



abcp

**Associação Técnica Brasileira
de Celulose e Papel**

II CONVENÇÃO ANUAL ABCP

"SEMANA DO PAPEL"

O Uso do Pinus Elliottii Brasileiro para Fabricação de Celulose e Papel

BEATRIZ VERA POZZI REDKO

JOÃO PAULO MARTINELLI GUIMARÃES

N.º 2

SÃO PAULO, 24 A 28 DE NOVEMBRO DE 1969

O USO DO PINUS ELLIOTTII BRASILEIRO PARA A FABRICAÇÃO DE CELULOSE E PAPEL

Beatriz Vera Pozzi Redko
João Paulo Martinelli Guimarães

INTRODUÇÃO

Com a finalidade de suprir a indústria brasileira de papel com matéria prima de boa qualidade, foram plantados cerca de 400 milhões de pés de *Pinus elliottii* na região sul do Brasil.

A madeira de *Pinus elliottii* aclimatado, devido ao elevado teor de resina, tem apresentado dificuldade durante a preparação da pasta celulósica pelo processo sulfato, tais como o aumento do consumo de reagentes, excessivo teor de rejeitos e grande quantidade de espuma na descarga.

OBJETIVO

Foram feitos estudos preliminares (2,3) visando verificar o comportamento da madeira do *Pinus elliottii* como fonte de celulose para papel e fonte de tall oil, usando-se condições semelhantes às indústrias. Concluiu-se ser a pasta celulósica produzida de boa qualidade, apresentando apenas teor de rejeitos um pouco elevado, tendo sido compensadora a extração de tall oil da lixívia negra resultante. Neste trabalho foi verificado o comportamento do *Pinus elliottii* aclimatado frente a diversas variações do processo sulfato, com diferentes graus de sulfidez e de deluição, visando a obtenção econômica de pastas celulósicas apropriadas para a confecção de papéis resistentes e branqueáveis. Foram estudadas as características das pastas resultantes e na lixívia obtida, além da determinação do teor de tall oil, foi efetuada a sua análise cromatográfica.

MATERIAL

Os cavacos usados no presente trabalho foram provenientes de dez árvores de oito anos, provenientes de Capão Bonito e Itapetinga, Estado de São Paulo. A amostragem foi efetuada ao acaso na totalidade do material disponível.

Na Tabela I estão registrados os resultados da análise química da madeira empregada, recém abatida e após 6 meses de armazenamento sob a forma de cavacos. Da tabela constam também para efeito de comparação, os resultados das análises químicas das madeiras de *Pinus elliottii* americano, Pinho do Paraná e Eucaliptus saligna de 6 anos de idade. Na análise das madeiras nacionais, foram obedecidas as especificações das normas da Associação Técnica Brasileira de Celulose e Papel.

Dos resultados encontrados verifica-se que, o *Pinus elliottii* nacional recém abatido, apresenta teor de resina de 6,7%, muito superior ao americano, 2,6% e após 6 meses de estocagem sob a forma de cavacos esse teor baixou de 6,1%.

TABELA I

Material	Pinus elliottii nacional		Pinus elliotti	Pinho do Paraná	Eucaliptus saligna
	A	B	americano (1)		
Celulose-%	55,5	58,1	—	58,3	54,6
Liginina-%	26,6	28,5	28,0	28,5	25,5
Pentosanas-%	7,1	8,3	8,5	6,1	16,4
Cinzas-%	0,3	—	0,2	0,3	0,3
Solubilidade em:					
NaOH 1%	16,9	11,4	9,9	10,6	14,8
Água Fria-%	1,8	1,2	—	1,7	1,1
Água Quente-%	3,8	3,4	2,5	2,5	1,0
Alcool benzeno-%	6,7	2,6	2,6	0,9	1,4

Pinus elliotti nacional Amostra A — recém abatido
 Amostra B — após 6 meses de estocagem em forma de cavacos

PREPARAÇÃO DAS PASTAS CELULÓSICAS

O material destinado a estudo foi reduzido a cavacos de 5,0x2,0x0,3 cm.

Nos cozimentos soda enxôfre foram escolhidos níveis de álcali ativo de 16 e 18%, por serem os usados mais correntemente na indústria na obtenção de pastas fortes e de pastas branqueáveis a partir desse tipo de material.

A temperatura foi fixada em 170°C, por ser mais correntemente usada. Em trabalhos anteriores foi verificado (4) que, a partir de um certo nível, a influência da temperatura nos resultados dos cozimentos foi menos marcante que a das demais variáveis. A diluição variou de 3:1 a 5:1 e a sulfidez, de 20 a 35%. A duração de quase todos os cozimentos foi de três horas à temperatura máxima, levando-se cerca de uma hora e meia na elevação da temperatura.

A lixívia de soda e o enxôfre foram adicionados estequiometricamente à autoclave, respeitando-se sempre o excesso relativo à formação do tiosulfato.

Para os cozimentos foram utilizadas autoclaves giratórias de dois litros de capacidade, aquecimento indireto e 2 rpm. Após os cozimentos as pastas foram lavadas, desintegradas em hidrapulper por 15 minutos e depuradas em peneiras planas de 0,30 mm de abertura. O desaguamento foi manual, seguido de acondicionamento da pasta em sacos plásticos visando homoge-

nização da massa para ensaios posteriores. Foram calculados os rendimentos em pasta celulósica correspondentes a todos os cozimentos e foi determinado o número Kappa das pastas obtidas.

Para os ensaios físico-mecânicos a moagem foi feita em moinho Jokro. As fôlhas foram preparadas em formador do tipo Rapid Kœeten, com gramatura aproximada de 60g/m². Foram obedecidas as normas ABCP referentes a ensaios físico-mecânicos, sendo alguns resultados a 25, 35 e 45 °SR obtidos através de interpelação matemática.

Os resultados do estudo micrográfico das fibras estão tabela II.

TABELA II

Dimensão (mm)	Comprimento	Largura
Valor médio	3.160	0.044
Valor máximo	5.080	0.080
Valor mínimo	1.740	0.020

Na Tabela III está registrado o desenvolvimento dos cozimentos efetuados e na Tabela IV os resultados dos ensaios físico-mecânicos aos quais as pastas foram submetidas.

É registrado também nessa Tabela o fator RF de Jayme e Büttel (b) produto dos valores máximos de resistências ao rasgo e auto ruptura obtidos na curva de refinação.

ANALISE DOS RESULTADOS

Como os cozimentos foram efetuados a partir de madeira de uma mesma amostra e as moagens a que foram submetidas as pastas tiveram as mesmas características, a diferença entre os resultados será proveniente principalmente da eficiência do tratamento químico empregado.

Para determinar qual o ensaio físico-mecânico foi o mais sensível a qualidade da pasta, foi feita a integração gráfica das curvas de variação dos resultados dos ensaios em função do grau de moagem.

Mudou-se os limites de integração, atribuindo-se 10.000 ao maior valor encontrado, e denominado as respectivas integrais de fator de auto ruptura, fator de arrebatamento, fator de rasgo e fator de dobragem.

Na Tabela V está registrada essa integração.

Considerou-se índice de qualidade de cada pasta a somatória das integrais obtidas nos quatro ensaios físico-mecânicos.

Construiu-se em seguida os gráficos de variação das integrais de cada ensaio em função dos índices de qualidade das pastas correspondentes e como se conclui da Tabela e dos Gráficos I, II, III e IV, anexos, os resultados obtidos nos ensaios de dobragem foram os mais sensíveis à variação da qualidade das pastas.

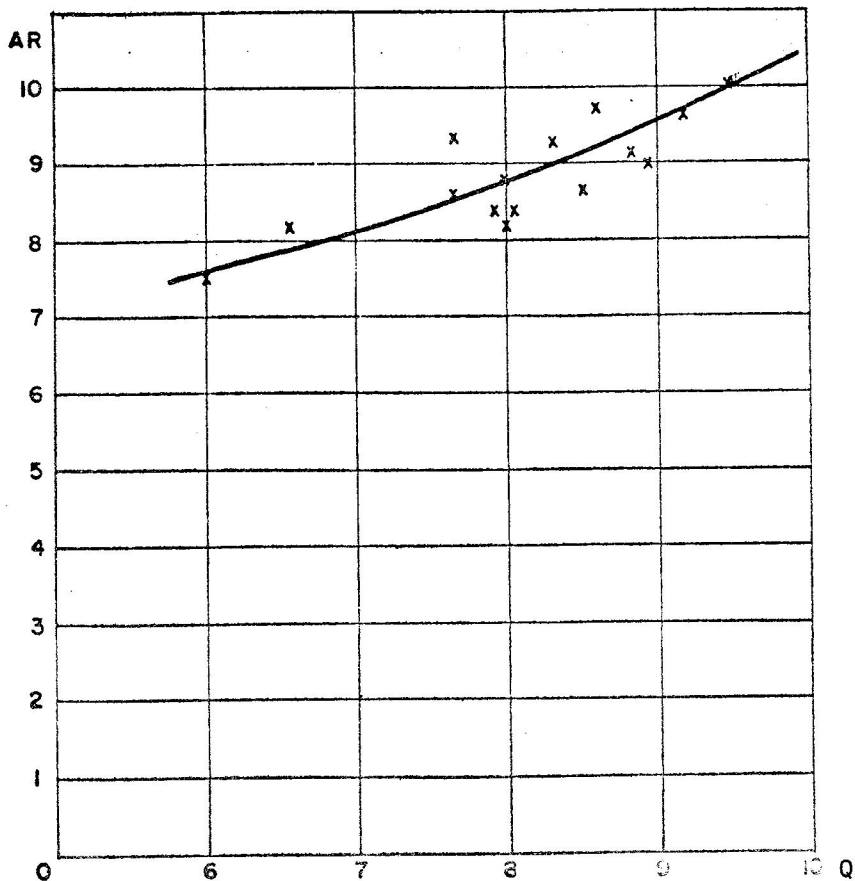


Figura 1

Pinus Elliottii — Fator de Auto Ruptura (AR) VS Índice de qualidade da Pasta (Q)

Pode-se concluir que, comparando-se pastas celulósicas provenientes de uma mesma espécie de madeira, aquelas que apresentarem os resultados mais baixos nos ensaios de dobragem, sempre apresentarão os resultados mais baixos nos demais ensaios.

Isto confirma os resultados obtidos por Bergman e Rannel, que também acharam ser o índice do dobrar o mais diretamente relacionado com a qualidade intrínseca das fibras de papel (7).

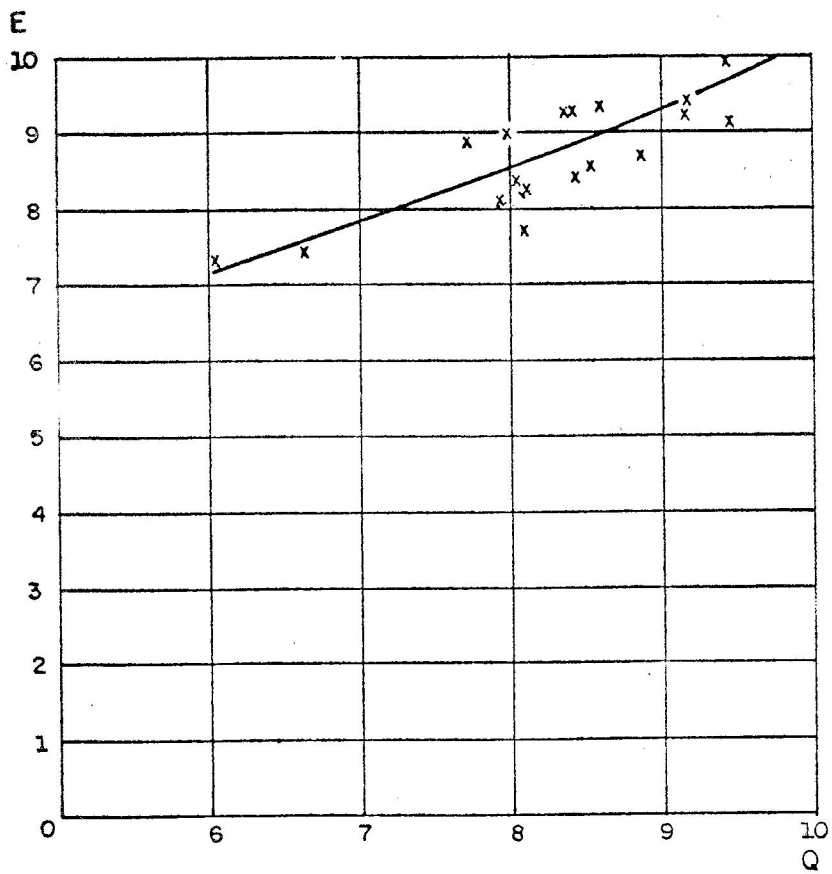


Figura 2

Pinus Elliottii — Fator de Estouro (E) VS, Índice de Qualidade da Pasta (Q)

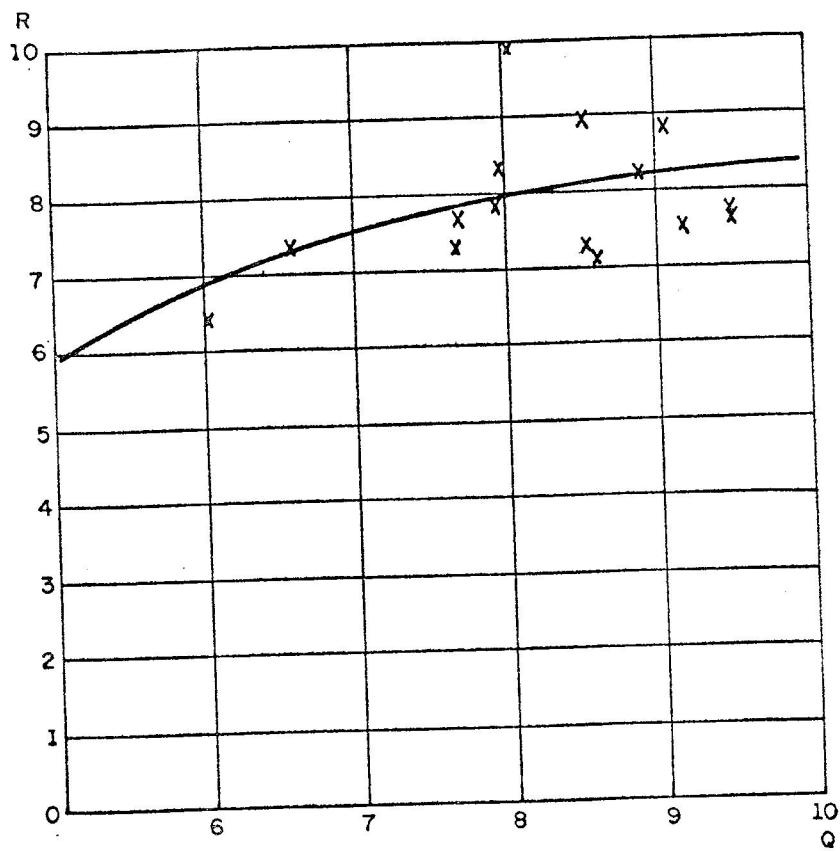


Figura 3

Pinus Elliottii — Fator de Rasgo (R) VS, Índice de Qualidade da Pasta (Q)

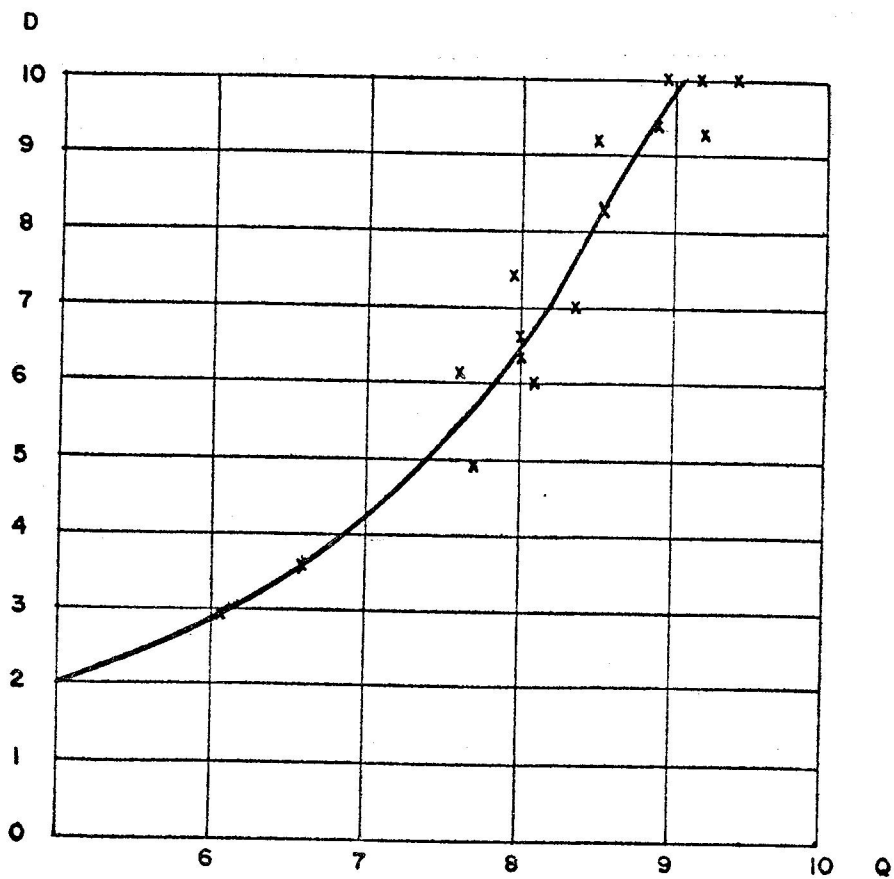


Figura 4

Pinus Elliottii — Fator de Dobragem (D) X Índice de Qualidade da Pasta (Q)

DISCUSSÃO

As pastas obtidas foram de boa qualidade, apropriadas para a fabricação de papéis resistentes.

Dos resultados encontrados conclui-se que as melhores condições para cozimento do *Pinus elliottii* visando pastas fortes do tipo kraft foram obtidas com 16% de álcali ativo, diluição 3:1 e sufidez entre 25 e 30%. Com 18% de álcali ativo obteve-se pastas branqueáveis de boa qualidade.

O índice RF obtido nessas pastas de *Pinus elliottii* foi da mesma ordem de grandeza ao índice RF máximo obtido para o Pinho do Paraná (2490) e sempre superior ao do eucalipto saligna (914).

O elevado índice de rejeitos é atribuído ao excesso de resina da madeira usada o que diminuirá com a estocagem do material.

OBTENÇÃO DO TALL OIL

Para a obtenção do tall oil foi usado o mesmo processo descrito em trabalho anterior (2), a partir de cozimento usando-se 16% de álcali ativo, 25% de sulfidez, diluição 3:1, 170°C por 3 horas.

A lixívia foi concentrada até 22-25% de sólidos e foi adicionado a massa 1% de solvesso-100, para flocular o tall oil. O material sobrenadante foi centrifugado, sendo a separação do tall oil feita pelo método recomendado por Saltzmann e Kuiken (8).

Obteve-se um rendimento de 3% de tall oil em relação à madeira seca.

ANÁLISE CROMATOGRÁFICA DO TALL OIL

Foi feita pela Secção de Extrativos da Madeira do IPT a análise cromatográfica em camada delgada do tall oil obtido comparando-a com breu importado.

As condições utilizadas para a análise cromatográfica do tall oil, em camada delgada, foram:

Camada: Sílica Gel G — Merck

Espessura: 25 mm; Distância percorrida: 13 cm

Quantidade aplicada: 10 de solução etérea a 1%

Solvente: Benzeno + metanol (95 + 5 v/v)

Reveladores: 1 — iodo metálico

2 — kagi-Mischer

Os resultados obtidos estão expressos na Tabela VI.

A mostra 1 apresenta 1 componente que também está presente nas amostras de breu (RF = 0,56 com iodo) e com o reativo de Kagi Mischer se desdobra em 2 componentes (RF = 0,56 e 0,47)

TABELA III — PINUS ELLIOTTII — Desenvolvimento dos Cozimentos soda enxofre

Cozimento	301-3 (*)	301-4 (*)	303-1	303-2	304-1	304-2	304-3	304-4	305-1	305-2	305-3	315-1	315-2	315-3
Alcali ativo como Na ₂ O%	16	18	16	18	16	16	18	18	16	16	16	18	18	18
Sulfidez	25	25	25	25	25	25	25	25	20	30	35	20	30	35
Diluição	4:1	4:1	4:1	4:1	3:1	5:1	3:1	5:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1	4:1
Tempo de elevação (mm)	110	110	117	110	110	110	110	110	113	113	113	113	103	103
Rendimento total %	48,2	44,9	49,1	43,1	41,6	45,7	40,4	42,7	43,6	42,1	45,2	42,1	43,9	42,9
Rendimento depurado %	43,8	41,5	45,5	41,7	40,3	44,2	38,5	40,0	39,2	39,7	37,9	39,1	40,4	40,9
Rejeitos %	4,4	3,4	4,2	1,4	1,3	1,5	1,9	2,7	4,4	3,4	7,3	3,0	3,5	2,0
N.º KAPPA	53,9	42,2	38,9	25,6	36,1	50,4	21,1	28,4	42,8	41,0	51,2	27,4	26,2	28,9
Alcali Residual	2,3	2,6	1,0	2,1	1,1	0,9	2,3	1,7	0,8	0,6	0,3	1,8	1,5	1,8
Alvura Elrepho filtro R46 TAPPI	24,5	26,6	25,8	27,4	25,3	23,3	29,5	26,7	24,4	24,0	21,8	28,4	27,7	27,3

Condições de cozimento

Temperatura 170°C

Tempo à temperatura máxima 180 minutos

(1) tempo à temperatura máxima 120 minutos

Com iodo, a amostra 1 apresenta um componente em boa quantidade (RF = 0,42) que não se apresenta na amostra de breu. Esse componente não reage com Kagi-Mischer.

Os cromatogramas apresentavam aspecto geral semelhante embora com reativo de Kagi-Mischer a amostra de breu demonstrava possuir maior número de componentes sensíveis à essa reação.

CONCLUSÕES

Foram obtidas pastas celulósicas de excelentes qualidades a partir do *Pinus elliottii* aclimatado. Os melhores resultados foram encontrados com diluição baixa 3:1, 16% de álcali ativo, 25 a 30% de sulfidez, 170°C de temperatura durante 3 horas. Na recuperação do total oil, obteve-se uma média de 3,0% por tonelada de madeira empregada, de um material de natureza bastante semelhante ao breu.

BIBLIOGRAFIA

- 1 — RYDHOLM, Sven A. — Pulping Process Interscience Publishers — 1965.
- 2 — REDKO, Beatriz V.P.; Guimarães, João Paulo M. — Da utilização do *Pinus elliottii* aclimatado como fonte do celulose para papel — O Papel — junho 1969 — pg. 31.
- 3 — REDKO, Beatriz V.P. — Relatório n.º 4453 — Instituto de Pesquisas Tecnológicas.
- 4 — REDKO, Beatriz V.P.; Assumpção Rosely M.V. — IPT — não publicado
- 5 — AGOTTANI CE — Celulose Kraft IKPC — 1968.
- 6 — JAIME G. Buttet H — Das papier 18, n.º 10, 624.
- 7 — BERGMAN, Jan and Rennel Jan — The Relation Between Fibre Strength and Paper Strength — Svensk 1967 — Papperstidning pg. 757.
- 8 — SALTZMAM, Wand Kuiken KA — Estimation of Tall oil in Sulphate Black Liqour — TAPPI — Novembro 1959 — vol. 42 n.º 11.
- 9 — ASSUMPCÃO, Rosely M. V. — Relatório n.º 5007 — Instituto de Pesquisas Tecnológicas.
- 10 — ASSUMPCÃO, Rosely M.V. — não publicado — IPT.

TABELA IV — PINUS ELLIOTTII — Resultados dos Ensaio Físico Mecânicos

Cozimento	Tempo de Moagem (min.)	°SR	Auto Ruptura m	Resistên- cia ao estouro kg/cm2	Resistên- cia ao rasgo g	Dobras duplas	RF
301-3	1	15	5027	3,21	257	339	2574
	32	25	6669	4,46	214	1127	
	45	35	8263	5,77	172	1889	
	70	45	9869	7,10	130	2653	
301-4	0	15	4162	2,73	223	192	2337
	35	25	6734	4,53	185	1142	
	50	35	9216	6,93	146	2102	
303-1	69	45	10260	7,45	113	3262	2501
	2	15	5530	3,60	220	827	
	50	25	9647	6,92	143	3870	
	62	35	10490	7,45	120	3495	
303-2	73	45	10511	7,38	110	2730	2244
	1	15	4957	3,05	210	308	
	40	25	7595	4,89	167	3162	
	55	35	10112	6,88	118	3905	
304-1	62	45	9905	6,39	117	3727	2230
	2	15	4530	2,94	209	381	
	40	25	7130	5,02	160	1712	
	60	35	9730	7,10	100	3042	
304-2	67	45	10094	7,13	96	4230	2170
	2	15	5271	3,10	210	490	
	60	25	9506	6,80	132	2622	
	62	35	9563	6,85	131	2151	
304-3	77	45	9620	6,90	129	1680	2042
	2	15	4721	2,70	211	160	
	35	25	6842	4,32	161	765	
	45	35	8919	5,92	112	1296	
	57	45	8882	6,20	92	1305	

Cozimento	Tempo de Moagem (min)	°SR	Auto Ruptura m	Resistên- cia ao estouro kg/cm2	Resistên- cia ao rasgo g	Dobras Duplas	RF
304-4	2	15	5315	3,10	206	694	
	45	25	9111	6,43	146	3726	
	60	35	10277	7,34	121	4870	
	70	45	10322	7,22	112	5269	
305-1	3	15	5405	3,24	203	366	2291
	35	25	8100	5,33	157	1071	
	54	35	9680	6,52	130	1485	
	72	45	10877	7,60	106	2008	
305-2	3	15	4346	2,54	271	337	3010
	50	25	8174	5,87	168	2559	
	62	35	10420	7,51	122	3272	
	75	45	10673	7,58	121	3127	
305-3	3	15	4775	2,73	207	330	2194
	45	25	6761	4,41	175	1225	
	60	35	8844	6,12	132	2147	
	72	45	10126	7,36	104	3284	
315-1	2	15	5259	3,32	199	341	1991
	50	25	7187	5,05	157	1089	
	62	35	8562	6,79	115	1836	
	70	45	9808	7,01	100	2841	
315-2	5	15	6285	4,02	179	1588	2129
	45	25	8025	5,32	154	2087	
	62	35	10694	7,23	113	1794	
	70	45	10137	7,05	107	2779	
315-3	3	15	5118	3,20	200	340	2187
	45	25	7166	5,12	166	1178	
	55	35	9215	7,04	132	2017	
	70	45	10613	7,61	101	2908	

TABELA VI

IÓDO METÁLICO			KAGI-MISCHER	
	Amostra 1	Breu imp.	Amostra 1	Breu imp.
Rf	0,83	0,76	—	0,81
côr	amarela	amarelo marron	—	roxo claro
Rf	—	0,65	—	0,68
côr	—	amarelo	—	roxo claro
Rf	0,56	0,57	0,56	0,58
côr	—	amarelo marron	roxo claro	roxo claro
Rf	0,42	—	0,47	0,48
côr	amarelo marron	—	roxo intenso	roxo intenso
Rf	0,15 *	0,22 *	0,30	0,31
côr	amarelo	amarelo	roxo azul claro	roxo azul claro
Rf	0,0	0,08	—	0,28
côr	amarelo marron	amarelo	—	roxo púrpura
Rf	—	0,0 *	0,18 *	0,19 *
côr	—	amarelo	roxo	roxo preto
Rf	—	—	0,12 *	0,12 *
côr	—	—	roxo preto	roxo preto
Rf	—	—	0,0 *	0,0 *
côr	—	—	roxo preto	roxo preto

* Manchas onde houve arraste, separação difícil.

TABELA V — PINUS ELLIOTTII ACLIMATADO — Variação dos Resultados dos Ensaio Físico Mecânicos

Cozimento	AR	AR			R	R	D =		Q = $\frac{\quad}{4}$
301-3	2983	8245	2054	8102	773	10000	6008	3236	8090
301-4	3037	8375	2110	8323	667	8623	6698	3204	8010
303-1	3618	10000	2535	10000	593	7671	10000	3767	9418
303-2	3257	9002	2121	8368	662	8564	10000	3593	8983
304-1	3148	8702	2219	8753	565	7309	9365	3413	8533
304-2	3396	9386	2365	9329	602	7787	6945	3344	8350
304-3	2936	8128	1919	7570	576	7451	3562	2667	6668
304-4	3503	9681	2409	9502	585	7568	10000	3675	9188
305-1	3366	9304	2269	8950	596	7710	4932	3088	7720
305-2	3361	9291	2350	9270	682	8823	9295	3678	9195
305-3	3051	8431	2062	8134	618	7994	7409	3197	7995
315-1	3081	8517	2217	8745	571	7386	6109	3076	7690
315-2	3514	9713	2362	9317	553	7153	8248	3443	8608
315-3	3211	8895	2297	9061	599	7749	6443	3213	8008

AR — Fator de auto ruptura

— Fator de estouro

R — Fator de rasgo

D — Fator de dobragem

Q — índice de qualidade da pasta