

OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO KRAFT EN MADERAS DE *EUCALYPTUS GLOBULUS*

Romero, J.*; Hernando, M.; Francisco, J. L.; Pisabarro, A.; Canaval, J.;
Fernández, J.; Toval, G.

Centro de Investigación y Tecnología. Grupo Empresarial ENCE, S.A.
Ctra Campañó s/n, Ribeiro. 36157 Pontevedra. España.

*Autores para la correspondencia: jromero@ence.es

Boletín del CIDEU 4: 117-124 (2007)

ISSN 1885-5237

Resumen

Se ha estudiado en maderas de *E. globulus* como afecta el factor H y la carga de álcali activo en cocción sobre la facilidad de la deslignificación, el contenido en carbohidratos y la eliminación de extractos de las pastas crudas obtenidas a un mismo nivel de lignina residual. Los resultados obtenidos mostraron que trabajar con bajas cargas de álcali activo y temperaturas en cocción más elevadas, aumenta el rendimiento de pasta en cocción y eliminan más sitosterol. Sin embargo, las blancuras más altas se obtienen trabajando con alta carga de álcali activo. Los xilanos son los compuestos más sensibles a la alta carga de álcali y se eliminan en gran extensión. Las pastas obtenidas con bajo álcali residual en cocción tienen mejor estallido y tracción pero peor drenabilidad, volumen, opacidad y porosidad.

Palabras clave: *Eucalyptus globulus*, proceso kraft, rendimiento, blanqueabilidad, azúcares, extractos, propiedades papeleras.

Summary

Optimisation of Kraft Pulping Process From *Eucalyptus Globulus* Wood

This paper studies how H factor and active alkali loads in cooking affect *E. globulus* woods with regard to ease of delignification, carbohydrate content or removal of extractives. The results obtained demonstrated that working with low alkali loads and higher cooking temperatures increase pulp production and remove greater amounts of sitosterol. However, the greatest brightness is achieved by working with a high active alkali load. Xylans are the most sensitive compounds to high alkali loads and to a large extent are removed. Pulp produced with low residual alkali in the cooking stage has better burst index and tensile strength, but lower dewatering, bulk, opacity and air permeability.

Key words: *Eucalyptus globulus*, Kraft process, yield, bleachability, sugars, extractives, papermaking properties.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años se han publicado varios trabajos (Carvalho M.G.V. et al., 2003; Colodette J.L. et al., 2002 y Tran A.V., 2002) con el fin de reducir los costes del proceso, que correlacionan los parámetros de cocción, tales como temperatura, carga de lejía blanca y álcali residual, con el rendimiento, la estructura de la lignina residual o la blanqueabilidad de las pastas resultantes.

El objetivo de este trabajo es conocer en maderas de *E. globulus* como afecta el factor H y la carga de álcali activo en cocción sobre la facilidad de la deslignificación, el contenido en carbohidratos y la eliminación de extractos de las pastas crudas obtenidas a un mismo nivel de lignina residual. Se han estudiado las condiciones para aumentar el rendimiento en cocción, compatible con una adecuada blanqueabilidad y propiedades papeleras.

MATERIAL Y MÉTODOS

Las astillas de *E. globulus* gallego clasificadas por longitud entre 8-35 mm y espesor entre 4-8 mm se acondicionaron hasta sequedades del 80% y se cocieron en digestores Lorentzen & Wettre. Este equipo consta de seis autoclaves de 2,5 L de capacidad que se cargan con 200 g de madera seca y que van colocados en un dispositivo giratorio que rota a 2,8 rpm para favorecer el contacto entre las lejías y las astillas. Los autoclaves se calientan por inmersión en un baño de polietilenglicol de unos 150 L, provisto de dos resistencias de 7,5 kW cada una. El control de la temperatura se realiza de forma automática mediante un microprocesador Eurotherm 808 y una unidad de Thyristores. Cuando se llega al final de la cocción, se vacía el baño de polietilenglicol a un depósito anexo, los

autoclaves se sueltan del dispositivo giratorio y se detiene la reacción enfriando rápidamente los mismos mediante una ducha de agua fría. La pasta obtenida se desintegra mecánicamente, se tamiza sobre una plancha de acero con ranuras de 0,25 mm (medida de los rechazos), y se lava manualmente.

En estas pastas se determinan entre otros parámetros el rendimiento bruto, rechazos, kappa, viscosidad, álcali residual, blancura, longitud de fibras, y porcentaje de finos. Así mismo, también se analizan los carbohidratos y los extractos lipofílicos tanto de las pastas crudas como de las lejías negras.

Las pastas crudas obtenidas se han blanqueado mediante la secuencia TCF de nuestra fábrica de Pontevedra: O-O-Q-P₀P. Las etapas de quelato se han realizado con DTPA en bolsas de polietileno cerradas y sumergidas en un baño termostático que mantiene la temperatura deseada. Las etapas de oxígeno y de peróxido presurizado se han realizado en reactores teflonados de acero inoxidable capaces de soportar las presiones exigidas en este tipo de etapas. La temperatura se alcanza suministrando vapor en la camisa del reactor, y la pasta se homogeneiza mediante un agitador incorporado en el equipo. En las pastas blanqueadas se determinan la viscosidad, kappa, blancura, residual peróxido, longitud de fibra, porcentaje de finos, reversión en estufa y ácidos hexenurónicos.

A las pastas blancas seleccionadas se les realizan curvas de refinado en PFI, se confeccionan hojas normalizadas de laboratorio y se determinan las siguientes características mecánicas y físico ópticas: °SR, gramaje (g/m^2), espesor (μm), densidad aparente (g/cm^3), volumen aparente (cm^3/g), índice de estallido

(kPa.m²/g), índice de tracción (N m/g), alargamiento (%), rigidez a la tracción (MN m/kg), índice de rasgado (mN.m²/g), coeficiente scattering (m²/kg), opacidad (%), resistencia al aire Gurley (s), resistencia aire Bendtsen (mL/min).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Evaluación en cocción

Los ensayos se han realizado manteniendo constante el hidromódulo (3,5/1), la sulfidez (25%), el tiempo de subida (90 minutos) y el tiempo a temperatura máxima (45 minutos) con el fin de no perder producción. Se adicionó antraquinona como aditivo en la cocción a dosis del 0,05%. Se variaron la cargas de álcali activo para alcanzar un índice kappa $16 \pm 0,3$ para cada temperatura máxima ensayada: 150, 154, 157 y 165 °C.

Las rectas rendimiento versus kappa obtenidas para cada una de las temperaturas máximas objeto de estudio se muestran en la Figura 1. A modo de ejemplo, para la temperatura máxima de 157 °C se emplearon cargas de álcali en cocción de 16, 17, 18 y 20 % sobre madera seca, obteniéndose la recta: Rto bruto, % = 45,56

+ 0,731 kappa ($R^2 = 0,9918$).

Para una misma temperatura máxima de cocción, a medida que aumenta la carga de reactivo disminuye el rendimiento, rechazos, kappa y viscosidad de las pastas crudas y aumenta el álcali residual en cocción (datos no mostrados).

En todos los ensayos realizados se observa que el rendimiento bruto al mismo nivel de lignina residual aumenta cuando se usan menores cargas de álcali activo y temperaturas de cocción más elevadas en los rangos estudiados en este trabajo. En la Figura 1 se indican las cargas de álcali necesarias para alcanzar un índice kappa de 16 después del lavado, a cada una de las 4 temperaturas máximas analizadas.

Los resultados medios y sus correspondientes desviaciones típicas de rendimientos, rechazos, viscosidad y álcali residual SCAN, para el mismo kappa de cocción se muestran en la Tabla 1. Como puede verse a menor álcali residual en cocción se obtiene mayor rendimiento y por tanto mayor producción en fábrica, siempre que no se produzca reprecipitaciones de lignina a álcalis tan bajos (Grace T.M. et al., 1989).

Figura 1.- Rectas rendimiento vs kappa para diferentes cargas de álcali y factores H

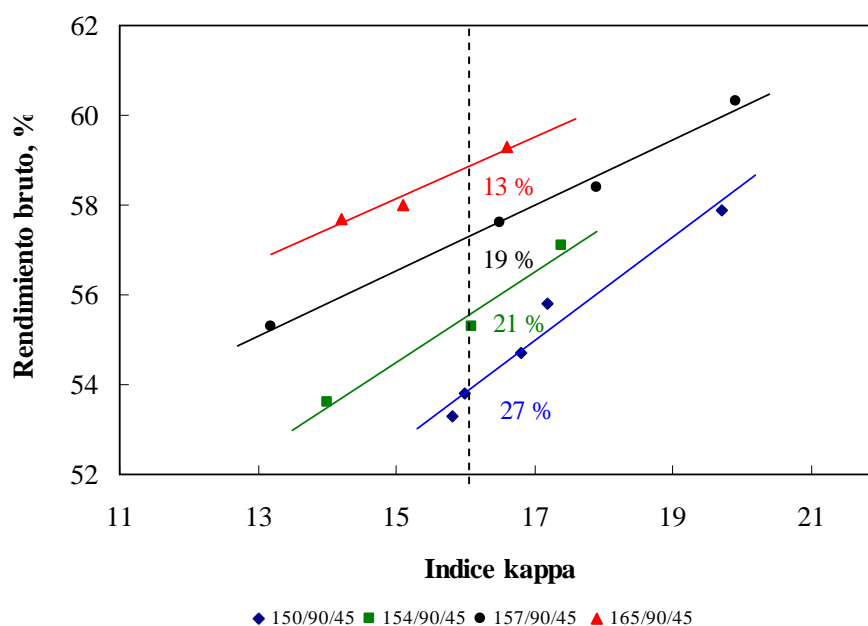


Tabla 1.- Resultados de cocción al mismo índice kappa en función de la temperatura y carga de álcali activo (Las desviaciones típicas aparecen entre paréntesis)

| | | | | |
|----------------------|------------|------------|------------|------------|
| Temperatura, °C | 150 | 154 | 157 | 165 |
| Factor H | 145 | 205 | 270 | 530 |
| Alcali activo, % | 27 | 21 | 19 | 13 |
| Rto bruto, % | 54,9 (0,3) | 56,2 (0,1) | 56,7 (0,2) | 59,3 (0,1) |
| Rechazos, % | 6,6 (0,9) | 4,7 (0,6) | 5,2 (0,5) | 7,9 (0,5) |
| Índice kappa | 16,2 (0,3) | 15,8 (0,1) | 15,9 (0,3) | 16,2 (0,2) |
| Viscosidad. mL/g | 1405 (10) | 1408 (6) | 1398 (4) | 1456 (23) |
| Alcali residual, g/L | 30,1 (0,5) | 17,6 (0,4) | 13,9 (0,7) | 1,9 (0,2) |

Blanqueo de pastas

Los resultados de blanqueos realizados con una secuencia O-O-Q-P₀P análoga a la de la fábrica de Pontevedra se muestran en la Tabla 2. Como puede apreciarse la blancura de la pasta cruda es mayor cuando se utiliza mayor carga de álcali y por tanto mayor álcali residual en cocción.

La blancura final alcanzada aumenta en las pastas que han sido cocidas con mayor carga de álcali. Otros autores han

encontrado igualmente que las maderas cocidas con alta carga de álcali poseen buena blanqueabilidad (Hanna, K.R. et al., 1998).

Las mayores diferencias en la longitud de las fibras y finos después del blanqueo se dan en la pasta obtenida con 30,1 g/L de álcali residual, que presenta 0,65 mm de longitud de fibras y 16,6 % de finos, como consecuencia de la alta dosis de álcali activo en cocción

Tabla 2 – Resultados de blanqueo

| | | | | | |
|----------------------|--|------|------|------|------|
| Pasta cruda | Alcali residual, g/L | 30,1 | 17,6 | 13,9 | 1,9 |
| | Indice Kappa | 16,2 | 15,8 | 15,9 | 16,2 |
| | Viscosidad, mL/g | 1405 | 1408 | 1398 | 1456 |
| | Blancura, % ISO | 46,5 | 45,5 | 44,7 | 39,5 |
| | Longitud de fibras, mm | 0,88 | 0,90 | 0,88 | 0,89 |
| | Finos (< 0,45 mm), % | 4,6 | 4,4 | 4,7 | 4,5 |
| O | Indice Kappa | 8,5 | 9,5 | 9,7 | 9,9 |
| | Viscosidad, mL/g | 1118 | 1180 | 1232 | 1282 |
| | Blancura, % ISO | 67,7 | 63,4 | 63,5 | 56,3 |
| O | Indice Kappa | 6,5 | 7,8 | 8,2 | 7,7 |
| | Viscosidad, mL/g | 972 | 1057 | 1095 | 1120 |
| | Blancura, % ISO | 76,7 | 72,7 | 71,3 | 66,1 |
| P ₀ P | Indice Kappa | 4,6 | 5,6 | 5,8 | 5,0 |
| | Viscosidad, mL/g | 706 | 817 | 780 | 826 |
| | Blancura, % ISO | 91,7 | 90,2 | 89,7 | 88,3 |
| | Residual H ₂ O ₂ , ppm | 105 | 75 | 90 | 55 |
| | Reversión 105°C, % | 3,6 | 1,3 | 1,6 | 1,4 |
| | Hexenurónicos, mEq/kg | 29 | 28 | 20 | 21 |
| | Longitud de fibras, mm | 0,65 | 0,74 | 0,75 | 0,76 |
| Finos (< 0,45 mm), % | 16,6 | 10,1 | 9,3 | 8,7 | |

Análisis de azúcares y extractos

Los azúcares (arabinosa, xilosa, manosa, galactosa y glucosa) se han analizado previa hidrólisis de la pasta cruda con ácido sulfúrico del 72%, eliminación de la lignina, reducción a alditoles y acetilación de los mismos. La determinación de estos azúcares como acetatos de alditol se realizó en un cromatógrafo de gases Perkin Elmer 8700. Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla 3.

La xilosa es el azúcar más sensible en relación con el rendimiento bruto mostrando una disminución clara con el aumento del álcali ($R_{to} = 43,9 + 0,801$ xilosa // $R^2 = 0,918$).

El análisis de los extractos lipofílicos de las pastas crudas se realizó previa extracción

Soxhlet con acetona durante 6 horas. Los extractos se evaporaron a sequedad y se redisolieron en cloroformo analizándose por GC-MS en las condiciones descritas en nuestros trabajos previos (Gutierrez et al., 2001 a y b). Los resultados obtenidos se encuentran asimismo en la Tabla 3.

En contenido en ácidos grasos disminuyó con el aumento de temperatura y la disminución del álcali. Estos ácidos no son problemáticos pues se disuelven como sales sódicas en las lejías de cocción. Por el contrario, los esteres de esteroides no se hidrolizan completamente y los esteroides no forman jabones solubles en las condiciones alcalinas usadas en la cocción kraft, y tienen tendencia a depositarse y causar problemas de pitch (Back E.L. et al. 2000).

Tabla 3 – Resultados de análisis de azúcares y extractos en pastas crudas y sitosterol en lejías negras

| | | | | |
|-------------------------------------|------|------|------|------|
| Temperatura máxima, °C | 150 | 154 | 157 | 165 |
| Álcali activo, % | 27,0 | 21,0 | 19,0 | 13,0 |
| Álcali residual, g/L | 30,1 | 17,6 | 13,9 | 1,9 |
| Rto bruto, % | 54,9 | 56,2 | 56,7 | 59,3 |
| Arabinosa, % | 0,20 | 0,22 | 0,22 | 0,29 |
| Xilosa, % | 13,2 | 16,1 | 16,4 | 18,6 |
| Manosa, % | 0,33 | 0,28 | 0,28 | 0,27 |
| Galactosa, % | 0,33 | 0,38 | 0,48 | 0,56 |
| Glucosa, % | 85,9 | 83,1 | 82,6 | 80,3 |
| Ácidos grasos, mg/kg | 99,6 | 61,0 | 61,3 | 44,2 |
| Escualeno, mg/kg | 61,2 | 50,6 | 30,2 | 35,1 |
| Esteroles, mg/10 kg | 38,9 | 43,9 | 29,5 | 21,9 |
| Esteres de esteroles, mg/kg | 27,3 | 34,9 | 33,7 | 42,2 |
| Sitosterol en lejías negras, mg/10L | 71,6 | 68,2 | 67,1 | 98,7 |

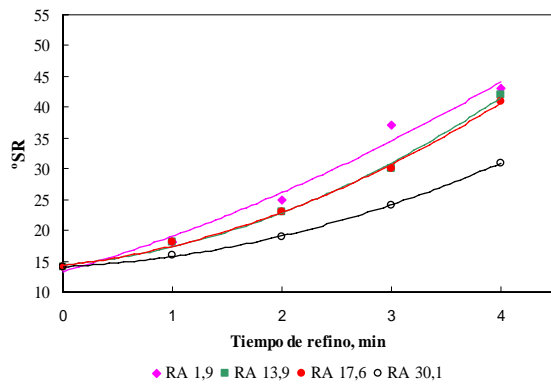


Figura 2

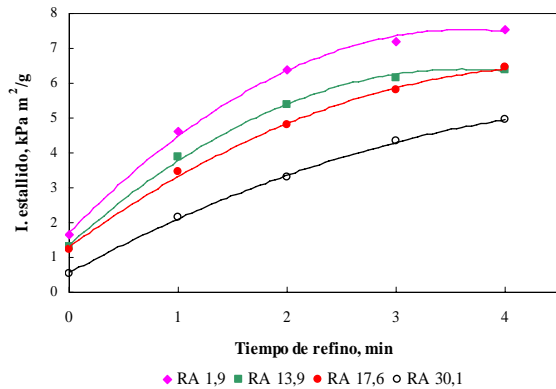


Figura 3

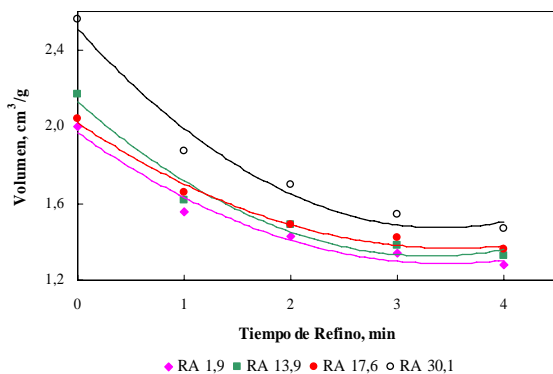


Figura 4

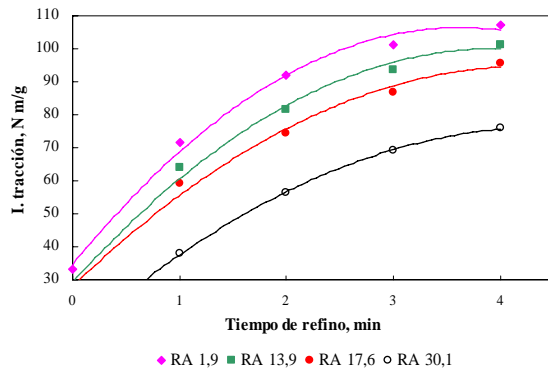


Figura 5

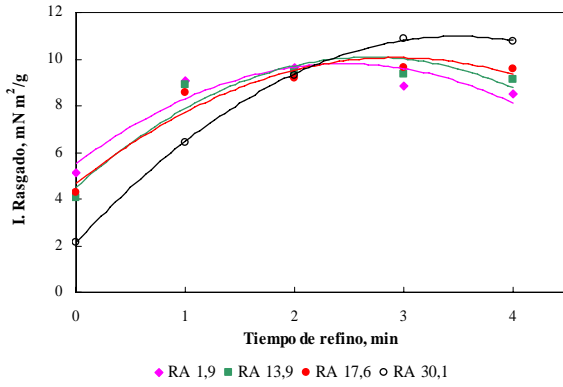


Figura 6

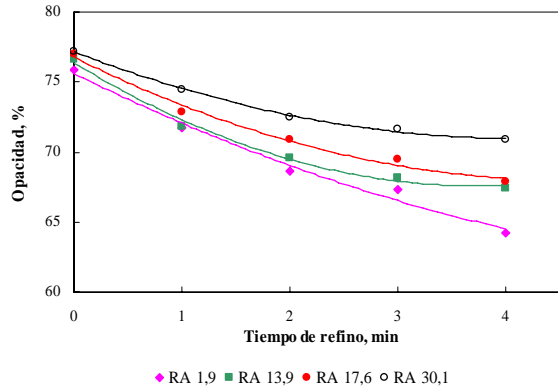


Figura 7

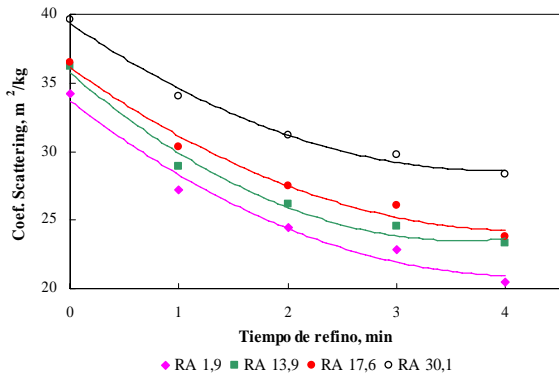


Figura 8

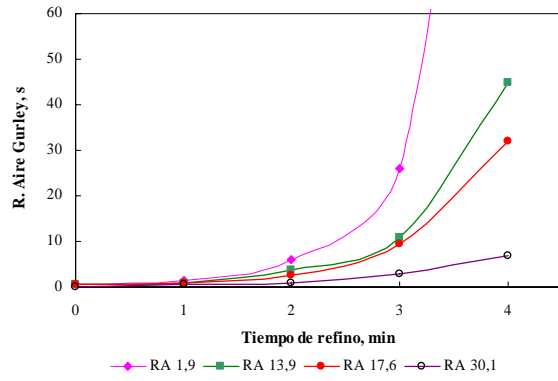


Figura 9

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Back, E.L.; Allen, L.H., 2000. Pitch control, wood resin and deresination. Tappi press, Atlanta. Chapter 8, 205-230.
- Carvalho, M.G.V.; Martins, A.A.; Figueiredo, M.M.L., 2003. Kraft pulping of Portuguese Eucalyptus globulus: effect of process conditions on yield and pulp properties. *Appita* 56 (4), 267-274.
- Colodette, J.L.; Comide, J.L.; Girard, R.; Jaaskelainen, A-S.; Argyropoulos, D.S., 2002. Influence of pulping conditions on eucalyptus kraft pulp yield, quality, and bleachability. *Tappi Journal* 3, 14-20.
- Grace, T.M.; Leopold, B.; Malcolm, E.W. And Kocurek, M. J., 1989. Alkaline Pulping, in *Pulp and paper manufacture*, 3rd ed., Vol 5, TAPPI/CPA, Atlanta.
- Gutiérrez, A.; Romero, J.; Del Río, J.C., 2001a. Lipophilic extractives from Eucalyptus globulus pulp during kraft cooking followed by TCF and ECF bleaching. *Holzforschung*, 55(3), 260-264.
- Gutiérrez,,,,, A.; Romero J.; Del Río, J.C., 2001b. Lipophilic extractives in process waters during manufacturing of totally chlorine free kraft pulp from eucalypt wood. *Chemosphere*, 44, 1237-1242.
- Hanna, K.R.; Fisher, J.J., 1998. International Pulp Bleaching Conference Proceedings, Tappi Press, Atlanta, Georgia, Book 2, 323-328.
- Tran, A.V., 2002. Effect of cooking temperature on kraft pulping of hardwood. *Tappi Journal*, 6, 13-19.