



34º Congresso Anual de Celulose e Papel
34th Annual Pulp and Paper Meeting
22 a 25 de Outubro de 2001 / October 22nd – 25th, 2001

Estratégia para aumento de rendimento na produção de polpa kraft de Pinus sp – polpação e deslignificação com oxigênio

Yield increase strategy for kraft process – extended oxygen delignification

César Roberto de Miranda
Reinaldo Passini
(Air Products Gases Industriais)

Francides Gomes da Silva Junior
(Universidade de São Paulo –USP/ESALQ)

Sérgio Menochelli
(Instituto de Pesquisas e Estudos Florestais – IPEF)



Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel
Rua Ximbó,165 – Adimação CEP 04108-040 - São Paulo / SP – Brasil
Fone: (11) 5574-0166 - Fax: (11) 5571-6485 / 5549-1844 E-mail: expo@abtcp.com.br

ESTRATÉGIA PARA AUMENTO DE RENDIMENTO NA PRODUÇÃO

DE POLPA KRAFT DE *PINUS SP* – POLPAÇÃO E

DESLIGNIFICAÇÃO COM OXIGÊNIO

César Roberto de Miranda – Air Products Gases Industriais – São Paulo – Brasil

Francides Gomes da Silva Júnior – Universidade de São Paulo – ESALQ – Piracicaba – Brasil

Sérgio Menochelli – Instituto de Pesquisas e Estudos Florestais – IPEF – Piracicaba – Brasil

Reinaldo Passini – Air Products Gases Industriais – São Paulo – Brasil

Resumo - Vários estudos têm sido propostos para aumentar o rendimento do processo de polpação, dentre eles está a redução da taxa de deslignificação no processo de polpação e intensificação do processo de deslignificação por oxigênio, uma vez que a seletividade deste último processo é superior ao da etapa de polpação. Esta alternativa vem sendo denominada de Deslignificação Estendida com Oxigênio – EOD (Extended Oxygen Delignification). Este trabalho teve como objetivo avaliar o processo EOD para polpa kraft obtida a partir de cavacos de *Pinus sp*. Em escala laboratorial foram produzidas polpas com números kappa 50 e 60, e estas foram deslignificadas em duplo estágio de oxigênio até número kappa 40. Os resultados obtidos neste trabalho, mostram que a implantação do processo de deslignificação estendida (EOD) é uma alternativa tecnicamente viável. A utilização de antraquinona no processo de polpação apresenta um efeito aditivo ao processo EOD e pode aumentar ainda mais os ganhos em termos de produção de celulose.

Summary – Many researches are being proposed to increase the yield on the pulping process and among them are the reduction of the delignification rate during the cooking process and the intensification of the oxygen delignification, once the selectivity of this process is higher when compared with the pulping process; this alternative is named Extended Oxygen Delignification – EOD. This research had as an objective to evaluate the EOD process for *Pinus sp* kraft pulp. Pulps with kappa number of 50 and 60 were obtained at lab scale; the pulps with kappa number 50 and 60 were delignified with oxygen to reach a kappa number of 40. The results obtained showed that the EOD process is a feasible technical alternative. The addition of anthraquinone on the pulping process has an additive effect to the EOD process and can contribute to increase the gains in terms of pulp production.

palavras-chave: polpação, deslignificação com oxigênio, EOD, pinus, kraft, rendimento, pulping, oxygen delignification.

1. INTRODUÇÃO

Na produção de celulose kraft, o rendimento é um dos principais parâmetros de avaliação da eficiência do processo. Isto se justifica basicamente pelo fato do rendimento estar relacionado aos custos de produção de celulose, uma vez que a madeira é o principal componente de custo. Destaca-se ainda que o rendimento está relacionado à aspectos técnicos relevantes, tais como carga alcalina e geração de sólidos; estes fatores influem diretamente na capacidade de produção de celulose de uma unidade fabril e consequentemente no custo de produção de polpa celulósica.

Segundo MAGNOTTA et al. (1998) várias alternativas têm sido propostas para aumentar o rendimento do processo de polpação tais como o uso de antraquinona e polissulfetos. Uma outra alternativa interessante está relacionada ao aumento do número kappa no processo de polpação, visando sua redução posterior no processo de deslignificação com oxigênio.

A deslignificação com oxigênio pode ser definida como o uso do oxigênio para remover fração significativa da lignina em polpas não-branqueadas (DENCE et al. 1996).

Adicionalmente a deslignificação com oxigênio pode ser utilizada em polpas com elevado número kappa com o objetivo de complementar o processo de polpação; este conceito é denominado de deslignificação estendida com oxigênio (EOD – Extended Oxygen Delignification). O processo EOD é mais seletivo que o processo de polpação podendo proporcionar a redução do teor de matéria-orgânica destinado ao sistema de recuperação (MAGNOTTA et al. 1998). LEITE & KIVIAHO (1994) afirmam que a deslignificação com oxigênio é mais seletiva que a fase final dos processos de polpação, permitindo uma maior redução do número kappa.

O maior benefício da deslignificação com oxigênio é de ordem ambiental; isto se deve ao fato de que tanto os reagentes químicos aplicados como os materiais removidos da polpa são compatíveis com o sistema de recuperação, o que permite a recuperação dos efluentes dos estágios de deslignificação com oxigênio (DENCE et al., 1996).

Este trabalho teve como objetivo avaliar o processo EOD para polpa kraft obtida a partir de cavacos de *Pinus* sp.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. MATERIAL

Na realização deste trabalho foram utilizados cavacos industriais de *Pinus* sp. Os cavacos foram classificados para remoção de finos, resíduos de casca e cavacos defeituosos; após a classificação os cavacos foram secos ao ar e embalados em sacos de polietileno visando uniformizar e conservar o teor de umidade.

2.2. MÉTODOS

2.2.1. Polpação

A estratégia de polpação adotada neste trabalho teve por objetivo a obtenção de polpas celulósicas com números kappa 40, 50 e 60 sendo admissível uma variação de ± 2 unidades de número kappa. A polpa com número kappa 40 foi utilizada como referência; as polpas com número kappa 50 e 60 foram submetidas ao processo de deslignificação com oxigênio visando a obtenção de polpa com número kappa 40.

Os cozimentos foram realizados em autoclave rotativa sob as condições descritas na tabela 1.

Tabela 1. Condições de cozimento

PARÂMETROS	
Carga alcalina, % como Na ₂ O	variável
Sulfidez, %	25
Temperatura máxima, °C	170
Tempo de aquecimento, min	45
Tempo de cozimento, min	60
Relação licor/madeira	4/1

Considerando-se que objetivo primário do trabalho era o aumento de rendimento, realizaram-se cozimentos com a aplicação de antraquinona comercial. A carga de antraquinona utilizada foi de 0,05% base cavaco absolutamente seco, mantendo-se as condições apresentadas na tabela 1.

Após cada cozimento as polpas foram depuradas em depurador laboratorial com fenda de 0,02mm e determinou-se:

- rendimento bruto
- rendimento depurado
- teor de rejeitos
- número kappa – TAPPI T235 om-85
- viscosidade – TAPPI T230 om-82

2.2.2. Deslignificação com oxigênio

As polpas com número kappa 50 e 60 foram submetidas à deslignificação com oxigênio em duplo estágio visando a obtenção de polpa com número kappa 40. Foram realizadas várias simulações; os resultados apresentados na tabela 2 correspondem às melhores condições obtidas. As deslignificações com oxigênio foram realizadas em reator Quantum, modelo Mark V. Os parâmetros de controle do estágio são apresentados juntamente com a tabela de resultados.

No preparo das amostras adicionou-se às polpas NaOH em quantidades previamente calculadas e água destilada aquecida para atingir as consistências e temperaturas desejadas. As misturas foram massageadas vigorosamente por 2 minutos e medido o pH inicial. Após esta etapa as polpas foram transferidas para o reator Quantum Mark V, o qual foi purgado; quando a temperatura do reator atingiu o valor especificado injetou-se a carga desejada de O_2 .

Após os estágios de deslignificação com oxigênio, determinou-se o número kappa, viscosidade e alvura (TAPPI 525 om-86).

2.2.3. Refino e propriedades físico-mecânicas

As polpas com número kappa 40, obtidas após os processos de polpação e deslignificação com oxigênio, foram refinadas em moinho Jokro, sendo posteriormente formadas folhas para avaliação das propriedades físico-mecânicas; as propriedades avaliadas foram:

- drenabilidade (ABTCP C10/73)
- índice de tração (TAPPI 220 sp-96)
- índice de rasgo (TAPPI 220 sp-96)
- índice de estouro (TAPPI 220 sp-96)

2.2.4. Avaliação de Resultados

As condições adotadas e os resultados obtidos nos processos de polpação e deslignificação com oxigênio foram utilizados para simulações de processo visando avaliar o impacto do processo EOD sobre a capacidade de produção de celulose de uma unidade industrial.

3. Resultados e Discussão

3.1. Polpação

Esta etapa do trabalho teve como objetivo determinar os níveis de álcali ativo que permitiriam a obtenção de polpa kraft de *Pinus taeda* com números kappa 40, 50 e 60. Desta forma avaliou-se o efeito da carga alcalina sobre as principais variáveis de processo e características da polpa. Os resultados obtidos encontram-se apresentados na figura 1.

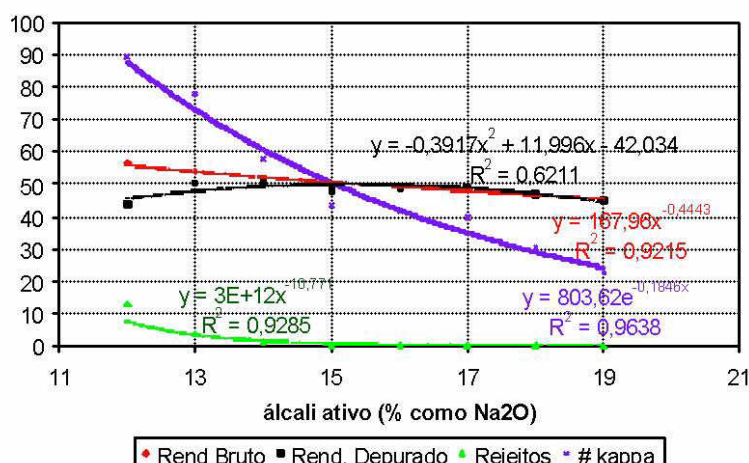


Figura 1. Rendimento bruto e depurado, teor de rejeitos e número kappa em função da carga alcalina.

Os resultados apresentados na figura 1 mostram a forte dependência do rendimento bruto, número kappa e teor de rejeitos em relação à carga alcalina utilizada.

Para avaliação do processo de deslignificação estendida com oxigênio, neste trabalho foi considerada a obtenção de polpas com números kappa 40, 50 e 60. Para a obtenção destes valores a carga alcalina necessária foi respectivamente 16,3%, 15,0% e 14%.

O aumento de rendimento e número kappa associados a redução da carga alcalina, traz como consequência direta a redução da geração de sólidos por tonelada de polpa produzida. Neste sentido, considerando-se a capacidade de queima da caldeira de recuperação como um fator limitante ao aumento de produção, o aumento de número kappa pode trazer como vantagem o aumento da capacidade de produção de celulose de uma unidade industrial.

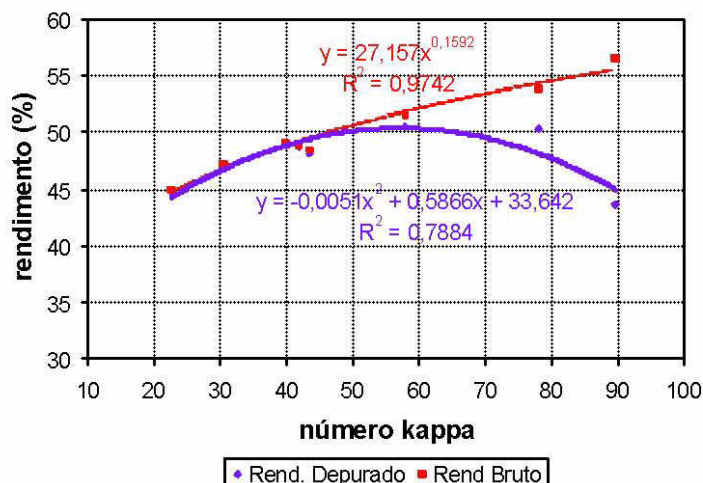


Figura 2. Variação do rendimento bruto e depurado em função do número kappa

O aumento do número kappa através unicamente da redução da carga alcalina traz como inconveniente o aumento do teor de rejeitos, o que contribui para a redução do rendimento depurado; este fato justifica a correlação quadrática entre número kappa e rendimento depurado (figura 2). Em termos industriais, além de diminuir o rendimento depurado, a elevação do teor de rejeitos pode provocar uma sobrecarga no sistema de depuração de unidades industriais, criando um gargalo no processo de produção de celulose.

Visando a redução do teor de rejeitos em polpas com números kappa elevados, pode-se alterar alguns parâmetros de processo, especialmente da fase de impregnação, como por exemplo aumento do tempo de aquecimento ou uso de aditivos como os surfactantes. MAGNOTTA et al. (1998) afirmam que a redução do teor de rejeitos pode ser obtida se o sistema de depuração de polpa for posicionado após os estágios de deslignificação com oxigênio.

A utilização de antraquinona tem se mostrado eficiente no aumento de rendimento (SILVA JÚNIOR et al. 1997). Visando avaliar a possibilidade de aumento de rendimento no processo de polpação de *Pinus taeda*, foram realizados cozimentos com adição de antraquinona (0,05%) utilizando os mesmos parâmetros apresentados na tabela 1. Os resultados do processo de cozimento com antraquinona são apresentados na figura a seguir:

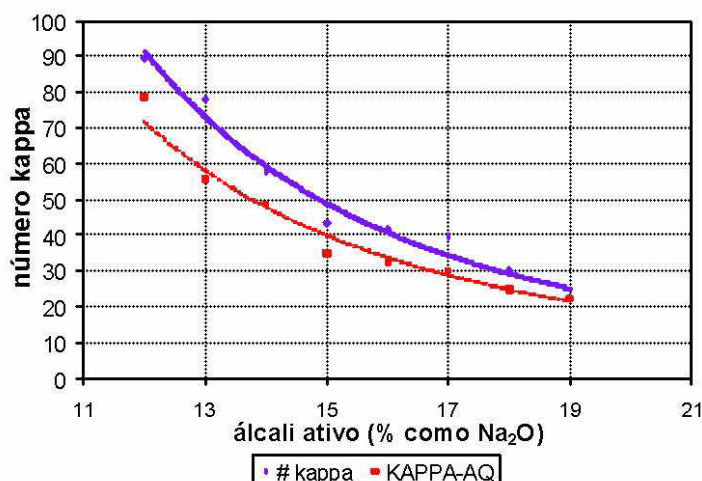


Figura 3. Número kappa em função da carga alcalina – processo kraft e kraft-antraquinona (AQ)

A análise da figura 3 mostra claramente o efeito da antraquinona sobre a intensidade de designificação do processo kraft. A redução do número kappa através da adição de antraquinona traz como possibilidade um aumento adicional de rendimento pela redução da carga alcalina.

A redução da carga alcalina juntamente com a utilização de antraquinona apresentam efeitos aditivos que podem ser explorados: aumento de rendimento, redução do teor de sólidos gerados por tonelada de celulose e consequentemente aumento da capacidade de produção de celulose em unidades limitadas na caldeira de recuperação.

Considerando-se os números kappa definidos para este trabalho (40, 50 e 60), a adição de antraquinona ao processo de polpação kraft de *Pinus taeda* resultou em uma necessidade de carga alcalina de 15%, 13,8% e 12,8% respectivamente; estes valores são, em média, 1,2 pontos percentuais (12 kg AA/tas madeira) inferiores à carga alcalina necessária no processo kraft, sem adição de antraquinona. Este fato confirma os aspectos apresentados anteriormente, referentes a possibilidade de aumento da capacidade de produção de celulose através da adição de antraquinona.

3.2. Pré-deslignificação com oxigênio

As polpas com número kappa 50 e 60 foram submetidas à pré-deslignificação com oxigênio em duplo estágio, visando a obtenção de polpa com número kappa 40. Na tabela 2 são apresentados os parâmetros de processo adotados, bem como os resultados obtidos.

Tabela 2. Condições e resultados dos estágios de pré-deslignificação com oxigênio.

Parâmetros/Resultados	Kappa 50		Kappa 60	
Estágio	1° O ₂	2° O ₂	1° O ₂	2° O ₂
Consistência, %	10	10	10	10
Temperatura, °C	100	100	100	100
Tempo, min	20	40	20	40
Pressão, kgf/cm ²	5,0	5,0	5,0	5,0
NaOH, %	1,0	1,0	1,0	2,0
pH inicial	12,0	12,2	12,1	12,5
pH final	11,2	11,4	11,4	11,6
Rendimento, %	---	98,7	---	97,6
Número kappa	45,4	38,0	52,7	40,8
Alvura, %ISO	21,5	22,6	21,5	21,6
Viscosidade, cP	21,7	16,9	23,3	17,6

Os resultados apresentados na tabela 2 mostram que a redução de número kappa na etapa de designificação com oxigênio é uma alternativa tecnicamente viável e interessante.

Para polpa com número kappa 50, a carga total de soda aplicada (20kg/t) permitiu a obtenção de polpa com número kappa 38 (taxa de designificação = 24%). No tratamento da polpa com número kappa 60 foi necessária a utilização de maior carga de soda cáustica (carga total = 30 kg/t), o que trouxe como consequência uma redução do rendimento e da viscosidade.

A eficiência da viscosidade como parâmetro de controle de qualidade de polpas é um fator que tem sido bastante discutido e gerado polêmica. A viscosidade das polpas celulósicas está relacionada à resistência das fibras. A relação entre viscosidade e resistência da fibra não é linear. LI et al. (2000) mostram que para polpas kraft a resistência à tração medida através do zero-span diminui ligeiramente se o grau de polimerização da celulose se mantém acima de 1000. Deve-se considerar que um grau de polimerização de 1000 corresponde a uma viscosidade ao redor de 12 cP e 1600 a 30 cP.

Os valores de viscosidade apresentados na tabela 2 são significativamente superiores aos valores apresentados por LI et al. (2000) como limite crítico para perda de resistência. Esses resultados mostram ser possível a obtenção de polpa através do processo EOD com boas propriedades físico-mecânicas.

Considerando-se os aspectos citados, com o objetivo de avaliar as características das polpas obtidas nos estágios de designificação com oxigênio, determinaram-se as propriedades físico-mecânicas das polpas.

3.3. Propriedades físico-mecânicas

Para avaliação das propriedades físico-mecânicas considerou-se apenas a polpa obtida com número kappa 50 após a etapa de polpação. Esta determinação baseia-se no fato de que, para as condições de cozimento consideradas neste trabalho, o teor de rejeitos tende a ser bastante elevado na produção de polpa com número kappa 60, fato este que gera algumas dificuldades para avaliação e implantação deste processo em escala industrial.

Na figura 4 apresentam-se os resultados da drenabilidade em função do tempo de refino.

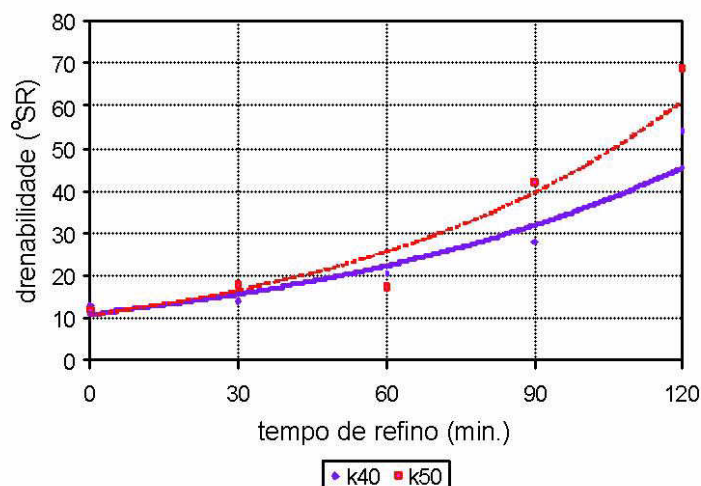


Figura 4. Drenabilidade (°SR) x tempo de refino (min)

Os resultados apresentados na figura 4 mostram que a polpa k50 tende a apresentar um melhor desempenho no processo de refino; este fato pode estar associado a maior seletividade do processo EOD permitindo uma maior preservação de hemiceluloses; estas, por sua vez, dado ao seu caráter hidrofílico, contribuem para um melhor desenvolvimento do refino.

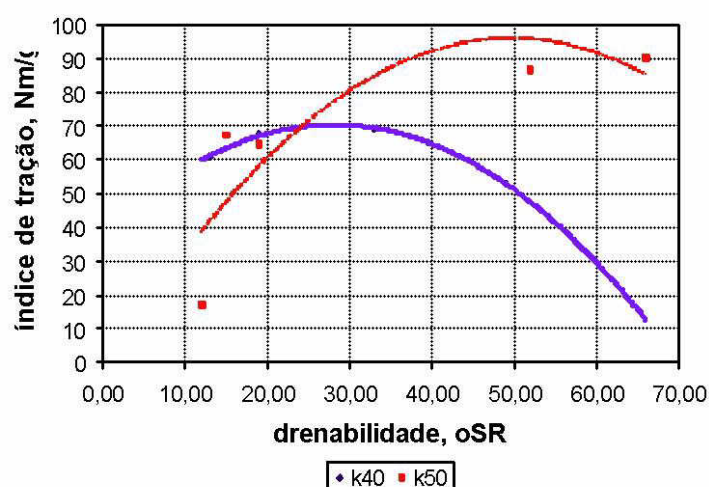


Figura 5. Índice de tração x drenabilidade

Os resultados apresentados na figura 5 mostram que a polpa k50 apresenta melhores resultados de resistência à tração quando comparado com a polpa k40, para intensidades de refino superiores a 25° SR. A polpa k50 apresenta um potencial de resistência à tração superior à polpa k40, atingindo os valores máximos de 95 mN/m².

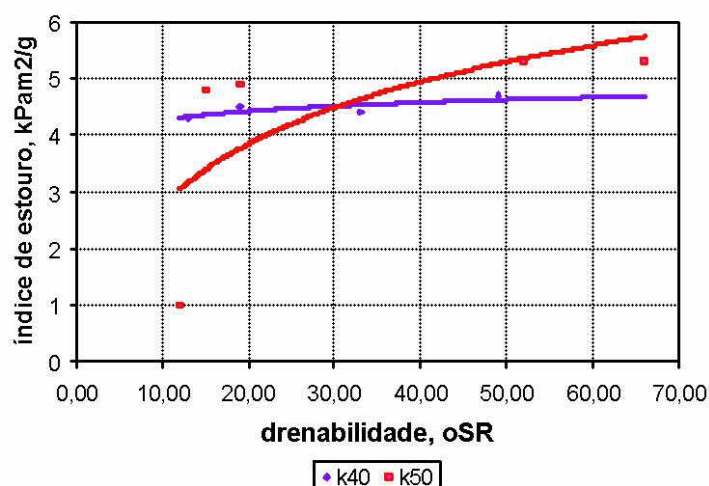


Figura 6. Índice de estouro x drenabilidade

A resistência ao estouro para as polpas k40 e k50 apresenta um comportamento semelhante à resistência à tração. A polpa k50 apresenta desempenho superior à polpa k40 em níveis de refino superiores a 30° SR, tendendo a apresentar incrementos marginais superiores ao da polpa k40.

A similaridade de comportamento observada para as resistências à tração e estouro deve estar relacionada ao fato destas propriedades serem função, entre outros, da ligação inter-fibras que, por sua vez, está relacionada à intensidade de refino; conforme apresentado na figura 4, a polpa k50 apresenta uma maior facilidade de refino, que pode ser interpretada como uma maior fibrilação.

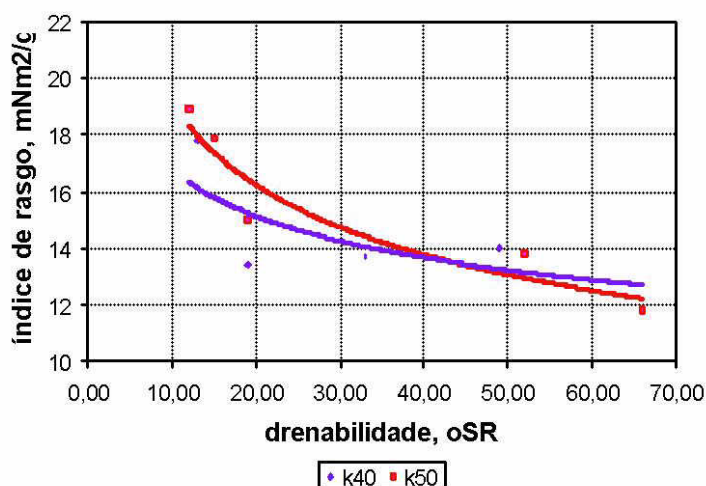


Figura 7. Índice de rasgo x drenabilidade

Na figura 7 observa-se que as polpas k40 e k50 tendem a apresentar um mesmo comportamento para a resistência ao rasgo.

Os resultados apresentados nas figuras 4, 5, 6 e 7 mostram que o processo EOD apresenta efeitos benéficos sobre as propriedades de tração e estouro e não altera significativamente a resistência ao rasgo. Deve-se destacar ainda que a maior facilidade de refino pode representar uma economia de energia nesta etapa do processo industrial, o que pode representar um menor custo de produção.

3.4. Simulação de impacto industrial

Com o objetivo de permitir uma avaliação preliminar do impacto da implantação do processo de Deslignificação Estendida com Oxigênio em uma unidade fabril, foi elaborada uma simulação onde se considera como fator limitante para a produção a capacidade de queima da caldeira de recuperação, e como dados de entrada os resultados de rendimento, número kappa e consumo de álcali. Nesta simulação considerou-se uma caldeira de recuperação com capacidade máxima de queima de sólidos de 700 tss/dia.

Mesmo com o consumo de soda cáustica nos reatores de deslignificação, o menor consumo de álcali na etapa de cozimento e o conseqüente aumento de rendimento, contribuem para redução do teor de sólidos gerados por tonelada de polpa produzida.

Considerando-se 355 dias produtivos por ano, a implantação do processo EOD para produção de polpas com número kappa 50 e 60 na saída do digestor, leva a um aumento da capacidade de produção de celulose da ordem de 11360 t/ano e 17760 t/ano, respectivamente.

Para polpa com número kappa 60, no entanto, deve-se avaliar detalhadamente a questão do processo de depuração no que diz respeito a sua capacidade e seu posicionamento na linha de fibras.

O aumento de rendimento e número kappa associados à redução da carga alcalina, traz como conseqüência direta a redução da geração de sólidos por tonelada de polpa produzida. Neste sentido, considerando-se a capacidade de queima da caldeira de recuperação como um fator limitante ao aumento de produção, o aumento do número kappa pode trazer como vantagem o aumento da capacidade de produção de celulose de uma unidade industrial.

4. CONCLUSÕES

O processo EOD apresenta-se como uma alternativa interessante às fábricas que têm a queima de sólidos como o fator limitante ao aumento de produção de celulose.

Nas condições utilizadas neste estudo, número kappa na saída do digestor de 50 ou 60, número kappa após a deslignificação com oxigênio em duplo estágio de 40 e capacidade de queima da caldeira de recuperação de 700 tss/dia, a implantação do processo EOD permite um aumento de produção de celulose da ordem de 6% para cozimento com número kappa 50 e 10% para cozimento com número kappa 60. Para o processo com número kappa 60 deve-se avaliar detalhadamente o sistema de depuração no que diz respeito a sua capacidade e posicionamento na linha de fibras.

A utilização de antraquinona no processo de polpação apresenta um efeito aditivo ao processo EOD e pode aumentar ainda mais os ganhos em termos de produção de celulose.

Os resultados das propriedades físico-mecânicas mostram que a Deslignificação Estendida com Oxigênio – EOD, não altera significativamente as propriedades físico-mecânicas das polpas obtidas.

5. BIBLIOGRAFIA

- DENCE, C. W. & REEVE, D. W. Pulp Bleaching – Principles and Practice. Tappi Press – Atlanta – GA. 1996. 868p.
- LEITE, M. M. & KIVIAHO, I. Cooking to different kappa numbers: The impact on the bleaching chemical consumption and recovery cycle. In: *Proceedings of the 1 Latin-American Congress of Delignification*, 33-44 - ABTCP- Vitória – 1994.
- LI, J.; MOESER, G. & ROEN, L. Nonuniformity of carbohydrate degradation during kraft pulping – measurement and modeling using a modified G-factor. *Ind. Eng. Chem. Res.* (39):916-921. 2000.
- MAGNOTTA, V.; JAMEEL, H.; KIRKMAN, A; GRATZL, J. High-kappa pulping and extended oxygen delignification to increase yield. In: *Proceedings of the 1998 TAPPI Breaking the pulp yield barrier symposium*, 165-182 – TAPPI – Atlanta – 1998.
- SILVA JÚNIOR, F. G. ; RESENDE, A.; TONELLI, E.; SANTOS, J. T. & ZOLIO, A. Experiências industriais da Votorantim Celulose e Papel na polpação kraft com uso de antraquinona e surfactante. In: *Anais do XXX Congresso Anual da Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel*, 191-204 - 1997.