al motor de l'agitador del reactor que monitoritzaven la intensitat i el voltatge. Per la viscositat es va utilitzar el reòmetre disponible a les instal·lacions del grup LEPAMAP, es prenen mostres de cada hidròlisi cada 15 minuts.

A més de realitzar les hidròlisis de quatre hores per seguir l'evolució de la potència i la viscositat aparent, també es van realitzar hidròlisis de mitja hora i d'una hora per cada càrrega d'enzim amb la intenció de produir CNF corresponents a diferents durades de tractament enzimàtic.

El procediment per la producció de les CNF va ser el mateix en tots els casos, l'esmentat anteriorment. Es va dur a terme la caracterització de totes les CNF, corresponents a quatre càrregues d'enzim diferents i a tres durades de tractament diferents per cada càrrega, dotze mostres diferents de CNF en total. Les proves que es van realitzar per la caracterització de les CNF són el rendiment de fibril·lació (%), la transmitància a longitud d'ona de 800 nm (%), la demanda catiònica ($\mu\text{eg/g}$) i la superfície específica (m^2/g).

L'evolució de la potència va quedar descartada des de bon principi com a possible paràmetre de control de la hidròlisi ja que no mostrava cap canvi significatiu al llarg de les quatre hores. No obstant, la viscositat aparent sí que mostrava canvis significatius al llarg de les quatre hores d'hidròlisi en tots els casos avaluats.

L'estudi de l'evolució de la viscositat va permetre determinar un *shear rate* màxim de treball que permetés detectar els canvis en la viscositat aparent durant la hidròlisi i també un temps a partir del que la viscositat arribava a un valor estable i es podia establir el final de la hidròlisi. Per altra banda, es van relacionar els resultats de la caracterització de les nanofibres amb el temps d'hidròlisi i va resultar que la rellevància del temps era major en els casos amb la menor càrrega d'enzim. El fet que la rellevància del temps d'hidròlisi disminueixi amb l'augment del dosatge d'enzim, permet que la viscositat aparent marqui el final de la hidròlisi quan la càrrega d'enzim és de 240 g/Ton o superior.

Així doncs, era possible dissenyar un procés pilot on mitjançant el seguiment de la viscositat dins el reactor pogués determinar el final de la hidròlisi i obtenir les millors propietats de les CNF.

Les etapes del disseny del procés pilot són les mateixes que el procediment realitzat al laboratori, però inclouen sensors i controladors per l'automatització de bona part del procés. Tota la preparació de la matèria prima i la hidròlisi és un procés en *batch*, mentre que l'etapa d'homogeneïtzació és un procés continu. Cal destacar que hi ha lleugeres diferències en quant als equips utilitzats al laboratori i els inclosos al disseny, com ara el refinador PFI, que és exclusivament dissenyat per escala laboratori i no existeix a escala més gran o que al disseny hi ha un bescanviador, mentre que a escala de laboratori no ha calgut refrigerar en cap moment les CNF.

Finalment, es pot afirmar que s'ha assolit l'objectiu principal del projecte, la viscositat aparent de la suspensió fibrosa és apte com a paràmetre de control i monitorització durant el procés d'hidròlisi enzimàtica de fibres de cel·lulosa.