

**Universidad Nacional de Misiones. Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales. Secretaría de Investigación y Postgrado. Maestrías en Madera, Celulosa y Papel**

*Maestrando*  
**Carlos Kruzolek**

## **Aplicación de variantes del proceso de pulpado al peróxido alcalino (APMP) a Eucaliptus grandis de 6 y 16 años**

**Tesis de Maestría presentada para obtener el título de “Magíster en Ciencias de la Madera, Celulosa y Papel”**  
OCyP

*Directora*  
**Dra. María Cristina Area**

**Posadas, 2000**



Esta obra está licenciada bajo Licencia Creative Commons (CC) Atribución-NoComercial-Compartir Igual 4.0 Internacional <https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

**APLICACIÓN DE VARIANTES DEL PROCESO DE  
PULPADO AL PERÓXIDO ALCALINO (APMP) A  
*EUCALYPTUS GRANDIS* DE 6 Y 16 años**

**CARLOS KRUZOLEK**

*Tesis para acceder al grado de  
Magíster en Madera, Celulosa y Papel  
(Orientación en Celulosa y Papel)  
Facultad de Ciencias Exactas,  
Químicas y Naturales  
Universidad Nacional de Misiones*

**Directora: María Cristina Area**

**Diciembre de 2000**

## **AGRADECIMIENTOS**

Mi agradecimiento a Fernando Felissia, a Susana Aguilar y a quien en vida fue José Portel, por la colaboración en la ejecución de los trabajos experimentales.

Un agradecimiento especial a mi director de tesis, María Cristina Area, por la orientación y colaboración en la realización de los trabajos.

## RESUMEN

El objetivo de este trabajo consistió en determinar el comportamiento de la madera de *Eucalyptus grandis* de 15 años al pulpado mecánico con peróxido alcalino, utilizando eucaliptos de 6 años como base de comparación.

Se realizó inicialmente un diseño de ocho experiencias aplicando simulaciones de laboratorio (con los medios disponibles) del proceso APMP convencional y del proceso Scott. Este último cuenta con más etapas de impregnación que el APMP, lo cual podría favorecer la eliminación de iones metálicos y extractivos, presentes en mayor medida en la madera de 15 años. Por el mismo motivo, se ensayó el cambio de la vaporización clásica de los chips por su inmersión en agua caliente (difusión).

Las compresiones se realizaron en un equipo (prensa-impregnador) diseñado y construido al efecto. La principal diferencia con el Impressafiner (elemento central del proceso APMP), es que en el sistema utilizado la compresión se realiza en forma unidireccional (dirección z).

En el caso de eucaliptos de 6 años, se obtuvieron los mejores resultados de blancura y parámetro de color  $b^*$  con la preimpregnación en agua caliente utilizando el proceso Scott. Estas condiciones no fueron las mejores en el caso de los eucaliptos de 15 años.

Para corroborar si podían encontrarse propiedades similares a las mejores obtenidas para eucaliptos de 6 años, pero con madera de 15 años, se realizó un estudio de optimización de las cargas de hidróxido de sodio y de peróxido de hidrógeno sobre madera seca en el proceso Scott con preimpregnación en agua caliente.

Se aplicó un diseño experimental de dos factores a cinco niveles (Central Composite Design: CCD), con un total de 11 experiencias (8 + 3 repeticiones del punto central para la determinación del error puro). Se realizó asimismo una experiencia de comparación repitiendo la secuencia de

pulpado pero sin reactivos. Se refinaron las pulpas a 60 °SR y se midieron las propiedades físico-mecánicas.

En ningún caso se lograron los valores obtenidos con eucaliptos de 6 años con 3 % aproximadamente de cada reactivo (blancura: 66 % ISO y  $b^*$ : 9). El valor máximo experimental obtenido para blancura corresponde a una aplicación de reactivos de 2,6 % de hidróxido de sodio y 4,0 % de peróxido de hidrógeno (0,65:1), con una ganancia del 39 % sobre la pulpa de referencia (18,3 % ISO de diferencia) y un  $b^*$  de 10.

En todos los casos el aumento de la concentración de hidróxido de sodio produjo un aumento en las resistencias físico-mecánicas. Cuando la relación hidróxido/peróxido fue igual o menor que uno no se notó el efecto de oscurecimiento alcalino.

Tanto las blancuras como las resistencias obtenidas fueron en general inferiores a los reportados en la bibliografía. Esto puede deberse a la edad de los árboles y a la escala del equipamiento utilizado con respecto al industrial.

## TABLA DE CONTENIDOS

<b>RESUMEN .....</b>	<b>II</b>
<b>TABLA DE CONTENIDOS .....</b>	<b>IV</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS .....</b>	<b>VI</b>
<b>LISTA DE TABLAS .....</b>	<b>VII</b>
<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>VIII</b>
<b>CAPITULO 1 .....</b>	<b>1</b>
<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPITULO 2 .....</b>	<b>3</b>
<b>REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
2.1.    LA INDUSTRIA DE LA PULPA APMP Y SUS VARIANTES .....	3
2.1.1. <i>Introducción .....</i>	3
2.1.2. <i>Pulpa Termomecánica Alcalina al Peróxido. Un Camino hacia las PAR .....</i>	6
2.1.3. <i>Pulpa Alcalina al Peróxido. Suceso de la Firma Millar Western Pulp Lda.....</i>	7
2.2.    TECNOLOGÍA APMP Y SUS VARIANTES.....	9
2.2.1. <i>Características del proceso APMP .....</i>	9
2.2.2. <i>Características del proceso SCOTT.....</i>	11
2.2.3. <i>Características del proceso ISP (Inter Stage Peroxide).....</i>	12
2.2.4. <i>Características del proceso BIVIS .....</i>	12
2.3.    PULPAS, APMP, VARIANTES Y MATERIA PRIMA .....	14
2.3.1. <i>Pulpas APMP de álamo y eucaliptos .....</i>	14
2.4.    PULPAS APMP, VARIANTES Y PROPIEDADES .....	16
2.4.1. <i>Comparación entre procesos.....</i>	16
2.4.2. <i>Etapas de Impregnación y Efectos sobre las Propiedades Ópticas y Resistencias ..</i>	18
<b>CAPITULO 3 .....</b>	<b>28</b>
<b>ENSAYOS PRELIMINARES.....</b>	<b>28</b>
3.1    OBJETIVO.....	28
3.1.1 <i>Materia Prima.....</i>	28
3.1.2 <i>Construcción de Equipos para la realización de las experiencias.....</i>	29

3.1.3	<i>Ensayos Preliminares de Funcionamiento de la Prensa - Impregnador</i> .....	33
3.1.4	<i>Análisis de las Respuestas</i> .....	39
3.1.5	<i>Selección del Proceso</i> .....	41
<b>CAPITULO 4</b> .....		<b>42</b>
<b>OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO SCOTT</b> .....		<b>42</b>
4.1.	SELECCIÓN DEL DISEÑO EXPERIMENTAL.....	42
4.2.	OBTENCIÓN DE PULPAS.....	43
4.3.	ENSAYOS CON LAS PULPAS.....	46
4.3.1	<i>Confección de las Hojas</i> .....	47
4.3.3	<i>Clasificación de Fibras</i> .....	49
4.3.4	<i>Grado de Refino de las Pulpas</i> .....	49
4.3.5	<i>Ensayos Físico-Mecánicos</i> .....	50
4.4	RESULTADOS.....	52
4.5.	ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	55
4.5.1.	<i>Reactivos Residuales y Propiedades Ópticas</i> .....	55
<b>CAPITULO 5</b> .....		<b>63</b>
<b>CÓNCLUSIONES</b> .....		<b>63</b>
<b>CAPITULO 6</b> .....		<b>65</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b> .....		<b>65</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS

A=	Atmosférica
admt=	Tonelada de madera seca al aire
AG=	Piedra a presión atmosférica
APS=	Tanque de precalentamiento a presión atm. (T menor que 100° C )
b.m.s.=	Base madera seca
D=	Digestión presurizada (T mayor que 100 °C )
DTPA =	Ac. Dietilen triamino penta acético
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> r=	Peróxido de hidrógeno residual
HCR=	Refinación a alta Consistencia
HCR-A=	Refinación a alta consistencia y descarga atmosférica
HCR-P=	Refinación a alta consistencia presurizada
HS=	Blanqueo con Hidrosulfito
I.E.=	Indice de explosión
I.R.=	Indice de rasgado
I.T.=	Indice de tracción
LCR =	Refinación a baja consistencia
OH <sub>Nar</sub> =	Hidróxido de sodio residual
P=	Presurizado
P1 =	Blanqueo en una etapa con peróxido
P1P2 =	Blanqueo en dos etapas con peróxido
PAR =	Pulpa de Alto Rendimiento
PG=	Piedra presurizada

## LISTA DE TABLAS

<u>TABLA 2.1: DESARROLLO TECNOLÓGICO EN PULPAS DE ALTO RENDIMIENTO (1)</u>	4
<u>TABLA 2.2: CARACTERIZACIÓN DE LOS PROCESOS DE PULPADO DE ALTO RENDIMIENTO (1)</u>	5
<u>TABLA 2.3: CARACTERÍSTICAS TÍPICAS DE PULPAS DE PINO TAEDA Y DE ABETO NEGRO (1)5</u>	
<u>TABLA 2.4: CALIDAD TÍPICA DE PULPA TMP, DE ABETO NEGRO, PINO RADIATA, Y PINOS DEL SUR DE USA (1)</u>	6
<u>TABLA 2.5: CARACTERÍSTICAS DE FIBRAS DE <i>POPULUS TREMOLOIDES</i> Y DE <i>EUCALYPTUS GRANDIS</i>.(30, 31)</u>	15
<u>TABLA 2.6: PROCESOS TÍPICOS Y DETALLES DE LOS PROCESOS DE PULPADO DE ALTO RENDIMIENTO (1)</u>	16
<u>TABLA 2.7: PROCESOS TÍPICOS DE PULPADO EN FUNCIÓN DEL PRODUCTO, O UTILIZACIÓN DE LA PULPA (1)</u>	17
<u>TABLA 2.8: CARACTERÍSTICAS DE CALIDAD DE PULPAS DE ALTO RENDIMIENTO DE ALAMO Y <i>EUCALYPTUS GRANDIS</i> (A) (30, 31)</u>	17
<u>TABLA 2.9: ETAPAS DE IMPREGNACIÓN</u>	19
<u>TABLA 2.10: EFECTO DE LAS CONCENTRACIONES DE REACTIVOS Y EL NÚMERO DE ETAPAS EN LAS PROPIEDADES ÓPTICAS</u>	20
<u>TABLA 2.11: EFECTO DE LAS CONCENTRACIONES DE REACTIVOS Y EL NÚMERO DE ETAPAS SOBRE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y LA ENERGÍA ESPECÍFICA</u>	23
<u>TABLA 3.1: DISEÑO FACTORIAL DE 3 FACTORES Y 2 NIVELES</u>	35
<u>TABLA 3.2: REACTIVOS APLICADOS EN LOS ENSAYOS PRELIMINARES</u>	36
<u>TABLA 3.3: RESPUESTAS DE LA COMPARACIÓN ENTRE EDADES DE <i>EUCALYPTUS</i></u>	39
<u>TABLA 4.1: COMPONENTES DEL DISEÑO CCD, PARA DOS FACTORES</u>	43
<u>TABLA 4.2: DISEÑO EXPERIMENTAL CCD PARA DOS FACTORES</u>	43
<u>TABLA 4.3: RESIDUALES DE REACTIVOS Y PROPIEDADES ÓPTICAS DE LAS PULPAS</u>	53
<u>TABLA 4.4: PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS Y ÓPTICAS DE LAS PULPAS A 60 °SR</u>	54
<u>TABLA 4.5: COEFICIENTES DE REGRESIÓN (SOLO SE CONSIGNAN LAS PROPIEDADES QUE PRESENTAN UN AJUSTE SIGNIFICATIVO)</u>	54

## LISTA DE FIGURAS

<b>FIG. 3.1 A): PRENSA-IMPREGNADOR</b> .....	31
<b>FIG. 3.1 B): PRENSA-IMPREGNADOR</b> .....	32
<b>FIG. 4.1: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA BLANCURA</b> .....	55
<b>FIG. 4.2: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL PERÓXIDO DE HIDRÓGENO RESIDUAL</b> .....	56
<b>FIG. 4.3: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL COEFICIENTE DE DISPERSIÓN DE LA LUZ</b> .....	56
<b>FIG. 4.4: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA PÉRDIDA DE BLANCURA</b> .....	57
<b>FIG. 4.5: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE EXPLOSIÓN</b> .....	60
<b>FIG. 4.6: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE TRACCIÓN</b> .....	61
<b>FIG. 4.7: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE RASGADO</b> .....	62
<b>FIG.4.8: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL TEA</b> .....	62

## CAPITULO 1

### INTRODUCCIÓN

El pulpado al peróxido alcalino de eucaliptos de más de 10 años gana interés en la zona, debido a que próximamente se instalará en Carmen del Paraná (Paraguay, a 30 Km de Posadas) una planta de producción de pulpas celulósicas basada en la utilización de este proceso o alguna de sus variantes. La materia prima que utilizaría la fábrica, provendría inicialmente de las plantaciones de eucaliptos existentes en la región.

Además, el proceso puede ser utilizado para obtener pulpas celulósicas de chips de residuos de aserraderos de la zona que utilizan eucaliptos.

Si bien existen antecedentes bibliográficos de experiencias realizadas con *Eucalyptus grandis* de aproximadamente 6 años (1), de la búsqueda bibliográfica realizada se desprende que no se realizaron experiencias de pulpado con eucaliptos de mayor edad.

El objetivo de este trabajo es determinar la aptitud de *Eucalyptus grandis* de más de 10 años al pulpado mecánico al peróxido alcalino. Para seleccionar el proceso, se realizó un diseño preliminar obteniendo pulpas de *Eucalyptus grandis* de 6 y 16 años, mediante el APMP y su variante, el proceso Scott.

El proceso APMP (Alkaline Peroxyde Mechanical Pulping) fue desarrollado por la empresa Andritz Sprout Bauer. El suceso que produjo radica en que utiliza eficientemente reactivos e instalaciones, produciendo los efectos de pulpado y blanqueo simultáneamente. El proceso SCOTT es una variante del APMP donde se realizan varias impregnaciones previas a la aplicación del peróxido con agentes quelantes de metales. Se utiliza DTPA, en una primera etapa, y luego sales de magnesio.

Los eucaliptos de mayor edad, poseen una alta concentración de taninos. Por esto es conveniente para el pulpado y blanqueo que estos compuestos sean extraídos con agua caliente o álcali antes del proceso de blanqueo, para obtener un incremento razonable de blancura.

El DTPA es un agente quelante utilizado para remover metales pesados. Los extractivos coloreados también son removidos en esta etapa (caso de los eucaliptos).

El efecto favorable de las sales de magnesio en el blanqueo con peróxido en medio alcalino, puede ser consecuencia de que el magnesio, estabiliza los peróxidos. El hidróxido de magnesio que se forma en medio alcalino adsorbe los iones de metales pesados, catalizadores de la descomposición del peróxido de hidrógeno.

Además, se ha comprobado que el magnesio es capaz de formar un complejo con las formas oxidadas de las glucopiranosas, bajo la forma enodiol, estabilizando el enlace glucosídico e impidiendo así la depolimerización.

El silicato de sodio además de ser regulador de pH, reacciona con el ion magnesio, y forma una suspensión coloidal, capaz de adsorber los iones de metales pesados. Se admite también una estabilización del peróxido por la formación de un complejo entre el peróxido y el ácido silícico libre.

## CAPITULO 2

### REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1. LA INDUSTRIA DE LA PULPA APMP Y SUS VARIANTES

##### 2.1.1. Introducción

Durante las últimas décadas, el desarrollo de la tecnología del pulpado de alto rendimiento (PAR), ha hecho posible fabricar papel, cartón y tisú, usando especies de madera que eran consideradas inapropiadas para estos procesos (Tabla 2.1). La industria papelera de Canadá y Escandinavia esta basada principalmente en la utilización de madera de abeto y de álamo. En otras partes del mundo se utilizan pinos y eucaliptos. Además, se está estudiando la posibilidad de utilizar paja de trigo y bagazo de caña en pulpados de alto rendimiento (PAR) al peróxido alcalino. La Tabla 2.2 muestra la caracterización de los procesos de alto rendimiento.

Existen diferencias significativas de calidad entre las pulpas fabricadas con diferentes especies de madera, causadas por diferencias en las características propias de las maderas, como longitud de fibra, peso por unidad de longitud de fibra (o coarseness, mg / 100 m), etc. (2, 3, 4). La Tabla 2.3 presenta las características típicas del abeto negro y del pino taeda, mientras que la Tabla 2.4 muestra la calidad típica de las pulpas termomécánicas (TMP) de abeto negro, pino radiata, y pinos del sur de los Estados Unidos. La calidad de las pulpas de los pinos de sur y de los pinos radiata, y el consumo de energía específica depende significativamente de la densidad de estos árboles (5, 6). La densidad básica de estos pinos varia de acuerdo a la edad y a las distintas partes del tronco (por ejemplo, costaneros, centro, copa). De ahí que sea importante la elección de la

madera para producir una pulpa con las características que uno desea, por ejemplo, álamo o pino (7).

Las pulpas que contienen fibras con un peso por unidad de longitud (coarseness) bajo son deseables en muchos productos por razones de calidad. Por ejemplo, el *abeto* tiende a dar un coarseness más bajo que el pino y el eucalipto da más bajo que el álamo, lo que conduce a beneficiar la fabricación de papel de diario en el caso del eucalipto y de papel tisú en el del álamo (8).

**Tabla 2.1: Desarrollo Tecnológico en Pulpas de Alto Rendimiento (1)**

	Pasado		Tiempo			Presente	
Año	1900 - 1965	1965 - 1985			1975 - 1985	1985 - 1994	
<b>Introducción de Nuevos Procesos</b>	S G W (a)	RMP	TMP	PGW	CMP (b)	CTMP	APP
<b>Capacidad mundial de producción 1993. Integradas y no integradas x 1x10<sup>6</sup> T/año</b>	18	0,8	15,7	2,3	0,7	6,3	1,0
<b>Especies de Madera</b>	<i>Abeto</i> <i>Pino</i>	<i>Abeto</i> <i>Pino</i> <i>Alamo</i> <i>Alamo de Virginia</i>			<i>Abeto</i> <i>Pino</i> Latifoliadas de baja, media y alta densidad	<i>Abeto</i> <i>Pino</i> Latifoliadas de baja y media densidad incluidos álamo eucaliptos	
<b>Productos</b>	-Papel p/diario -Especiales	-Papel p/diario -Especiales -Cartón			-Papel p/diario reforzado -Impresión y escritura Tisú/toalla -Corrugado medio	-Papel impresión -Papeles finos -Tisú / Toalla - Cartón	

**Notas sobre la Tabla:**

(a) Aunque la capacidad mundial de pulpa de alto rendimiento de los procesos a la Piedra representa el 45 % del total Mundial. El proceso SGW, está en declinación. Este proceso **esta** siendo reemplazado gradualmente por el Proceso PGW y / o TMP.

(b) Incluye procesos semejantes al Ultra-alto rendimiento al Sulfito (UHYS), Semicuímico con blanqueo, ( BSCP ), etc.

Tabla 2.2: Caracterización de los Procesos de Pulpado de Alto Rendimiento (1)

Clasificación General	Característica Clave del proceso	Ejemplos	Procesos Típicos Características	Características de las Pulpas
Pulpas mecánicas	Poco o nada de químicos en el pretratamiento de la madera cruda	SGW PGW TMP CTMP	-Alto consumo de energía específica con relación a procesos quimimécánicos. -Énfasis en la calidad y en la preparación de la materia prima - en la clasificación, limpieza y rechazos en la refinación	-Alto contenido de finos -Alto volumen específico. -Alto coeficiente de scattering
Pulpas Quimimécánicas	Pretratamiento químico con reducción del Rendimiento y / o formación de iones (por ejemplo, ácidos carboxílicos; sulfónicos), antes de la refinación primaria	APP BSCP CMP BCTMP	-Énfasis en la impregnación y pretratamiento de los chips. -Requerimiento de baja energía específica en relación a la pulpa Mecánica. -Los rechazos del Primario van al secundario, y el rechazo final es del 15 a 25 %	-Menor volumen específico -Menor coeficiente de Scattering. -Mayor resistencia y Freeness (con relación a las pulpas mecánicas)

Tabla 2.3: Características típicas de pulpas de pino taeda y de abeto negro (1)

Propiedad	Unidad	Abeto negro (9, 10, 11)	Pino taeda (a)
Longitud media de fibra	Mm	3,2	4,2
Diámetro de fibra (Madera primavera/ Madera verano)	µm	40 / 25	50 / 30
Espesor de la pared de la fibra (madera primavera/ madera verano)	µm	2 / 7	3,5 / 8,5
Densidad de la madera	Kg/m <sup>3</sup>	400	560
Peso/longitud relativa media de fibra(b)	mg/100 m	1,0	1,9

Notas sobre la Tabla:

(a) Basado en Pino Taeda del Sudeste de USA.

(b) Evaluación del peso por unidad de longitud media de fibras, asumiendo que la densidad de la madera es constante.

Tabla 2.4: Calidad típica de pulpa TMP, de abeto negro, pino radiata, y pinos del sur de USA  
(1)

Propiedad	Unidad	Abeto Negro	Pino Radiata (4)	Pino del Sur
Drenabilidad, CSF	MI	97	100	96
Resistencia a la tracción	N.m / g	46	46	42
Absorción de energía por tracción (TEA).	N.m/m <sup>3</sup> /g.	10,5	9,9	8,4
Volumen específico	cm <sup>3</sup> / g.	2,5	2,6	3,1
Blanco	% ISO	59	59	54
Opacidad	%	96	96	98
Clasificación Bauer McNett				
+ 30 Mallas	%	44	47	32
- 200 Mallas	%	30	29	36

Canadá y Escandinavia han invertido intensivamente en la producción de pulpas de alto rendimiento para papeles de publicaciones y diarios, con la ventaja de tener recursos forestales de buena calidad para ellos. Pero la aparición de nuevas tecnologías, el incremento del uso del pino y el eucalipto para la producción de PAR, coloca a estas industrias en situación competitiva incómoda. Por ejemplo, la producción de papel para diario en el sudeste de los Estados Unidos ha afectado la viabilidad económica de aquellos dos países productores de este tipo de pulpas.

La globalización del pulpado de alto rendimiento está generando mayor competitividad económica en este sector de la Industria. Algunas áreas de América Latina poseen el potencial para permitir costos de operación razonables, y posibilidad de expansión en recursos forestales y capacidad de producción.

### 2.1.2. Pulpa Termomecánica Alcalina al Peróxido. Un Camino hacia las PAR

La firma Andritz Sprout - Bauer ha instalado una planta APTMP (12, 13) de 450 tn / día al este de Canadá. Esta pulpa ha sido la principal fuente

de suministro de papel a partir de pasta mecánica, siendo aceptada por el mercado como buena.

En forma similar, y desde 1988, la Millar Western Pulp Lda. ha utilizado un proceso patentado de alto rendimiento, el proceso SCOTT (14), que es una variante del proceso APMP, para producir hacia el mercado una pulpa de buena resistencia y blanco. En este proceso varias etapas de impregnación química preceden al refinado a presión atmosférica o ligeramente presurizado, con o sin torres de blanqueo, dependiendo del grado de blanco que se desee.

Esta pulpa ha logrado aceptación no sólo en lo que respecta a papeles tipo higiénico, sino también en papeles para impresión y escritura.

La firma Andritz Sprout - Bauer ha evaluado la tecnología de pretratamiento con peróxido alcalino como una forma de mejorar la calidad de las pulpas termomecánicas (15).

### 2.1.3. Pulpa Alcalina al Peróxido. Suceso de la Firma Millar Western Pulp Lda.

En octubre de 1988 la revista Pulp and Paper Canadá presentó una **instalación** de pulpado de 200 millones de dólares, con una producción de **210.000 t/año** de pulpa quimi-termomecánica (11). La fábrica pertenece a la **empresa** Millar Western Pulp Lda., y está operando en Whitecourt. El equipo **de planificación**, producción y mercado hizo de esta fábrica un centro de **desarrollo** en materia de tecnología de pulpado.

Esta planta es conocida por su flexibilidad y el empleo de tecnología **de avanzada**. Produce dos tipos de pulpas, en dos líneas separadas, una **línea de pulpas** para tisú, papel toalla, pañales y servilletas, y la otra de **pulpas** para papeles de impresión y escritura, a partir de álamo y que se **conoce** como pulpa APP (16).

La fibra de álamo fue la elección natural para la elaboración de papeles tratados o cubiertos. Desde el punto de vista de largo y diámetro de fibra, el álamo se asemeja al eucalipto, el cual está siendo aceptado por los papeleros para la elaboración de papeles para impresión y escritura.

Las fibras de coníferas son más largas y rígidas y no forman una superficie suave sin que medie un refinado intenso. La madera de conífera puede tener una mezcla de madera de verano e invierno en el mismo chip. La madera de verano tiene fibras de paredes más gruesas, y la de primavera, fibras de paredes más delgadas. Es difícil ablandar las paredes rígidas al mismo tiempo que las flexibles, y como resultado, las fibras más duras permanecen y constituyen un problema para el papelerero. Actualmente la fracción de fibras rígidas es separada de la línea principal de pulpado, enviada al sector de rechazos y transferida a la línea que elabora papeles absorbentes. Con la modificación del sistema de clasificación se producen dos pulpas en dos líneas de pulpado. Con la línea principal se obtiene una pulpa más limpia, que recibió amplia aceptación por parte de los papeleros. Esta nueva pulpa brinda una mejor formación y suavidad que la pulpa BCTMP estándar y tiene una mejor adherencia superficial.

La superficie final más suave es en principio el resultado de producir pulpa con fibras de paredes delgadas. En segundo término, es fundamental el ablandamiento que se obtiene por la acción de los agentes alcalinos que penetran entre las capas  $S_1$  y  $S_2$  de las fibras y las separan, exponiendo sus superficies internas para un mejor entramado o unión.

La información disponible dice que esta pulpa APP de la primera línea de pulpado es buena para mezclarse con fibra reciclada. Casi el 50 % de esta pulpa se introduce en el mercado de Estados Unidos, Europa, México, Japón, Taiwan y Corea. Se han realizado ensayos empleando hasta un 75 % de esta pulpa en gados de papeles de impresión y escritura (lo normal es de un 30 %). Otro uso interesante es el de la elaboración de papeles glaseados.

La firma Millar Western Lda. construyó en 1990 otra planta APP o APMP de 210.000 t /año de capacidad de producción. Un hecho muy

especial lo constituye su sistema de “efluentes cero”, basado en la tecnología de evaporación - recuperación. Esta fábrica también dispone de dos líneas de fabricación de pulpa como la de Whitecourt.

Se cree que la utilización de las pulpas APMP se incrementará. Esto se debe a que la estructura más voluminosa y rígida de la fibra permitirá mayores cargas de carbonato de calcio, sin sacrificar la rigidez de la hoja. De acuerdo con la carga de carbonato que se aplique, se pueden fabricar papeles de muy alto blanco.

Un beneficio adicional es la estabilidad del papel debido a su condición alcalina y efecto buffer del carbonato de calcio, que minimiza la hidrólisis ácida causante de que las fibras se deterioren con el tiempo. La creencia de los productores de pulpa APMP, es que ésta se convertirá en el mayor componente que abastecerá a los papeleros del mundo.

## 2.2. TECNOLOGÍA APMP Y SUS VARIANTES

### 2.2.1. Características del proceso APMP

Consiste en un tratamiento químico de las astillas con hidróxido de **sodio**, (que es utilizado para el desarrollo de la resistencia de la pulpa) y con **peróxido** de hidrógeno y sus estabilizantes, con lo cual se logra un efecto **simultáneo** de pulpado y blanqueo (17, 18, 19).

La primera operación es el lavado de los chips. Los chips lavados **entran** al sistema de impregnación de dos etapas, consistente en una **vaporización** de los chips dentro de una tolva, hasta lograr una temperatura **uniforme** de 70° C.

La primera impregnación se realiza en una prensa a tornillo (**Impressafiner**) de alta compresión (4:1), de donde los chips son introducidos

al impregnador primario. Se utiliza el efecto esponja para lograr una impregnación inmediata a la salida del tornillo. La consistencia cambia de 60 % de sólidos totales a la salida del tornillo prensa, a 30 % aproximadamente después de la impregnación con el licor. La composición típica del licor (sobre base madera seca 100 %) en la primera etapa es: 0,3 % de peróxido de hidrogeno; 1,1 % de hidróxido de sodio; 3 % de Silicato de sodio y 0,8 % de DTPA.

Las astillas impregnadas se mantienen durante 10 minutos en una tolva abierta, equipada con toberas de vapor para mantener la temperatura a 70 °C, de manera que prosiga la reacción a esa temperatura.

En la segunda etapa de impregnación también se utiliza una prensa a tornillo (Impressafiner) con relación 4:1, seguida por impregnación con licor por efecto esponja. La composición del licor (b.m.s.) en este caso es: 2,9 % de peróxido de hidrogeno; 1,9 % de hidróxido de sodio; 3 % de Silicato de sodio y 0,8 % de DTPA.

Nuevamente se envía la pulpa a una tolva con calentamiento por vaporización durante 60 minutos a 70 °C, para que la reacción continúe a esa temperatura. Debe cuidarse que los reactivos no se agoten, de manera que las reacciones prosigan durante la refinación.

Después de la refinación primaria (aplicando 400 - 500 Kwh/admt), se lava la pulpa en lavadores rotativos de presión. El agua de lavado puede ser recirculada a la etapa de impregnación, ya que contiene reactivos recuperables. La pulpa lavada y espesada es tratada en refinadores secundarios, aplicando 800 - 1200 Kwh/admt.

La pulpa del refinador secundario se descarga en una pileta donde se lava y se neutraliza la soda residual, luego pasa a una pileta para remover la latencia, a lo cual sigue la depuración y espesamiento. Los rechazos de los depuradores se refinan por separado.

## 2.2.2. Características del proceso SCOTT

La primera operación consiste en el lavado de los chips, seguida por vaporización en una tolva abierta, hasta una temperatura de 70 °C. Se trata de un proceso de impregnación en tres etapas, con el mismo equipamiento que en el proceso APMP (20).

### **Primera etapa de impregnación**

Consiste en una compresión con tornillo prensa, relación 4:1 (Impressafiner) seguida por una impregnación con licor (aprovechando el efecto esponja de la descompresión). El licor de la primera etapa está compuesto por DTPA al 0,3 %. Esta pulpa se descarga a una tolva provista de toberas de vapor para mantener la temperatura en 70 °C, y se mantiene allí un tiempo de 10 min para que se complete la interacción con los cationes de metales pesados.

### **Segunda etapa de Impregnación**

También se realiza con un tornillo a presión (Impressafiner) relación 4:1, seguida de una impregnación con el licor (aprovechando el efecto esponja de la descompresión). El licor de impregnación en este caso es una sal soluble de magnesio (Sal de Epsom), con una concentración de 0,5 %. Esta pulpa se descarga en una tolva provista de toberas de vapor para el calentamiento y mantenimiento a 70 °C para que la reacción prosiga durante 10 minutos.

### **Tercera etapa de Impregnación**

Se realizó igual que las anteriores con un tornillo prensa, con relación 4:1, seguida de una impregnación a la salida del tornillo. El licor de impregnación de esta etapa consiste de: 3 % de peróxido de hidrógeno; 5 % de hidróxido de sodio; 0,5 % de sal de Epsom y 4 % de Silicato de sodio.

La pulpa se descarga posteriormente en una tolva con toberas de vapor, para mantener la pulpa a 70 °C, con una retención de 60 minutos, en donde prosiguen las reacciones que permitirán el desarrollo de las propiedades físicas y el blanqueo.

Una vez completadas las etapas de Impregnación, la pulpa es alimentada a un refinador primario atmosférico (aplicando entre 400 - 500 Kwh/admt), y lavada en lavadores rotativos de presión. El agua de lavado puede ser recirculada para su reutilización.

La pulpa lavada y espesada es tratada en refinadores secundarios, (aplicando 800 - 1200 Kwh/admt). Esta pulpa se descarga a una pileta donde se lava y neutraliza la soda residual, pasando luego a un tanque para remover la latencia, a lo cual sigue la depuración y el espesamiento.

Los rechazos de los depuradores se refinan por separado.

### 2.2.3. Características del proceso ISP (Inter Stage Peroxide)

El tratamiento con peróxido de hidrógeno se realiza, entre las etapas de desfibración y refinación, con o sin presión, sobre pulpas a una consistencia entre el 15 % y el 25 %. Las etapas anteriores y posteriores son idénticas a las del proceso APMP.

### 2.2.4. Características del proceso BIVIS

Este proceso desarrollado en Francia, es una variante del proceso APMP, en el cual la Impregnación se realiza con dos máquinas BIVIS en serie (21-29). Se inicia con el lavado y vaporización de los chips. Desde la tolva se alimenta la primera maquina BIVIS, en la que el licor entra en contracorriente y la impregnación se realiza en varias etapas sucesivas de compresión y descompresión en la misma máquina.

Los chips impregnados se descargan en una tolva provista de toberas de vapor para el calentamiento y retención de los chips, con el fin que la reacción prosiga. Esos chips pasan luego a una segunda máquina BIVIS para su impregnación y blanqueo en contracorriente, y por etapas sucesivas de compresión-descompresión.

Los chips se lavan luego de las primeras compresiones y descompresiones con agua limpia, y luego se impregnan con el licor correspondiente en la segunda máquina. De ésta los chips son descargados en una tolva de retención con calentamiento para mantener la temperatura entre 80 – 90 °C, en donde la reacción de blanqueo y desarrollo de resistencia prosigue. Luego pasan al sistema de refinación y clasificación, (clasificadores Hooper). Los rechazos se vuelven al refinador o se refinan por separado. La pulpa pasa luego a un tanque para remover la latencia, a lo cual sigue la depuración y el espesamiento.

El pulpado se realiza en las siguientes condiciones:

#### **Primera máquina BIVIS.**

Peróxido de hidrógeno .....	2,0 %
Hidróxido de sodio .....	2,5 %
Silicato de sodio .....	4,0 %
DTPA.....	0,1 %
Temperatura .....	80,0 °C
Consistencia .....	30,0 %
Tiempo de retención en el reactor .....	10,0 min

#### **Segunda máquina BIVIS**

Peróxido de hidrógeno .....	4,0 %
Hidróxido de sodio .....	2,5 %
Silicato de sodio .....	4,0 %
DTPA.....	0,1 %
Temperatura .....	80,0 °C
Consistencia .....	30,0 %

Tiempo de retención en el reactor.....120,0 min.

Es posible obtener pulpas con un blanco de 86 % ISO. Después del refinado, las pulpas presentan los siguientes valores medios de propiedades físicas:

CSF	210 mL
Resistencia al reventamiento	2,85 kPa.m <sup>2</sup> /g.
Rigidez	3,40 mN.m <sup>2</sup> /g.

El consumo de energía de las pulpas BIVIS es 30 % menor que el de las pulpas CTMP clásicas.

## 2.3. PULPAS. APMP. VARIANTES Y MATERIA PRIMA

### 2.3.1. Pulpas APMP de álamo y eucaliptos

La mayoría de las especies de latifoliadas, especialmente aquellas de alta densidad, no responden bien al pulpado mecánico, tendiendo a "harinarse" (muchas fibras son reducidas a fragmentos muy pequeños). Por este motivo las maderas duras deben ser tratadas mediante procesos del tipo CMP o CTMP. La excepción son las latifoliadas de baja densidad (por ejemplo, el álamo).

El pretratamiento de los chips produce una reducción de la energía requerida para la separación de las fibras sin fragmentarlas, causando el hinchamiento de las fibras (hinchamiento osmótico e hinchamiento por la hidratación de los grupos fenólicos ionizados), lo cual mejora su conformabilidad y capacidad de unión (bonding).

El gran auge de las CMP, se produce a partir del desarrollo del mercado de estas pulpas en Canadá y Escandinavia. Se encuentran en

operación, fábricas en el este de Canadá, Escandinavia, Noreste de Estados Unidos, Argentina, Brasil, Venezuela, Italia y Oceanía. Las pulpas de latifoliadas APMP, son usualmente blanqueadas con peróxido de hidrógeno, a menudo, hasta un blanco de 80 a 85 % ISO. Son usadas en una gran variedad de productos finales, incluyendo papeles para impresión, escritura, tisú y cartones para embalaje.

Las especies de maderas de uso corriente en APMP incluyen: álamo, eucaliptos y maderas de latifoliadas mezcladas (por ejemplo abedul, haya, arce).

La calidad de las pulpas APMP de latifoliadas se encuentra muy influenciada por el valor del peso por unidad de longitud (coarseness) de la materia prima. La Tabla 2.5 muestra las dimensiones aproximadas de las fibras de álamo temblón y eucaliptos (3, 30).

**Tabla 2.5:** Características de fibras de *Populus tremuloides* y de *Eucalyptus grandis*.(30, 31)

Propiedad	Unidad	<i>Populus tremuloides</i>	<i>Eucalyptus grandis</i>
Longitud media de fibra	Mm	1,1	1,1
Diámetro medio de fibra	µm	10 – 27	19
Espesor medio de la pared de la fibra	µm	2,5	3,2
Densidad básica de la madera	Kg / m <sup>3</sup>	350	450
Composición de la madera			
Fibras	% Vol.	55	N/A
Vasos	% Vol.	34	N/A
Radíos	% Vol.	11	N/A
Extractivos en agua	%	2,5	1,4
Extractivos en alcohol/benceno	%	2,5	1,5

## 2.4. PULPAS APMP. VARIANTES Y PROPIEDADES

### 2.4.1. Comparación entre procesos

El tratamiento al peróxido alcalino de los chips ofrece una opción económica para elevar la calidad de las pulpas, para papel prensa u otros grados de papeles de impresión. Aquellas fábricas TMP, que están considerando mejorar la calidad de sus pulpas, pueden beneficiarse con la conversión a las APTMP o APMP. Con estas pulpas se reduce la cantidad de pulpa química en las mezclas y la utilización de maderas de inferior calidad reduce asimismo los costos de producción.

La Tabla 2.6 muestra los procesos típicos y detalles de los procesos de pulpado de alto rendimiento (1), la Tabla 2.7 los procesos de pulpado en función de la aplicación de la pulpa (1), y la Tabla 2.8 las características de las pulpas de *Eucalyptus grandis* y de álamo temblón (30, 31).

**Tabla 2.6: Procesos Típicos y Detalles de los Procesos de Pulpado de Alto Rendimiento (1)**

Proceso	Detalles del proceso						Especie de madera	
	Impregnación de chips		Tanque De Reacción	Pulpado		Blanqueo	HW	SW
	Numero de etapas	Tipo		Piedra o Refinador primario	Refinador secundario			
<b>APP</b>	2 o 3	Atmosférico	APS	HCR-A	HCR-A	P1 ó No	Si	Si
<b>BCTMP</b>	1	Atmosférico	APS/PH	HCR-P	HCR-P	P1 ó P1P2	Si	Si
<b>BSCP</b>	1	Presurizado	D	HCR-P	LCR	P1	Si	No
<b>CMP</b>	1	Presurizado	D	HCR-P	HCR	No	Si	Si
<b>CTMP</b>	1	Atmosférico	APS	HCR-P	HCR-P	No ó HS	Si	Si
<b>PGW</b>	-	-	-	PG	-	No ó HS ó P1	Si	Si
<b>RMP</b>	-	-	APS	HCR-A	HCR-A	No ó HS	No	Si
<b>SGW</b>	-	-	-	PG	-	No ó HS ó P1	Si	Si
<b>TMP</b>	0 o 1	Atmosférico	APS/PH	HCR-P	HCR-P o LCR o No	HS ó P1	Si	Si

**Tabla 2.7: Procesos Típicos de Pulpado en Función del Producto, o Utilización de la Pulpa (1)**

	Coníferas	Baja densidad Frondosas	Media y alta densidad Frondosas
Productos	abeto, pinos	álamo, álamo de Virginia. 330 - 340 Kg/m <sup>3</sup> (densidad)	eucaliptos, haya, abedul, arce 450 – 700 Kg/m <sup>3</sup>
Papeles finos	-	APP	APP
Papel p/ fotocopias		BCTMP	BSCP
Papel p/ copias		BSCP	
Papel p/computadora			
Carton	TMP	APP	APP
Cajas cartón plegable	CMP	BCTMP	BSCP
Cajas para cigarrillos	PGW	BSCP	
Absorbentes	APP	APP	APP
Tisú, toallas	BCTMP	BSCP-BCTMP	BSCP
Papel p/publicación	PGW	PGW	
Papel p/diario, SC-A	TMP	TMP	
LWC, MFC	CMP (a)		

**Nota** (a): CMP se utiliza como componente de refuerzo.

**Tabla 2.8: Características de Calidad de Pulpas de Alto Rendimiento de Álamo y *Eucalyptus grandis* (a) (30, 31)**

Propiedad	Unidad	<i>Eucalyptus grandis</i> (b) APP	Álamo (c) APP
Drenabilidad, CSF	mL	250	250
Blanco	% ISO	83 – 85	85
Índice de tracción	N.m / g	54 – 58	54 - 58
Índice de reventamiento	Kpa.m <sup>2</sup> /g	2,6 - 2,9	2,6 – 3,0
Índice de rasgado	m.N.m <sup>2</sup> /g	4,5 - 5,5	5,2 - 5,8
Volumen específico	Cm <sup>3</sup> /g	2,0 - 2,2	1,6 - 1,8
Opacidad	%	83 -85	76 - 78
Clasificación Bauer Mc Nett			
+30 Mallas		3 - 7	3 – 7
- 200 Mallas		20 – 23	16 - 19
Coarseness de la. Fibra		10 - 11	14
Rendimiento estimado	%	90	87

Notas sobre la Tabla:

(a) Estos datos fueron determinados asignando valores similares de índice de tracción, para el álamo y el *Eucalyptus grandis*.

(b) Valores estimados en una planta piloto con especies de aproximadamente 6 años.

(c) Pulpas típicas de alto rendimiento de álamo.

## 2.4.2. Etapas de Impregnación y Efectos sobre las Propiedades Ópticas y Resistencias

En una planta piloto, la firma Andritz Sprout - Bauer evaluó varias series de tratamientos de refinación presurizada, en sistemas de impregnación de chips en una o dos etapas, en sus instalaciones de Springfield, Ohio (32). La empresa Smurfit Newsprint Corp. ubicada en Newberg, Oregon, aportó un suministro de abetos y especies autóctonas de la región costera de Noroeste americano.

Para todos los tratamientos de impregnación se empleó, durante las experiencias, una máquina "Impressafiner" Modelo 650 GS, con una relación de compresión de 4:1. Los chips fueron tratados con vapor durante 20 - 25 minutos antes de la primera etapa de impregnación, y por un tiempo 30 a 35 minutos, antes de la segunda etapa de impregnación.

Las pulpas APTMP fueron elaboradas después de la impregnación, mediante un refinador presurizado de doble disco Modelo 418, seguido de un segundo refinador atmosférico de doble disco, modelo 401. Se compararon las propiedades de las pulpas producidas en condiciones operativas lo más cercanas a las de una planta Industrial.

La Tabla 2.9, sintetiza nueve series de condiciones de Impregnación de chips seguidos por refinado en dos etapas, las que fueron evaluadas en este estudio, indicando las cargas de químicos en cada ensayo.

Las experiencias B y D son ensayos en blanco, sin reactivos químicos, manteniendo todas las demás condiciones del proceso. Las series A, C, y G son experiencias con reactivos químicos en una etapa, y las E, F, H, y D se realizaron con dos etapas de impregnación.

**Tabla 2.9: Etapas de Impregnación**

Series	Etapas	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (%)	HONa (%)
A	1	1,0	1,1
B	1	0	0
C	1	2,3	2,3
D	2	0	0
E	2	0,3 + 2,9	1,1 + 1,9
F	2	0,3 + 1,5	1,6 + 0,5
G	1	2,3	1,6
H	2	0,2 + 1,4	1,0 + 0,5
I	2	0,2 + 1,4	1,0 + 0,5

Un producto estabilizador (silicato de sodio o XUS - 11082 de Dow Chemical) fue utilizado en todas las experiencias, excepto en la I. El DTPA, para la remoción de los iones metálicos, fue adicionado en todas las experiencias en la primera etapa de impregnación a una concentración de 0.8 % sobre pulpa seca 100 %.

El blanco final de cada una de las experiencias de pulpado APTMP, se da en la Tabla 2.10, la cual muestra los efectos en las propiedades ópticas. Las experiencias de pulpado se realizaron con abetos y especies autóctonas de la región costera.

**Tabla 2.10: Efecto de las concentraciones de reactivos y el número de etapas en las propiedades ópticas**

Series	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Etapas de Impregnación	1	1	1	2	2	2	1	2	2
% Estabilizante	3,0 Silicato	-	3,0 Silicato	-	3,0 Silicato	3,0 Silicato	3,0 Silicato	0,5 XUS	-
% DTPA	0,8	-	0,8	-	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> residual	0,01	n/a	0	n/a	0,59	0,42	0,02	0,36	0,22
% álcali residual	0	n/a	0,03	n/a	0,10	0,10	0	0	0,03
pH primera etapa	11,2	n/a	11,5	n/a	12,1	12,8	11,1	12,7	12,6
pH segunda etapa	n/a	n/a	n/a	n/a	11,1	10,2	n/a	10,8	10,9
pH final	6,2	n/a	7,6	n/a	7,7	7,4	6,2	6,7	6,9
% Blancura	49,4	43,6	48,8	45,3	64,2	58,2	57,8	57,9	58,0
% Opacidad	96,5	98,6	96,8	98,8	n/a	94,4	95,6	95,3	95,2
Coef. Scattering	54,3	53,0	55,5	53,1	n/a	55,9	57,9	57,1	57,1

### 2.4.2.1. Impregnación en una Etapa

La ganancia de blanco en la experiencia A, para una concentración de peróxido de hidrógeno del 1,0 %, fue sólo de 5 puntos aproximadamente, y el peróxido residual luego del refinado primario fue menor a 0,02 %. Esto sugiere que los ácidos resínicos y los iones metálicos reaccionaron con el peróxido descomponiéndolo, antes de que tuviera la oportunidad de blanquear la pulpa.

Las experiencias C y G, se realizaron con concentraciones mayores de reactivos: peróxido al 2,3 %. En la experiencia C la pulpa amarilleó debido a una mayor concentración de hidróxido de sodio (oscurecimiento alcalino). No se detectó peróxido residual después de la refinación primaria, y el grado de blanco luego del refinado secundario fue inferior al de la experiencia A.

Por esto, los ensayos de la experiencia G fueron realizados con una menor relación álcali/peróxido (0,7/1 en lugar de 1/1) y el blanco aumentó hasta 57,8 % ISO. Si bien se cree que esa relación álcali/ peróxido más baja,

lleva a un mayor blanco, no todo este cambio puede atribuirse a esta relación.

Los chips de la experiencia G fueron retenidos luego de la Impregnación por un período mayor antes de la refinación primaria (1,35 h en lugar de 0,33 h), debido a cambios en el equipo (cambio de válvula rotativa y tornillos). Fue notable el blanqueamiento de los chips previo al refinado, lo que nos indica que el empleo de mayor tiempo fue benéfico y útil. El bajo contenido de peróxido residual luego del refinado primario, para la experiencia G, nuevamente sugiere que los extractivos y los iones metálicos consumieron peróxido.

#### 2.4.2.2. Impregnación en dos etapas

Distribuyendo la carga de químicos en dos etapas de impregnación en un proceso APTMP, mejora y aumenta la remoción de extractivos y otras sustancias indeseables en los chips de madera, en forma previa al refinado.

Las experiencias F, I, H y E fueron planificadas con el fin de determinar el efecto de impregnación en dos etapas sobre chips de abetos canadienses. En todos estos ensayos se adicionó la mayor parte del álcali en la primera etapa de impregnación y la mayor parte del peróxido en la segunda. Esta práctica se basó en experiencias previas realizadas por la empresa Andritz Sprout-Bauer. Los niveles de concentración específicos de hidróxido de sodio y peróxido de hidrógeno se encuentran también indicados en la Tabla 2.9.

La Tabla 2.10 indica que la ganancia promedio de blanco lograda en los ensayos F, I y H (en las cuales la aplicación de peróxido de hidrógeno fue desde 1,6 % a 1,8 % sobre pulpa seca), fue de aproximadamente 14 puntos, en comparación al blanco de la TMP que sirviera de base de referencia. La diferencia en estas pulpas fue el grado y tipo de estabilizantes, lo que se discute en la sección siguiente. Un tratamiento en dos etapas de impregnación se llevó a cabo con la experiencia E, para evaluar la capacidad

de lograr un mayor blanco. Un total de 3,2 % de peróxido de hidrógeno fue empleado para lograr un blanco 20 puntos superior al blanco de la pulpa TMP de referencia. Un mayor nivel de hidróxido de sodio fue empleado también en la experiencia E, con una concentración 3,0 % sobre pulpa seca.

Los niveles de residuales de peróxido de hidrógeno luego de refinado primario, se muestran en la misma Tabla. Se observa que el proceso de blanqueo prosigue durante la refinación secundaria de la pulpa. Esto es ventajoso, no sólo en términos de requerimientos menores de peróxido en el proceso APTMP, sino también desde el punto de vista del control, ya que la presencia de álcali sin peróxido de hidrógeno durante el refino, produce una pérdida de blanco.

#### 2.4.2.3. Química de la Estabilización y su Efecto en la Ganancia de Blanco

Es bien sabido que el silicato de sodio es útil durante los procesos de blanqueo al peróxido de hidrógeno, sobre una gran variedad de pulpas de alto rendimiento (13, 14). Sus funciones incluyen la estabilización del peróxido de sodio y la acción buffer de pH dentro del rango más eficiente para el blanqueo al peróxido de hidrógeno, siendo, además, una fuente de alcalinidad.

En todas las experiencias APTMP, el silicato de sodio se adicionó en una y dos etapas, excepto en las experiencias H e I.

Los niveles de aplicación fueron mantenidos en un 3,0 % sobre pulpa seca. En la experiencia H se reemplazó el silicato de sodio por 0,5 % del compuesto XUS-11099 de la Dow Chemical (15). En la experiencia I, ninguno de los dos fue usado como agentes estabilizantes. Una comparación de valores de blanco en dos etapas de Impregnación, luego del refinado secundario se muestra en la Tabla. Los datos indican que la estabilización química adicional no es necesaria para lograr un blanqueo eficiente, estimándose que es suficiente un buen pretratamiento, por

ejemplo, con DTPA, y una buena impregnación de los chips antes de su refinado. El nivel o concentración de DTPA no ha sido optimizado en estos ensayos, y podría reducirse a efectos de lograr menores costos de productos químicos.

#### 2.4.2.4. Impacto del proceso APTMP o APMP sobre el consumo de Energía y sobre la Calidad de la Pulpa

Adicionalmente al blanco, se obtuvieron en estos estudios, otras mejoras en la calidad de las pulpas. Trabajos anteriores (12) demostraban que las fibras APTMP eran más fuertes comparativamente que las pulpas TMP, teniendo, además, mejores características de enlace (bonding) y menor contenido de finos.

Los resultados de este trabajo mostrando la calidad de las pulpas APTMP se presentan en la Tabla 2.11. Las comparaciones entre las pulpas TMP y las pulpas APTMP se realizaron a 100 mL CSF.

**Tabla 2.11: Efecto de las concentraciones de reactivos y el número de etapas sobre las propiedades físicas y la energía específica**

Series	A	B	C	D	E	F	G	H	I
CSF (a)	100	100	100	100	N/A	100	100	100	100
kW.h/odmt	2131	2049	2262	2204	N/A	2312	1947	2317	2327
kW.h/odmt (Refinación Prim.)	1325	1369	1255	1178	N/A	918	946	982	877
Volumen específico	2,6	2,92	2,53	2,79	N/A	2,62	2,63	2,66	2,63
Índice de reventamiento	1,9	1,6	2,4	2,7	N/A	2,7	2,3	2,8	2,9
Índice de rasgado	7,7	7,5	8,7	8,5	N/A	10	9,4	10,4	10,1
Índice de tracción.	36,5	34,8	41,4	40,4	N/A	47,1	43,7	45,2	40,8
TEA	23,5	23,2	32,4	34,3	N/A	39,1	30,4	35	31,4
% Astillas	1,21	3,14	1,44	3,53	N/A	0,42	0,58	0,47	0,74

Nota: (a) Interpolados para comparar a 100 mL CSF.

#### 2.4.2.5. Necesidades Específicas de Energía

Los requerimientos de energía ilustrados en la Tabla 2.11, muestran casos en que fue un 10 % más alta (experiencia I) a 8,4 % más bajas (experiencia G) que el promedio de las TMP (experiencias B y D). Trabajos previos publicados, basados en el empleo de mezclas al 50 % de abeto y pino, mostraron ahorros de unos 300 Kwh por tonelada de pulpa seca al aire (12).

#### 2.4.2.6. Contenido de astillas en pulpas APTMP

El mayor beneficio logrado en términos de calidad de pulpa, empleándose abetos, es la reducción en el contenido de astillas. Tal beneficio fue observado en una y dos etapas de Impregnación, como lo muestra la Tabla 2.11. Se logró una reducción en la cantidad de partículas retenidas en un cedazo de malla 0,10 mm, con una disminución promedio de 3,3 % para las TMP a 1,3 % y 0,55 % respectivamente para impregnaciones en una y dos etapas. La experiencia G, con menores relaciones de álcali a peróxido y tiempos de impregnación más prolongados antes de la refinación primaria, tuvo un contenido de astillas de 0,58 %. Estos valores son menores en el caso del tratamiento en dos etapas.

#### 2.4.2.7. Índice de rasgado en pulpas APTMP

La resistencia al desgarramiento de las pulpas APTMP, mostraron mejorías comparándola con las pulpas TMP de referencia. Estas mejorías se produjeron como resultado de la impregnación en dos etapas y con la experiencia G, con una etapa de impregnación, pero aumentando el tiempo de retención antes del refinador primario. Las mejoras indicadas en la Tabla 2.11, son del 28 % aproximadamente.

#### 2.4.2.8. Otras Propiedades de las pulpas APTMP

En las pulpas APTMP, debido a su condición de pulpado alcalino, la opacidad es menor en un 2 a 5 % con relación a las TMP de referencia. La Impregnación en dos etapas, que es en donde se produce una mayor penetración de álcali dentro de las fibras, produce un mayor descenso en la opacidad que en el tratamiento de impregnación en una etapa. No se observaron efectos adversos sobre los coeficientes de dispersión, en comparación a las TMP de referencia.

Las pulpas APTMP mostraron un menor volumen específico que la TMP de referencia.

Los valores residuales de álcali y el pH final de las pulpas APTMP (Tabla 2.10), fueron menores que los valores obtenidos con pulpas de abetos de la costa oeste (12). Esto sugiere que los chips empleados en estas experiencias, chips de abetos y especies de la costa noroeste, madera mas oscura, consumieron mayor proporción de hidróxido de sodio. Una alta concentración de hidróxido de sodio eleva el pH final residual en la refinación secundaria (8,0 a 8,5), mejorando las resistencias y reduciendo el consumo de energía.

La experiencia E de pulpado APTMP se realizó con la mayor aplicación de hidróxido de sodio, (3,0 % sobre pulpa seca). Estos resultados no se presentaron en la Tabla 2.11 ya que esta pulpa no fue refinada por debajo de 178 mL de C.S.F. Cuando se comparó con la pulpa TMP de referencia, en condiciones similares, se obtuvo un índice de reventamiento 27,0 % mayor, un índice de tracción 15,0 % mayor, una elongación 12,0 % mayor, y un índice de rasgado 27,0 % mayor, con una aplicación de 3,0 % de HONa (pulpa APTMP). Esto sugiere un mejor desarrollo de resistencia de la pulpa por la acción del álcali en el pulpado. Debieran realizarse otros estudios o experiencias adicionales para confirmar las mejoras que pueden lograrse con mayores niveles de aplicación de hidróxido de sodio, en las propiedades de resistencia de las pulpas.

Los resultados demostraron que:

- La tecnología APTMP o APMP, puede emplearse para aumentar el blanco de pulpas TMP a partir de maderas de especies como el abeto de madera oscura. Se necesita menos del 2,0 % de peróxido de hidrógeno para aumentar el blanco en 14 % ISO (Tabla 2.10).
- Desde el punto de vista de la eficiencia de consumo de químicos, el tratamiento en dos etapas supera al de una etapa. La aplicación de peróxido de hidrógeno se reduce desde 2,4 % al 1,6 %, mediante una etapa adicional de impregnación antes del refinado (Tabla 2.10).
- Ambos procedimientos, en una o dos etapas, APTMP o APMP tienen un efecto significativo en cuanto a la reducción del contenido de astillas y finos, comparándolas con las TMP de base (Tabla 2.11).
- La impregnación en dos etapas mejora los valores de índice de resistencia al rasgado, en un promedio de 28 %, comparándolas con las pulpas base TMP (Tabla 2.11).

#### 2.4.2.9. Disminución en Gastos de Capital para tratamientos en dos etapas, de pulpas APTMP

Se ha demostrado que la impregnación en dos etapas tiene ventajas respecto a la operación en una sola etapa, en cuanto a disminuir los costos operativos, como por ejemplo, un menor consumo de peróxido de hidrógeno para lograr un blanco equivalente y otros parámetros de calidad de la pulpa como menores rechazos y mayor resistencia de la pulpa. En este caso, sin embargo, se requiere más equipamiento, resultando en mayores costos de capital.

Una manera de disminuir este costo de capital puede ser empleando equipamiento ya existente. Para esto es necesario realizar trabajos en plantas piloto para optimizar estas ideas y para ahorrar costos, en el caso de querer convertir una planta TMP a una APTMP.

La rentabilidad económica que surge de la conversión de plantas TMP a APTMP o APMP, puede aumentarse con posterioridad sobre la base de la mejora que se logre en el proceso, por ejemplo, con una preimpregnación de maderas de inferior calidad. En este sentido se están realizando estudios con pinos, abeto douglas, etc.

## CAPITULO 3

### ENSAYOS PRELIMINARES

#### 3.1 OBJETIVO

El objetivo de estos ensayos preliminares es la selección del proceso y de una variante de la etapa de impregnación, común a los dos procesos.

Se busca determinar cuantitativamente cual de los dos procesos, el APMP o el SCOTT, utiliza con más eficiencia los reactivos para obtener una determinada calidad de pulpa en el caso de *Eucalyptus grandis*.

Se realizaron experiencias con *Eucalyptus grandis* de 6 y 15 años, para determinar la influencia de la edad en la calidad de la pulpa obtenida para un consumo de reactivos equivalente. Se incluyó asimismo una variante en la etapa de preimpregnación, común a los dos procesos, que consiste en el calentamiento de los chips con agua caliente (difusión), en lugar del calentamiento con vapor (vaporización).

##### 3.1.1 Materia Prima

Para la selección del proceso y su variante, se utilizó *Eucalyptus grandis* certificado de 6 años de edad proveniente de INTA, Cerro Azul (Misiones) y *Eucalyptus grandis* certificado de 15 años proveniente del Establecimiento Industrial "TAPEBICUA", de Virasoro ( Corrientes).

Se trabajó con troncos de 1,0 metro de largo, cortados en el monte, a partir de la altura de pecho hacia la copa del árbol.

Los chips se prepararon manualmente a partir de estos troncos, tratando de que sus características sean lo más parecidas a los chips que

produce una chipeadora Industrial. El lavado se realizó por flotación con agua para eliminar arena, corteza y otras impurezas.

Se utilizaron 950 g de chips húmedos (566 g secos), pesados antes del lavado en cada experiencia.

Los *Eucalyptus grandis* que utiliza la Empresa "TAPEBICUA" de 15 años de edad, se cortan en el monte en medidas de longitud standard, para la elaboración de láminas y para aserrado. Las puntas del árbol (de diámetros entre 15 cm a 7 cm), se descortezan, se apilan al costado del camino y se comercializan para la fabricación de pulpas para diarios y para papel tisú. En 1998 (año en el que se tomó la muestra para las experiencias), estos despuntes se comercializaban a los Estados Unidos para la fabricación de papel tisú.

### 3.1.2 Construcción de Equipos para la realización de las experiencias.

#### 3.1.2.1 Equipo para Vaporización - Difusión.

Consiste en un recipiente cilíndrico con tapa de asiento de acero inoxidable AISI 316, y de un canasto con soporte desmontable para contener a los chips. El recipiente es de 20 L de capacidad (diámetro: 26 cm; altura: 36 cm).

Para la vaporización se utiliza el canasto con el soporte, para disponer a los chips por encima del nivel de agua en ebullición dentro del recipiente. La tapa de asiento le da una ligera sobrepresión al vapor en el interior del recipiente antes del venteo, lo que reproduce en forma aproximada las condiciones del proceso en escala industrial.

Para la difusión se sumerge el canasto con los chips en agua caliente a 70 °C y se mantiene a esta temperatura.

El diámetro exterior del canasto es ligeramente inferior al diámetro interior del recipiente cilíndrico como para permitir la introducción del mismo evitando un cortocircuito del vapor.

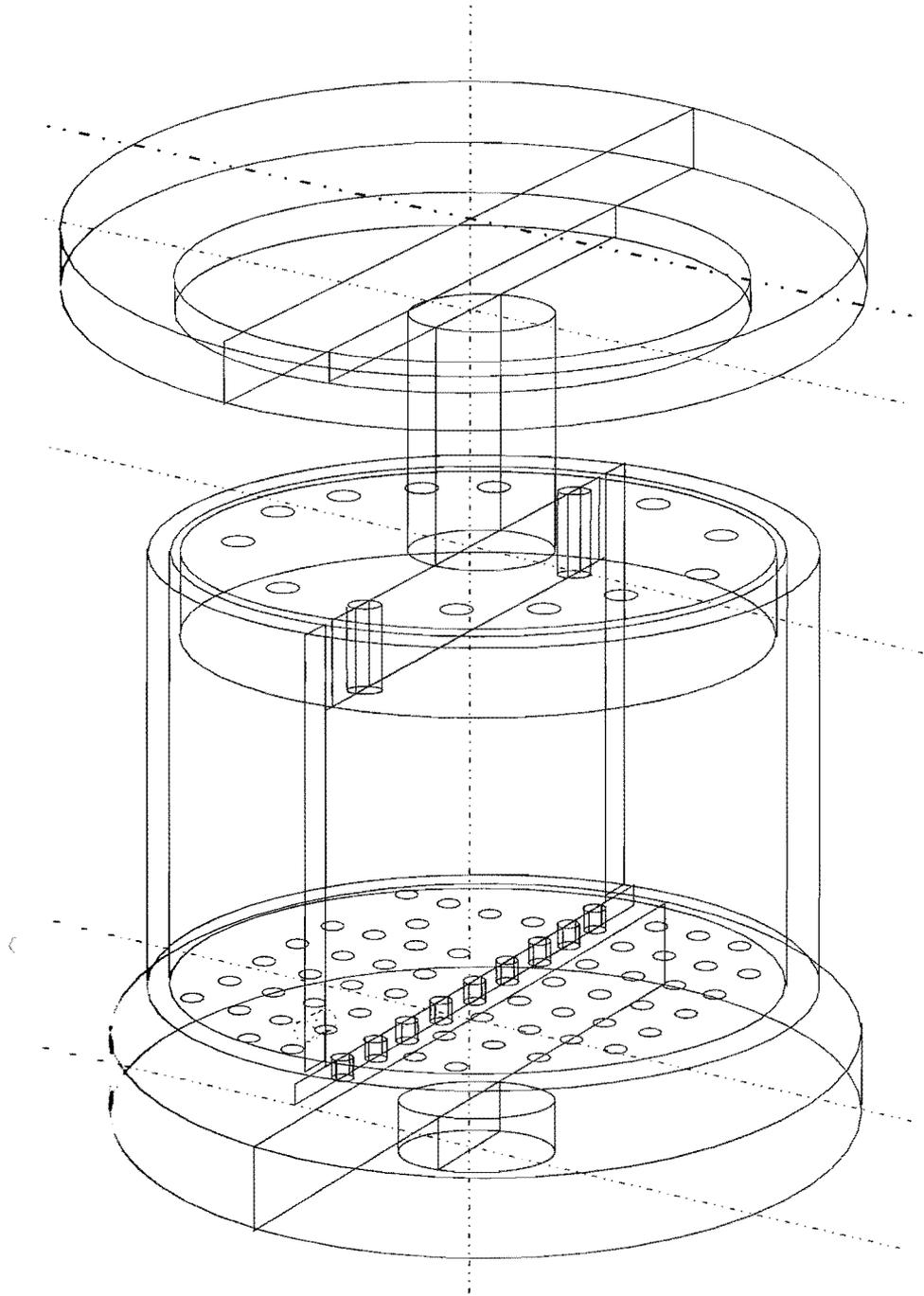
### 3.1.2.2 Equipo para la Impregnación “Prensa – Impregnador”.

#### Operación

La base del proceso APMP y sus variantes es el sistema de impregnación. Este produce la desestructuración de los chips durante la compresión, y una buena e inmediata impregnación del material fibroso durante la descompresión con los reactivos. Este es el llamado “efecto esponja”, que es de importancia fundamental cuándo se trabaja con peróxido de hidrógeno, ya que una mala distribución del licor puede repercutir negativamente en el blanco, y la calidad final de las pulpas.

Debido a que no se disponía de un equipo tornillo prensa-impregnador de relación de compresión 4:1, las impregnaciones se realizaron en un equipo diseñado y construido en la planta piloto del Programa de Investigación de Celulosa y Papel, que reproduce en forma bastante aproximada las condiciones del mismo.

El equipo consiste esencialmente en un cilindro de acero inoxidable AISI 316, de 14 cm de diámetro interior, 24 cm de altura, 10 mm de espesor de pared y fondo perforado (ver Figura 3.1 A) y B)). También posee perforaciones en la base y desde la base hasta  $\frac{1}{4}$  de la altura total del cilindro, en todo el perímetro del cilindro.



**Fig. 3.1 A): PRENSA-IMPREGNADOR**

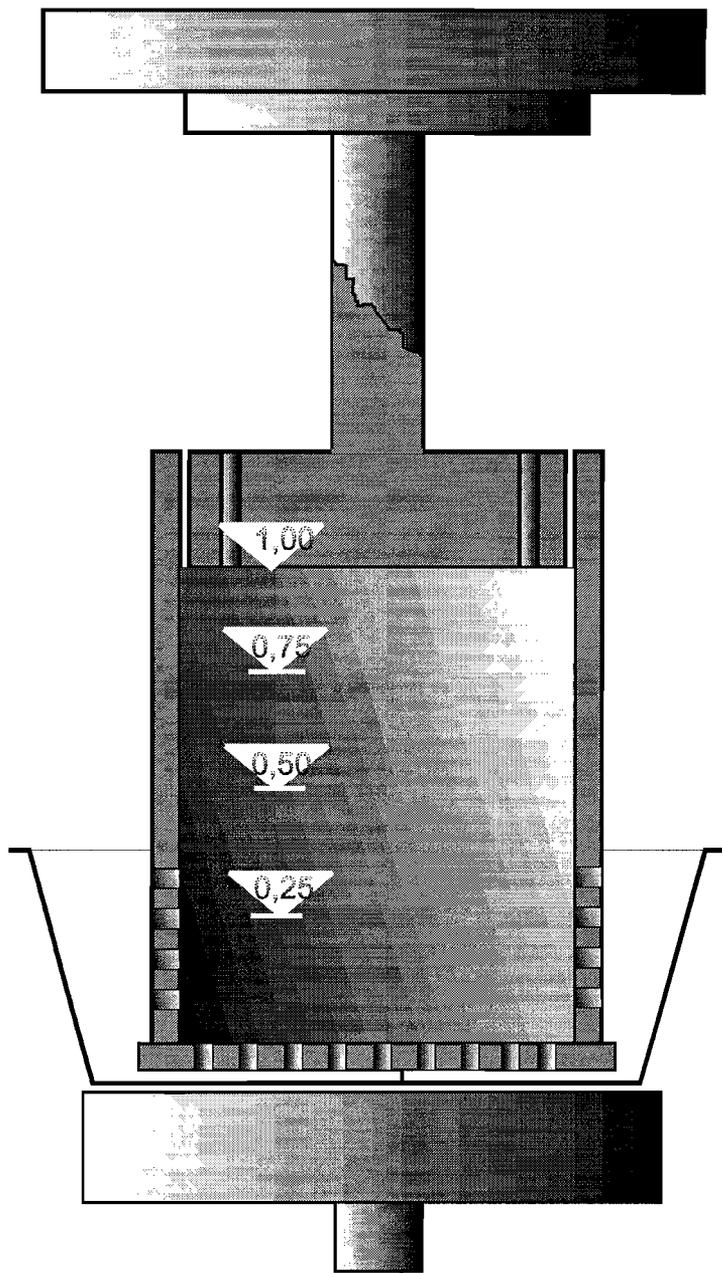


FIG. 3.1 B): PRENSA-IMPREGNADOR

La compresión de los chips se realizó utilizando un pistón perforado y por medio de una prensa hidráulica de 30 toneladas. El desplazamiento del pistón se indica mediante una escala lateral dispuesta sobre el equipo para controlar la compresión. El fondo del equipo se ubica sobre un recipiente de acero inoxidable, que recoge el extracto de la compresión. Los extractivos y el agua se eliminan durante la compresión a través de una válvula. El conjunto apoya sobre la base de la prensa.

Una vez finalizada la compresión y retirados los extractivos y agua eliminados, el recipiente sobre el que apoya la base del cilindro se carga con el licor correspondiente a cada impregnación. De esta manera, al iniciar la descompresión se produce la penetración del licor de Impregnación de los chips, por las perforaciones del fondo, por las perforaciones laterales, y por la parte superior del cilindro a través de las perforaciones del pistón. Esta penetración del licor durante la descompresión producirá el efecto esponja, que es fundamental en este proceso.

Después de la descompresión, se retira el pistón del cilindro, se descargan los chips desestructurados e impregnados en el canasto del equipo de Vaporización - Difusión, se mantienen los chips en este canasto durante el tiempo fijado para que la reacción prosiga y la temperatura se mantiene a 70 °C (por vaporización). Mientras tanto se prepara el equipo para la impregnación siguiente.

### 3.1.3 Ensayos Preliminares de Funcionamiento de la Prensa - Impregnador.

El ensayo determinó que se puede trabajar sin inconvenientes con una relación de compresión 4: 1 e inclusive algo mayor.

El máximo volumen específico promedio de extractos correspondió a la variante difusión, lo que nos indica que la desestructuración de los chips, así como la eliminación de extractivos y solubles, es mayor en el proceso con difusión que en el proceso con vaporización.

### 3.1.3.1 Ensayo de Impregnación.

Materia prima.	Chips de álamo
Peso húmedo	556 g
Humedad	15 %
Peso seco	472,6 g

#### a) Vaporización

Peso chips vaporizados ..... 1.015,0 g  
 Consistencia ..... 46,6 %

#### Compresión 1, relación 4:1

Extracto..... 272,4 mL/Kg b.m.s.  
 Consistencia ..... 63,6 %

#### Impregnación 1 (con agua)

Peso chips Impregnados ... 1.225,0 g  
 Consistencia ..... 38,0 %  
 Peso seco ..... 465,5 g

#### Compresión 2, relación 4: 1

Extracto..... 730,4 mL/Kg b.m.s.  
 Consistencia ..... 53,5 %

#### b ) Difusión

Peso chips hidratados..... 1.432,0 g  
 Consistencia ..... 33,0 %

#### Compresión 1, relación 4:1

Extracto..... 677,0 mL/Kg b.m.s.  
 Consistencia ..... 42,5 %

#### Impregnación

Peso chips hidratados..... 1.608,0 g  
 Consistencia ..... 29,0 %

#### Compresión 2, relación 4:1

Extracto..... 1.052,0 mL/Kg b.m.s.  
 Consistencia ..... 42,5 %

Este primer ensayo nos permitió probar el funcionamiento del equipo. Se repitió posteriormente con *Eucalyptus grandis* de 6 y de 15 años, con el fin de determinar los volúmenes de licor que toman los chips en la descompresión en cada etapa de la impregnación y para cada edad de los árboles. Con estos datos se prepararon los licores de impregnación.

### 3.1.3.2 Diseño Experimental para la Selección del Proceso

El desarrollo experimental se basó en un diseño factorial de tres factores (o variables) y dos niveles, para determinar la influencia de estos factores y sus interacciones sobre las respuestas. El número de experiencias realizado para este diseño fue 8 (ocho). Para asegurar la azarización de las experiencias, se realizó un sorteo para establecer el orden de realización de las experiencias.

Las variables estudiadas fueron:

Preimpregnación de los chips (A):	vaporización:	-1	difusión:	+1
Proceso (B):	APMP:	-1	Scott:	+1
Edad de los árboles (C):	6 años:	-1	15 años:	+1

En la Tabla 3.1 se presenta el diseño completo con los valores de las variables (valores codificados de los niveles + 1 y -1), de las experiencias.

**Tabla 3.1: Diseño Factorial de 3 Factores y 2 Niveles**

Experiencia No.	Preimpregnación	Proceso	Edad
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1

### 3.1.3.3 Obtención de Pulpas

En todas las experiencias se trabajó con 950 g de chips húmedo, antes del lavado. Para iniciar cada experiencia se procedió al lavado de los chips, y luego al calentamiento, con vapor o con agua caliente a 70 °C. Se cargó el cilindro con los chips y se procedió a la compresión de los mismos.

Una vez concluida la etapa de compresión, se cargó la bandeja con licor para producir la impregnación durante la descompresión. Posteriormente se descargaron los chips impregnados sobre la bandeja, y se cargó con ellos el canasto para el calentamiento con vapor o agua caliente.

Se mantuvieron los chips durante el tiempo de reacción necesario, y una vez concluida la primera etapa se volvió a cargar el cilindro de la prensa para una nueva etapa (dos etapas de impregnación para el proceso APMP y tres etapas de impregnación en el proceso SCOTT).

Las cantidades de reactivos (base madera seca) utilizadas en la primera parte del trabajo (selección del proceso) se detallan en la Tabla 1.

Tabla 3.2: Reactivos aplicados en los ensayos preliminares

Proceso	Etapas de Impregnación.		
	Primera	Segunda	Tercera
<b>APMP</b>	NaOH: 1,1 % b.m.s. H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : 0,3 % b.m.s. Silicato Na: 3,0 % b.m.s. DTPA: 0,8 % b.m.s.	NaOH: 1,9 % b.m.s. H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : 2,9 % b.m.s. Silicato Na: 3,0 % b.m.s. DTPA: 0,8 % b.m.s.	
<b>Scott</b>	DTPA: 0,3 % b.m.s.	MgSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O: 0,5 % b.m.s.	NaOH: 3,0 % b.m.s. H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : 3,2 % b.m.s. Silicato Na: 3,0 % b.m.s. MgSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O: 0,5 % b.m.s.

Luego de la etapa de reacción, los chips impregnados se desfibraron con los reactivos residuales (con lo que la reacción de blanqueo y desarrollo

de resistencia de la pulpa prosigue) utilizando un refinador Bauer atmosférico de 8 pulgadas de diámetro de discos.

La "refinación primaria", se realizó con discos de diseño similar a los utilizados en fábrica en esta etapa, una abertura entre discos de 30 milésimas de pulgada, y una consistencia promedio de 13 %. La "refinación secundaria" se realizó en el mismo refinador pero con discos de menor paso entre lamas, una separación entre discos de 3 milésimas de pulgada y una consistencia media de 4 %. En ambos casos se reciclaron las aguas blancas del espesado al refinador como agua de dilución para recuperar los finos. El espesamiento se realizó en un tamiz de malla 270, y se completó en una centrífuga.

#### 3.1.3.4 Determinación del Rendimiento de la Etapa de Impregnación

Para la determinación de este rendimiento (Rend.1), se tomaron 100 g de chips luego de la última etapa de impregnación, se lavaron para eliminar el licor residual, se secaron y se calculó el rendimiento con relación al total de chips impregnados al final de esta etapa. Los rendimientos de todas las experiencias están registrados en la Tabla 3.2.

#### 3.1.3.5 Determinación del Rendimiento de la Etapa de Refinación

Para su determinación (Rend. 2), se pesaron las pulpas centrifugadas, obtenidas en cada experiencia, tratando de recuperar la mayor cantidad de finos en el lavado y espesamiento. Sobre una muestra de éstas se determinó la sequedad, para calcular la cantidad total de pulpa seca obtenida en esta etapa. Se calculó el rendimiento con respecto al peso seco de material que ingresó al refinador.

### 3.1.3.6 Determinación del Peróxido de Hidrógeno Residual

Para estas determinaciones se tomaron 100 g de chips impregnados (antes de la refinación primaria) y en el agua de lavado se valoró el peróxido residual de cada experiencia.

### 3.1.3.7 Determinación del Volumen de Extracto de cada Experiencia

En el proceso APMP se realizaron dos compresiones. En el caso del proceso con la variante Difusión, el primer calentamiento de los chips (antes de la primera compresión y la primera impregnación), se realizó con agua caliente. El segundo calentamiento de los chips (previo a la segunda compresión e impregnación) se realizó con vapor manteniendo de esta manera la temperatura, y evitando la extracción de reactivos, ya que la reacción debe proseguir durante la refinación.

En el proceso con variante vaporización, el precalentamiento se realizó con vapor en las dos etapas. Luego de la compresión se recogió el extracto en una bandeja, se midió con una probeta y se promediaron los dos volúmenes.

En el proceso SCOTT, se realizaron 3 compresiones. En la variante con vaporización se recogieron los tres extractos y se promedió este valor.

En la variante con difusión, el calentamiento previo a las tres compresiones se realizó con agua caliente. Los resultados promedios de las respuestas se muestran en la Tabla 3.2.

### 3.1.3.8 Determinación de Propiedades Ópticas.

Con la pulpa obtenida se prepararon las hojitas para la determinación de propiedades ópticas de cada experiencia de acuerdo con la norma TAPPI T 218 om-91. Cada hojita se prepara a partir de una suspensión de 3 gamos secos de pulpa en 1000 mL de agua desmineralizada, y llevada a pH 5. Esta

suspensión se filtra a través de un papel de filtro en un buchner de 150 mm de diámetro. La hojita formada se descarga sobre una platina de acero inoxidable, y sobre la misma se colocan dos hojas de papel secante para extraer el agua en el posterior prensado. El prensado se realiza por 90 segundos a 50 psig. Luego del prensado se retiran los secantes y el papel de filtro, y el secado final se realiza en atmósfera acondicionada (T 402).

Se midieron la blancura ( % ISO) y el parámetro de color  $b^*$ , indicativo de la tonalidad amarilla de las pulpas. Los valores medios correspondientes a cada experiencia se presentan en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.3: Respuestas de la comparación entre edades de *Eucalyptus***

Nº Experiencia	1	2	3	4	5	6	7	8
Tipo preimpregnación	V	D	V	D	V	D	V	D
Tipo proceso	APMP	APMP	Scott	Scott	APMP	APMP	Scott	Scott
Edad árbol	6	6	6	6	15	15	15	15
Volumen de extracto I (mL)	48	210	80	270	50	120	35	120
Volumen de extracto II (mL)	190	225	225	350	148	160	105	215
Rendimiento etapa impregnación (%)	95	97	98	99	99	99	99	99
Blancura ( % ISO)	62,3	62,0	58,2	66	62,2	61,1	57,6	57,0
$b^*$	8,59	7,41	7,49	9,26	10,58	11,34	11,14	11,63
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> Residual ( % b.m.s.)	0,018	0,220	0,009	0,028	0,118	0,004	0,000	0,142
Álcalis residual ( % b.m.s.)	0,021	0,065	0,041	0,056	0,051	0,020	0,039	0,131

V: vaporización; D: difusión

### 3.1.4 Análisis de las Respuestas

Las respuestas obtenidas fueron analizadas con ayuda de un programa específico de computación.

Los ensayos demostraron que se puede trabajar sin inconvenientes con una relación de compresión 4:1 e inclusive algo mayor. Sin embargo, la

acción sobre las astillas es diferente que la producida por el Impresafiner, ya que se trata de un aplastamiento unidireccional.

El máximo volumen específico promedio de extractos correspondió a la variante difusión, lo cual nos indica que la desestructuración de los chips, así como la eliminación de extractivos y solubles, es mayor en el proceso con difusión que en el proceso con vaporización.

Las blancuras iniciales de los eucaliptos de 6 y 15 años se mostraron muy similares (47,0 y 46,6 %ISO respectivamente). Los resultados de los ensayos preliminares para la evaluación del proceso se muestran en la Tabla 3.

Los resultados indican que el método de impregnación con agua caliente aumenta significativamente los volúmenes de extracto I y II, mientras que la edad del árbol lo disminuye. En el caso del volumen de extracto II el tipo de proceso también influye, pero en mucho menor grado.

El análisis de las medias del peróxido de hidrógeno residual disminuye levemente al utilizar el proceso Scott, y aumenta al preimpregnar con agua caliente. Esto último puede deberse a la eliminación de una mayor cantidad de sustancias que descomponen al peróxido de hidrógeno al aplicarse la difusión.

Notar que tanto en árboles de 6 como de 15 años, al aplicar el proceso Scott con vaporización previa, el residual de peróxido fue muy bajo o nulo, y las blancuras bajas, lo que indica una excesiva descomposición del reactivo y amarillamiento alcalino.

El cambio de los residuales de álcalis y de peróxido con la edad puede considerarse despreciable.

### 3.1.5 Selección del Proceso

En función de las respuestas obtenidas en este ensayo preliminar, se puede concluir que la variante Difusión tiene un efecto favorable en las propiedades de la pulpa.

El Proceso SCOTT, aumenta la desestructuración de los chips, en función de un mayor número de compresiones (tres), mejorando la impregnación.

Como los eucaliptos de mayor edad contienen mayor cantidad de sustancias que descomponen los reactivos utilizados en el proceso, es inferior la proporción de éstos que participan en el mejoramiento de la calidad de la pulpa. Además, por su mayor densidad, es menor la desestructuración de los chips provenientes de los árboles de mayor edad, como lo indican los volúmenes comparativos de extractos. Se obtiene en consecuencia, una penetración de reactivos menor que en el caso de los eucaliptos jóvenes.

En el caso de eucaliptos de 6 años, se obtuvieron los mejores resultados de blancura y parámetro de color  $b^*$  con la preimpregnación en agua caliente utilizando el proceso Scott. Para eucaliptos de 15 años estas no resultaron las mejores condiciones.

Para corroborar si podían encontrarse propiedades similares a las mejores obtenidas para eucalyptus de 6 años, pero con madera de 15 años, se realizó un estudio de optimización de las cargas de hidróxido de sodio y de peróxido de hidrógeno sobre madera seca en el proceso Scott con preimpregnación en agua caliente.

## CAPITULO 4

### OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO SCOTT

#### 4.1. SELECCIÓN DEL DISEÑO EXPERIMENTAL

Se trabajó con *Eucalyptus grandis* de 15 años de edad, provenientes del Establecimiento TAPEBICUA. (Virasoro, Provincia de Corrientes), como materia prima.

Los chips de *Eucalyptus* se prepararon en la planta piloto del PROCYP, utilizando formón y martillo masa, tratando de reproducir con la mayor aproximación a los chips que produce una chipera industrial.

Para la optimización de la relación entre cargas de reactivos se utilizó un Diseño Central Compuesto de dos variables a cinco niveles, con tres puntos centrales. De acuerdo con este diseño se realizaron 11 experiencias, más un ensayo sin reactivos para ser utilizado como referencia. Los factores estudiados fueron:

- Factor **A**: Carga de NaOH (entre 2,6 y 5,4 % b.m.s.)
- Factor **B**: Carga de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (entre 2,6 y 5,4 % b.m.s.)

En la Tabla 4.1 se indican los componentes del diseño CCD para dos factores, y en la Tabla 4.2 se presenta el diseño completo con los valores correspondientes a cada una de las variables de cada una de las 11 experiencias realizadas. Las tres repeticiones en el punto central se utilizan para la determinación del error experimental.

Tabla 4.1: Componentes del Diseño CCD, para dos Factores

Nº de factores	Nº de Experiencias			Nº total de Experiencias	Valor de alfa
	4	Estrella	Centro		
2	4	Estrella	Centro		1.42
	4	4	3	11	

Tabla 4.2: Diseño Experimental CCD para dos Factores

Experiencia Nº. al azar	Experiencia Nº de orden	Factor A (OHNa)	Factor B (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	Factor A (OHNa) %	Factor B (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) %
8	( 1 )	- 1	- 1	3	3
11	( a )	1	- 1	5	3
9	( b )	- 1	1	3	5
6	( a b )	1	1	5	5
3	(-alfa a)	- 1,414	0	2,6	4
5	(+alfa a)	1,414	0	5,4	4
2	(- alfa b)	0	-1,414	4	2,6
10	(+alfa b)	0	1,414	4	5,4
1	0	0	0	4	4
7	0	0	0	4	4
4	0	0	0	4	4

## 4.2. OBTENCIÓN DE PULPAS

El proceso de pulpado se inició con el lavado de los chips por flotación en agua, para eliminar arena, cortezas y otras impurezas. Se utilizaron 950 g de chips húmedos en cada experiencia (566 g secos).

Luego los chips se lavaron, y calentaron dentro del canasto del equipo de Vaporización-Difusión. Para el calentamiento se sumergieron los chips con el canasto en agua a 70 °C durante 25 minutos, con lo que se obtuvo una hidratación de los chips, una extracción primaria de los solubles y una temperatura uniforme.

Concluido el calentamiento, se extrajeron los chips con el canasto y se procedió a cargar el cilindro de la prensa. Inmediatamente se iniciaron las etapas de Compresión-Impregnación, comprimiéndose los chips hasta una relación de compresión 4:1. Recogiendo el extracto en una bandeja dispuesta en la base del cilindro, y de la bandeja a una probeta a través de una válvula dispuesta sobre la base de la bandeja midiendo el volumen del extracto que llamamos "extracto Compresión 1". Luego se procedió a cargar el cilindro y la bandeja con el licor correspondiente a la primera etapa. El volumen de licor que absorben los chips en las condiciones de la experiencia, se determinó previamente por ensayos de compresión, para la preparación del licor con la concentración adecuada a la experiencia y etapa.

En la primera etapa, la impregnación se realizó con DTPA al 0,3 %, se descomprimieron los chips, y durante la descompresión el licor fue absorbido (aprovechando el efecto esponja de la descompresión).

Luego se dejó que la reacción prosiga durante 10 minutos, manteniendo la temperatura a 70 °C en el Vaporizador-Difusor. Los chips se sumergieron entonces en agua caliente durante 5 minutos, para mejorar la extracción de solubles, y luego se cargó el cilindro de la prensa para una nueva etapa de Compresión-Impregnación.

Con el cilindro de la prensa cargado con chips se inició la segunda etapa de Impregnación. Se comprimieron los chips, se recogió y midió el extracto. Se cargó el equipo con licor, (Sal de Epson al 0,5 %, según se determinó por ensayos previos de los chips, como la cantidad de licor que absorben los chips en la segunda compresión). Posteriormente se descomprimieron los chips produciéndose la impregnación. Se mantuvieron estos así durante 10 minutos para que la reacción prosiga, manteniendo una temperatura en el canasto y en el vaporizador de 70 °C. Luego se sumergieron los chips en el agua del equipo de vaporización-Difusión a 70 °C durante 10 minutos, para mejorar la extracción de solubles y la hidratación de los chips. Finalmente se extrajeron los chips del vaporizador-difusor y se cargó nuevamente el cilindro de la Prensa-Impregnador.

Con el cilindro cargado de chips se inició la tercera etapa de Impregnación. Se comprimieron los chips siempre con una relación de compresión de 4:1, se extrajo y se midió el extracto y se cargó el equipo con licor correspondiente a la tercera etapa de Impregnación. Este consistió en esta instancia en hidróxido de sodio y peróxido de hidrógeno (cuyas concentraciones varían según el diseño); Silicato de sodio al 4 % y Sal de Epson al 0,5 %. Al descomprimir los chips se Impregnaron con este licor (en cada una de las experiencias del diseño), y se mantuvo la temperatura a 70 °C en el vaporizador durante 60 minutos, calentando con vapor, para que la reacción de blanqueo y el desarrollo de la resistencia prosiga.

Una vez concluido este tiempo, se tomaron 100 gramos de chips para determinar el rendimiento de la etapa de Impregnación y determinar los reactivos residuales, antes de la etapa de refinación primaria. Los residuales se determinaron por extracción de los mismos con agua y titulando el extracto, y con los chips lavados se determino el rendimiento de la etapa de impregnación. En este punto termina la etapa de Impregnación.

Los chips Impregnados se refinaron primero con los reactivos residuales, con lo que la reacción de blanqueo y desarrollo de resistencia de la pulpa prosigue, en una especie de "refinación primaria", con discos similares a los utilizados en fábrica en esta etapa, y una abertura entre discos de 30 milésima de pulgada. Las pulpas de todas las experiencias se refinaron a una consistencia promedio de 12,95 %. Se reciclaron las aguas blancas del espesado al refinador como agua de dilución para recuperar los finos. El espesamiento se realizó en un tamiz de 270 mallas, y se completó en una centrifuga. Se determinó la sequedad y se pesó para calcular el rendimiento de esta etapa.

La refinación secundaria se realizó en el mismo refinador pero con discos de menor paso entre lamas, una separación entre discos de 3 milésimas de pulgada y una consistencia promedio de todas las experiencias de 4,15 %. También se realizó la recirculación de las aguas blancas al refinador. Una vez finalizada la refinación se procedió al lavado de la pulpa y finalmente el espesamiento por filtración y centrifugación.

A las pulpas así obtenidas se les determinó el grado de refino, midiendo su drenabilidad, que se utiliza como una indicación o medida de la calidad de las pulpas mecánicas y como una medida del grado de refino de las pulpas químicas. Su unidad de medida es el grado Schopper (según la norma SCAN M 3-36), y el Canadian Standard Freeness (según norma TAPPI T 227). Las determinaciones se realizaron con el aparato tipo Schopper-Riegler.

Para realizar los ensayos físico-mecánicos y ópticos, se refinaron todas las pulpas obtenidas a un mismo valor de Drenabilidad, (60 °SR ó 159 °CSF), para lo cual se utilizó la "Pila Holandesa". Se batieron las pulpas de acuerdo a la Norma TAPPI T 200 sp 96, hasta llegar al valor prefijado de refino, con una aproximación de más o menos el 2 % del valor de °SR tomado para las determinaciones.

Se colocaron en la Pila Holandesa 360 g secos de cada una de las pulpas a refinar. Seguidamente se la homogeneizó haciéndola circular en el equipo durante 7 minutos sin colocar la pesa que ajusta la placa estacionaria a las barras del rotor. Después de la homogeneización se colocó la pesa de 5.500 g, registrándose a partir de ese momento los tiempos de refino y determinando por intervalos la drenabilidad, hasta llegar al valor prefijado de 60 °SR, para cada pulpa.

Las pulpas así obtenidas se espesaron por filtración en el tamiz malla 270 y posteriormente utilizando la centrífuga. Se guardaron finalmente en el refrigerador para luego realizar los ensayos físico-mecánicos y ópticos.

#### 4.3. ENSAYOS CON LAS PULPAS

Se midieron: blancura (% ISO), opacidad (%), coeficiente de dispersión de la luz (light scattering,  $m^2/kg$ ), peróxido residual en base a madera seca 100 % ( $H_2O_2r$  % b.m.s.), hidróxido de sodio residual en base a madera seca (NaOHr % b.m.s.), volumen específico ( $cm^3/g$ ), índice de explosión (I.E.  $kPa.m^2/g$ ), índice de tracción (I.T.  $Nm/g$ ), índice de rasgado

(I.R.  $\text{mNm}^2/\text{g}$ ), permeabilidad al aire ( $\mu\text{m}/\text{Pa}\cdot\text{s}$ ), fracciones de clasificación Bauer Mac Nett retenida en 30 mesh (R30 %), y que pasa por la malla 270 mesh (P270 %), y energía absorbida a la tracción (TEA  $\text{J}/\text{m}^2$ ).

En todos los casos se realizaron los ensayos según las normas TAPPI correspondientes.

En la Tabla 4.3 se presentan los residuales de reactivos y las propiedades ópticas de las pulpas obtenidas, además de la pulpa de referencia (sin aplicación de reactivos), numerada como experiencia 12.

Los resultados de las demás propiedades físicas y físico-mecánicas se presentan en la Tabla 4.4.

#### 4.3.1 Confección de las Hojas

Las hojas formadas según TAPPI T 205, tienen un gramaje de  $60\text{g}/\text{m}^2$ . Para la formación de las hojas se utilizó una formadora, con formato circular de  $200\text{ cm}^2$ . Esto determina que la cantidad de pulpa a agregar por hoja es de 1,2 g de peso seco.

La formadora consta de un cilindro rebatible sobre la malla metálica en la que se forman las hojas. Una vez asentado el cilindro sobre la malla, este se carga con agua y con la suspensión que contiene 1,2 g de pulpa y se completa con agua hasta el enrase. Agitando y abriendo la válvula de paso del agua se forman las hojas sobre la malla. Estas se secan parcialmente con papel secante, presionando con un rodillo. Se extrae cada hoja y se la coloca sobre una platina metálica. Estas se van apilando, intercalando dos papeles secantes entre cada hoja y platina, en la prensa hasta un total de 10 unidades. Se prensan en dos tiempos de 5 y 3 minutos respectivamente, ambas veces a 50 psi. En la primera prensada la pila se arma con dos secantes y 5 minutos de presión, y en la segunda, con un sólo secante y 3 minutos de presión.

Una vez terminado el prensado se retiran los secantes y las hojas con la platina se montan sobre los anillos de secado. Finalmente se secan las hojas en la sala acondicionada.

Se seleccionaron las mejores hojas y se iniciaron los ensayos, primero los no destructivos y luego los destructivos según norma TAPPI T 205.

#### 4.3.2 Propiedades Ópticas

El blanco y la opacidad se determinaron con el equipo Colour Touch, Modelo ISO, de Technidyne Corporation.

El blanco (ISO brightness) se determinó sobre 8 hojas correspondientes a las pulpas de cada experiencia y se tomó el valor promedio de las lecturas. Se define como la reflectancia intrínseca,  $R_{\infty}$ , (sobre una pila de hojas con un espesor suficiente para que el conjunto sea opaco) medida a una longitud de onda efectiva de 457 nm., con un reflectómetro teniendo iluminación difusa. Los valores se expresan como % ISO.

Con la misma cantidad de hojas se determinaron los valores de opacidad. Esta propiedad se define como la relación, expresada en tanto %, del factor de reflectancia luminosa de una hoja simple sobre un fondo negro,  $R_0$ , y el factor de reflectancia luminosa intrínseca,  $R_{\infty}$ , de la misma muestra.

El blanco se determinó según norma ISO 2470-1977 (E), y la Opacidad según norma ISO 2471-1977 (E).

Se midió la reversión de la blancura luego de 1 año de almacenamiento en la oscuridad. Se reportan los valores como puntos de pérdida de blanco.

### 4.3.3 Clasificación de Fibras

La clasificación de las fibras se efectuó en un equipo Bauer Mc Nett, el mismo consta de 4 tanques de unos 12,7 cm de ancho, 32 cm de largo y 35,5 cm de profundidad, los cambios de dirección perimetral de las secciones de los tanques están redondeadas. Cada tanque tiene un agitador y están dispuestos en cascada, tienen mallas de 30, 50, 100 y 150 mesh respectivamente. A la salida del sistema se tiene un tamiz de 270 mesh para retener los finos que abandonan el equipo.

La clasificación dura 20 minutos y se utilizan 10 g de pulpa seca en cada ensayo. Las fracciones no retenidas en los tanques con mallas 30, 50, 100 y 150 se recogen sobre el tamiz de 270 mesh. Las cinco porciones de pulpa se secan en estufa para determinar el porcentaje retenido en cada malla.

### 4.3.4 Grado de Refino de las Pulpas

Todas las pulpas se refinaron a un valor de 60 °SR; las determinaciones se realizaron en un aparato Shopper-Riegler, que consta de una cámara de drenado con una malla metálica, un cono de cierre u obturador conectado a un sistema de cremallera, contrapeso y un embudo montado sobre un soporte.

La descarga de agua se realiza por dos orificios: uno al fondo y otro lateral. El ensayo consiste en colocar una suspensión de 2 g de pulpa seca (0,2 % de consistencia) a 20 °C dentro de la cámara de drenado. Al disparar el obturador el agua drena a través de la malla metálica, saliendo parte de la misma por el orificio del fondo y parte por el orificio lateral, cayendo en una probeta de 1.000 ml, graduada en decilitros en una escala invertida. El °SR se mide en mililitros en la escala correspondiente en la probeta. La norma utilizada es la SCAN M 3-65.

### 4.3.5 Ensayos Físico-Mecánicos

Con las hojas de 60 g/m<sup>2</sup> de cada experiencia se realizaron los ensayos para las determinaciones siguientes:

- ✓ Espesor
- ✓ Gramaje
- ✓ Densidad aparente
- ✓ Permeabilidad al aire
- ✓ Índice de tracción
- ✓ Índice de rasgado
- ✓ Índice de explosión

Antes de los ensayos, las hojas se acondicionaron de acuerdo a la Norma TAPPI T 402 on 93.

#### 4.3.5.1 Gramaje

El gramaje se determinó para cada pulpa, pesando 5 hojas de 200 cm<sup>2</sup> cada una, y multiplicando por 10 este valor. Se expresa en unidades de g/m<sup>2</sup>. La norma utilizada es la TAPPI T 220 sp-96.

#### 4.3.5.2 Espesor

Se determinó sobre una pila de 5 hojas, utilizando un micrómetro (Testing Machines Inc., Model 549 M) de caras planas horizontales, en 10 puntos diferentes. Los valores se leen en el aparato en mili pulgadas. El ensayo se realizó de acuerdo a la Norma TAPPI T 220 sp-96.

#### 4.3.5.3 Densidad Aparente

Se determinó con los datos de espesor y el gramaje de las hojas. Se define como el cociente entre el gramaje (en  $\text{g/m}^2$ ) y el espesor (en mm.). Se expresa en unidades de  $\text{g/m}^3$ . Se utilizó la Norma TAPPI T 220 sp 96.

#### 4.3.5.4 Permeabilidad al aire

El equipo utilizado para esta determinación (Genuine Gurley, 4320 Automatic Digital Timer), mide el tiempo necesario, con una precisión de 0,1 seg, para que 100 mL de aire atraviesen una sección circular de  $6,4 \text{ cm}^2$  del papel preparado con las distintas pulpas. La presión del aire es proporcionada por un doble cilindro con sello hidráulico. Posee sensores que registran el movimiento del cilindro y activan el cronómetro, midiendo la cantidad de aire que pasa (100 mL), y, además, desactivan el cronómetro.

Se realizan 10 lecturas por pulpa ensayada. La relación entre permeabilidad de aire (P), en micrómetros por pascal segundos (referidos a una densidad de aire a 1,22 kPa.) y tiempo de permeación (t), en segundos por 100 mL de desplazamiento del cilindro es:  $P = 135,5/t$ . La norma utilizada es la TAPPI T 460 on 96.

#### 4.3.5.5 Resistencia a la Tracción

Se mide la fuerza necesaria para romper una probeta de papel de 15 mm de ancho y 100 mm de longitud (TAPPI T 220 sp 96). El equipo utilizado es del tipo de elongación constante (Tensile and Compression Testing Machine, Models Dy 32, Adamel Lhomargy). La medida se expresa como carga (en N) por unidad de ancho de la probeta (en m).

Dividiendo el valor de resistencia a la tracción por el gramaje se obtiene el Índice de Tracción, siendo las unidades Nm/g. La norma utilizada es la TAPPI T 494 on 88.

#### 4.3.5.6 Resistencia a la Explosión

Se determinan los valores de explosión usando el equipo Mullen Tester, B. F. Perkins. La hoja se coloca sobre un diafragma de goma circular de 30,5 mm de diámetro, éste se deforma por la acción de la presión de glicerina que se aplica a una velocidad determinada. Esta presión se transmite a la hoja hasta que la rompe. La máxima presión a la que se rompe la hoja de papel (medida en kPa) es la resistencia a la explosión.

El Índice de explosión se obtiene dividiendo el valor de resistencia (en kPa) por el gramaje. Se expresa en  $\text{kPa m}^2/\text{g}$ .

Para cada una de las pulpas se realizaron 16 determinaciones (2 por cada hoja). La norma empleada para este ensayo es la TAPPI T 403 om 91.

#### 4.3.5.7 Resistencia al Rasgado

Se basa en la evaluación del trabajo realizado por un péndulo para rasgar una hoja a través de una distancia específica (43 mm), después de haber hecho un corte inicial. El equipo informa el valor de la propiedad en mN, ya que convierte este trabajo en una fuerza al dividir el mismo por la distancia total desgarrada. Se determinó en un equipo Digi-Tear ME 1653 E. Se efectuaron 5 ensayos para cada una de las 11 pulpas.

El índice de rasgado se obtiene dividiendo el valor de la fuerza (en mN) por el gramaje, siendo sus unidades  $\text{mNm}^2/\text{g}$ . La norma utilizada es la TAPPI T 414 om 88.

### 4.4 RESULTADOS

Los valores obtenidos en los ensayos de las propiedades de cada una de las pulpas fueron analizados con la ayuda de un programa estadístico de computación.

En la Tabla 4.3 se presentan los reactivos residuales y propiedades ópticas de las pulpas.

El resto de las propiedades físicas y físico-mecánicas se pueden observar en la Tabla 4.4, y en la Tabla 4.5 se muestran los coeficientes de regresión del diseño CCD para cada una de las propiedades. Las Figuras 4.1 a 4.8 muestran las superficies de respuesta para las propiedades más importantes.

**Tabla 4.3: Residuales de reactivos y propiedades ópticas de las pulpas**

Experiencia N°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
%NaOH (A)	3	5	3	5	2,6	5,4	4	4	4	4	4	-
%H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (B)	3	3	5	5	4	4	2,6	5,4	4	4	4	-
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> r ( % b.m.s.)	0,2	0,0	0,9	0,1	0,5	0,0	0,0	0,5	0,1	0,3	0,3	-
NaOHr ( % b.m.s.)	0,2	1,0	0,2	1,1	0,1	1,8	0,6	0,4	0,3	0,5	0,4	-
Blancura ( %ISO)	57,7	54,7	59,7	56,7	64,9	55,4	59,3	60,4	61,5	60,4	62,0	46,6
Opacidad ( %)	99,3	98,6	99,2	96,6	98,8	98,6	99,0	99,4	99,6	99,2	98,8	99,8
Coef. dispersión luz (m <sup>2</sup> /kg)	56,3	51,6	57,0	46,7	55,9	42,0	55,9	57,9	57,5	53,7	53,1	66,2
b*	11,1	12,1	11,0	12,1	10,0	12,6	11,4	10,5	10,8	10,4	10,6	12,6
Pérdida de blancura (a)	4,0	2,7	5,4	4,7	5,5	1,9	2,7	4,0	3,6	4,4	3,6	5,4

(a) puntos de blancura perdidos luego de 1 año de almacenamiento en la oscuridad.

Tabla 4.4: Propiedades físico-mecánicas y ópticas de las pulpas a 60 °SR

Exp.Nº	Bulk (cm <sup>3</sup> /g)	I.E. (kPa.m <sup>2</sup> /g)	I.T. (Nm/g)	I.R. (mNm <sup>2</sup> /g)	Perm. (um/Pa.s)	Opacidad (%)	R30 (%)	P270 (%)	TEA (J/m <sup>2</sup> )
1	2,66	0,528	14,86	1,58	26,85	99,31	17,2	16,2	5,83
2	2,65	1,183	26,14	2,85	9,99	98,65	39,2	13,0	15,26
3	2,87	0,602	16,43	1,75	24,62	99,21	9,6	9,8	6,85
4	--	1,479	31,63	4,11	6,99	96,65	42,0	14,3	20,85
5	2,94	0,435	13,22	1,53	35,04	98,79	13,6	15,8	4,56
6	2,57	1,481	33,48	3,74	8,89	98,56	17,7	14,7	26,06
7	2,87	0,879	21,61	2,54	14,76	99,01	30,2	12,2	10,51
8	2,74	0,824	20,94	2,06	11,51	99,37	20,0	13,5	11,60
9	2,73	0,855	20,53	2,41	11,92	99,63	8,3	16,2	10,20
10	2,84	0,816	19,65	2,12	19,84	99,16	34,5	11,3	9,73
11	3,00	0,954	21,50	2,79	15,66	98,82	10,7	1°6	13,42
12	2,71	0,359	9,62	1,31	26,86	99,79	-	-	-

Tabla 4.5: Coeficientes de Regresión (solo se consignan las propiedades que presentan un ajuste significativo)

	Constante	% NaOH ( A )	% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ( B )	AB	AA	BB	R <sup>2</sup>
Blancura	61,3	--	2,9	2,05	- 2,7	0,87	0,96
Coefficiente dispersión luz	55,6	-4,3	--	--	-3,2	--	0,86
Pérdida de blancura	3,6	-1,2	0,35	-0,5	--	--	0,98
b*	10,6	0,54	--	--	0,61	0,38	0,98
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> r	0,29	- 0,19	0,18	- 0,13	--	--	0,96
NaOHR	0,44	0,54	--	--	0,26	--	0,96
Volumen específico	2,77	- 0,12	--	--	--	--	0,83
I.E.	0,90	0,38	0,09	--	--	--	0,97
I.T.	21,8	6,89	--	--	--	--	0,93
I.R.	2,54	0,84	--	--	--	--	0,84
Permeabilidad	14,45	- 8,93	--	--	3,40	--	0,93
TEA	6,78	4,21	--	--	1,20	--	0,92
R30	9,5	13,1	--	--	10,7	7,5	0,93

## 4.5. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 4.5.1. Reactivos Residuales y Propiedades Ópticas

Es necesario conocer la variación durante el pulpado, de la cantidad de peróxido de hidrógeno, en principio para mantener una relación entre la cantidad de peróxido de hidrógeno e hidróxido de sodio aproximadamente igual a 1 y segundo porque el blanqueo y desarrollo de resistencia de la pulpa debe proseguir durante la refinación primaria.

Se observa en la Tabla 4.3 que en las experiencias 2, 6 y 7 (realizadas con elevada carga de álcali), el residual de peróxido fue nulo. Esto tiene como consecuencia el amarillamiento alcalino de la pulpa, lo que indica que la relación álcali:peróxido fue superior a lo aceptable para estos niveles de  $H_2O_2$ .

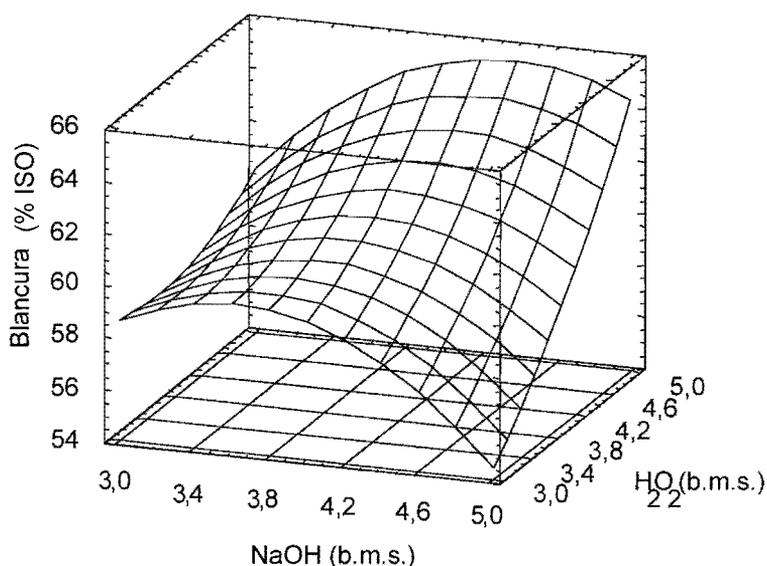


FIG. 4.1: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA BLANCURA

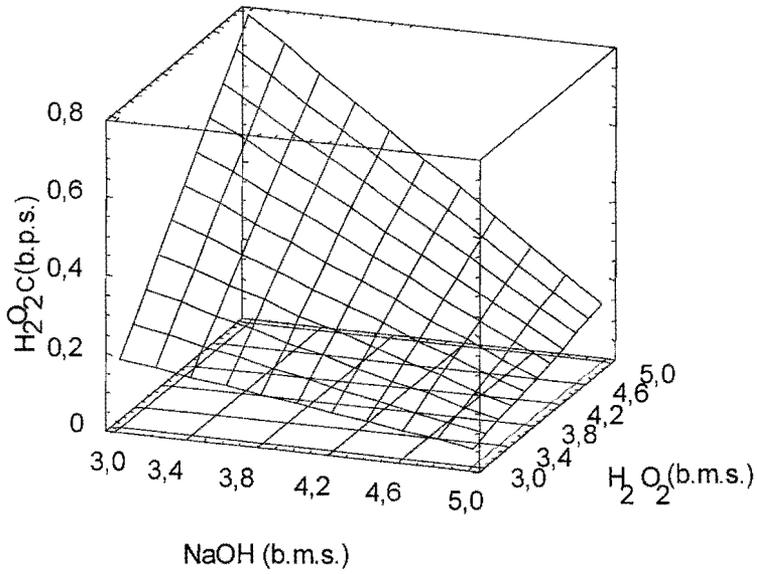


FIG. 4.2: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL PERÓXIDO DE HIDRÓGENO RESIDUAL

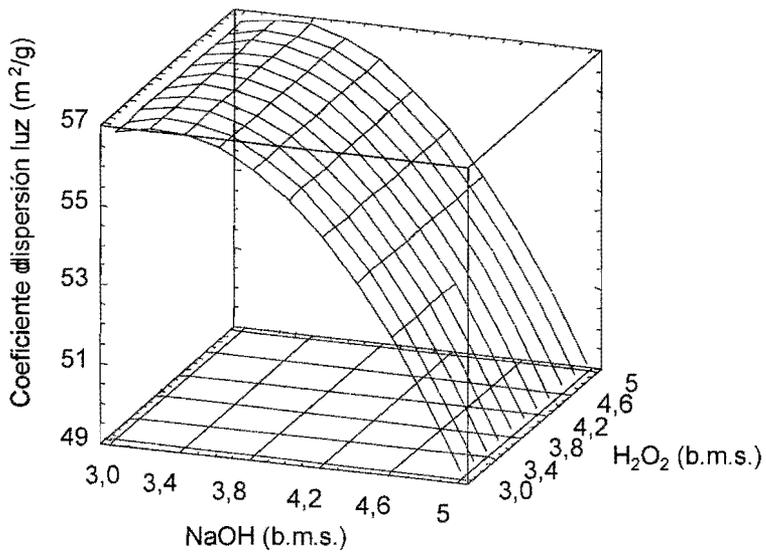
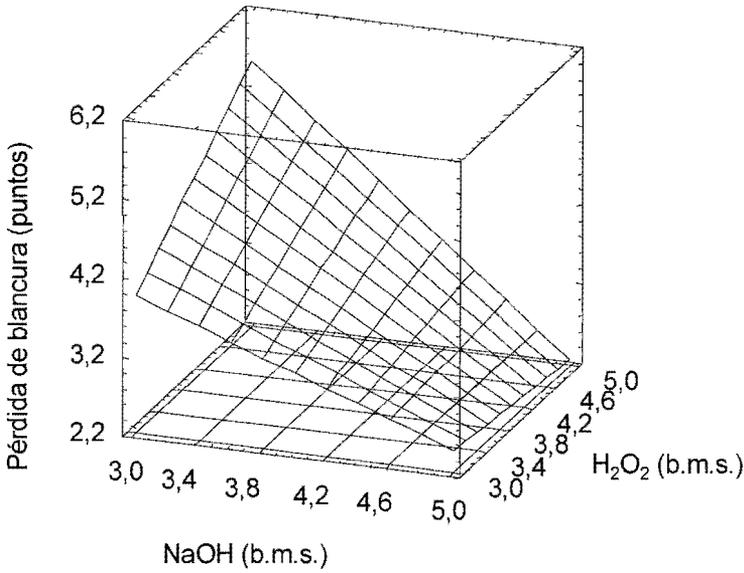


FIG. 4.3: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL COEFICIENTE DE DISPERSIÓN DE LA LUZ



**FIG. 4.4: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA LA PÉRDIDA DE BLANCURA**

En ningún caso se lograron los valores obtenidos con eucaliptos de 6 años (blancura: 66 % ISO y  $b^*$ : 9). El valor máximo experimental obtenido para blancura corresponde a una aplicación de reactivos de 2,6 % de hidróxido de sodio y 4,0 % de peróxido de hidrógeno (0,65:1), con una ganancia del 39 % sobre la pulpa de referencia (18,3 % ISO de diferencia) y un  $b^*$  de 10. A estos niveles de álcali, la ganancia en la resistencia a la tracción fue baja (37,42 % sobre la pulpa de referencia, ver Tabla 4.4).

Se observa en la Figura 4.1 la influencia de la combinación de las cargas de peróxido de hidrógeno y de hidróxido de sodio. La mayor ganancia de blancura se obtiene, como era de esperar, con la mayor carga de peróxido. Mientras que a bajos niveles del peróxido la blancura disminuye al aumentar la alcalinidad del medio, la disminución es mucho menos notoria al aplicar una carga elevada de este reactivo.

Con una aplicación de  $H_2O_2$  de 3 % b.m.s., la relación álcali:peróxido no puede ser mayor que 1,25:1. A cargas de álcali mayores, predomina el

efecto de amarillamiento alcalino. La ganancia de blanco en estas condiciones es de aproximadamente 14 % ISO. Este valor es muy inferior al reportado por Bohn y Sferrazza (13) cuando presentaron el proceso APMP (85 % ISO de brightness con aproximadamente 4 % de  $H_2O_2$  con álamo).

Sin embargo, otros autores reportan blancuras similares a las alcanzadas en este trabajo con eucaliptos de la zona (33). Aunque no especifican la edad, es muy probable que se trate de árboles de alrededor de 6 años. En este caso demuestran que pueden alcanzarse blancuras del orden de 89 % ISO, pero incorporando una etapa de blanqueo. Las resistencias físicas que obtienen son bastante superiores a las de este trabajo, pero aplicando cargas de álcali mucho más elevadas. En nuestro caso, las características de opacidad y la dispersión de la luz son más elevadas, indicando el efecto de la menor carga química.

Las blancuras obtenidas en este trabajo son similares a las conseguidas al aplicar APTMP (32), (ganancia de 20 puntos con 3,2 % de peróxido en 2 etapas).

El valor máximo teórico de blancura (según la Figura 4.1) se obtendría con 5 % de peróxido de hidrógeno y 3,8 % aproximadamente de NaOH. Esto corresponde a una relación álcali:peróxido de 0,75:1. A partir de ese punto, la blancura comienza a disminuir con la carga de NaOH. La ganancia de blanco es en estas condiciones de aproximadamente 20 puntos.

La Figura 4.2 nos indica que la cantidad de peróxido de hidrógeno residual fue máxima cuando se utilizó mayor cantidad de peróxido (5 % b.m.s.) y menor de hidróxido de sodio (3 % b.m.s.) iniciales, aumentando con el aumento de la cantidad de peróxido y disminuyendo con la cantidad de hidróxido de sodio iniciales. Es notable el efecto de la interacción entre ambos factores: cuando la tasa de hidróxido de sodio es elevada, aunque se aumente el nivel de peróxido, su residual es prácticamente nulo. Esto es indicio del importante nivel de descomposición de este reactivo en condiciones fuertemente alcalinas.

El coeficiente de dispersión de la luz varía en forma cuadrática con la carga de NaOH (Tabla 4.3, Figura 4.3). Esto es, se mantiene en su valor máximo hasta una carga de soda de aproximadamente 3,5 y luego disminuye abruptamente.

Los menores valores del parámetro de color  $b^*$  (indicador de la tonalidad amarilla de las pulpas) se obtienen con una carga intermedia de peróxido (4 %) y baja carga de soda (3,4 %), lo que implica una relación álcali:peróxido de 0,85.

El comportamiento de la reversión, o pérdida, de la blancura es similar al del peróxido residual (Figuras 4.2 y 4.4). Cuando la carga de hidróxido de sodio aplicada es elevada, la reversión es mínima. A niveles bajos de NaOH la pérdida de blancura es mayor al aumentar el peróxido aplicado. La disminución de blancura de la pulpa sin tratamiento es notable.

#### 4.5.2 Bulk (Volumen Específico)

Ninguno de los factores estudiados ni sus interacciones tienen significación en esta propiedad.

#### 4.5.3 Permeabilidad al aire

Los coeficientes de regresión (Tabla 4.5) indican que ambas variables inciden negativamente, indicando el cerramiento de la trama con el aumento de la carga química.

#### 4.5.4 Resistencias Físico-Mecánicas

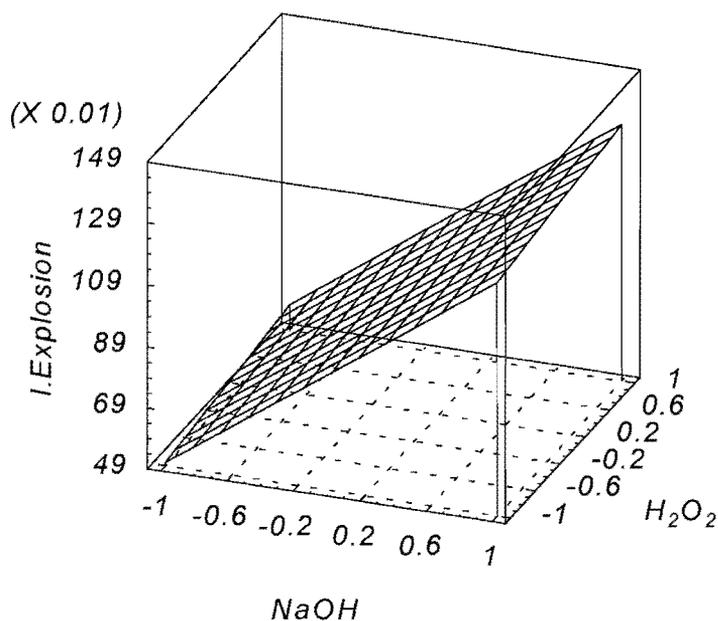
Las resistencias mecánicas de las pulpas fueron, en general, inferiores a las reportadas en la bibliografía. Esto es debido, en principio, a que las pulpas fueron poco refinadas (60 °SR). Por otra parte, la acción mecánica se realizó en un molino de baja potencia (escala laboratorio) con el que no puede trabajarse a consistencias elevadas. El aumento consecuente

del contacto metal-madera produce mucha rotura de fibras. Sin embargo, los resultados son válidos si se los presenta en forma comparativa.

Los coeficientes de regresión correspondientes a las resistencias físicas (Tabla 4.5) evidencian que el factor más significativo sobre estas respuestas es la cantidad de hidróxido de sodio aplicada (aumento de los enlaces o *bonding*), mientras que el peróxido de hidrógeno inicial presenta escasa influencia.

#### 4.5.4.1 Explosión

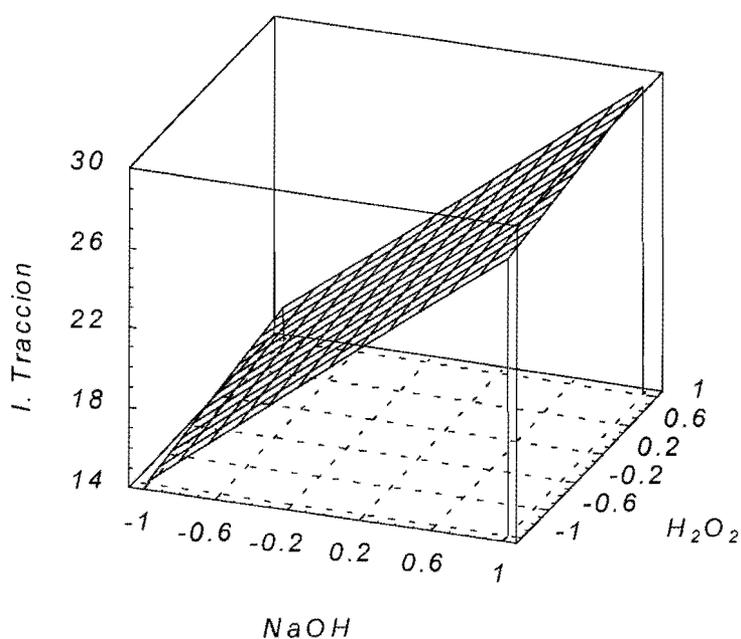
La superficie de respuesta para la resistencia a la explosión, Fig. 4.5, muestra la influencia de la carga de soda sobre esta propiedad.



**FIG. 4.5: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE EXPLOSIÓN**

#### 4.5.4.2 Tracción

Nuevamente el factor más significativo es la cantidad de hidróxido de sodio, siendo la influencia de la cantidad de peróxido de hidrógeno no significativa. La tracción tiene valores máximos para la máxima cantidad de hidróxido de sodio y de peróxido de hidrógeno iniciales. La Figura 4.6 muestra la superficie de respuesta para esta propiedad.



**FIG. 4.6: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE TRACCIÓN**

#### 4.5.4.3 Rasgado

La superficie de respuesta de la Figura 4.7 indica que el rasgado aumenta con la concentración de hidróxido de sodio

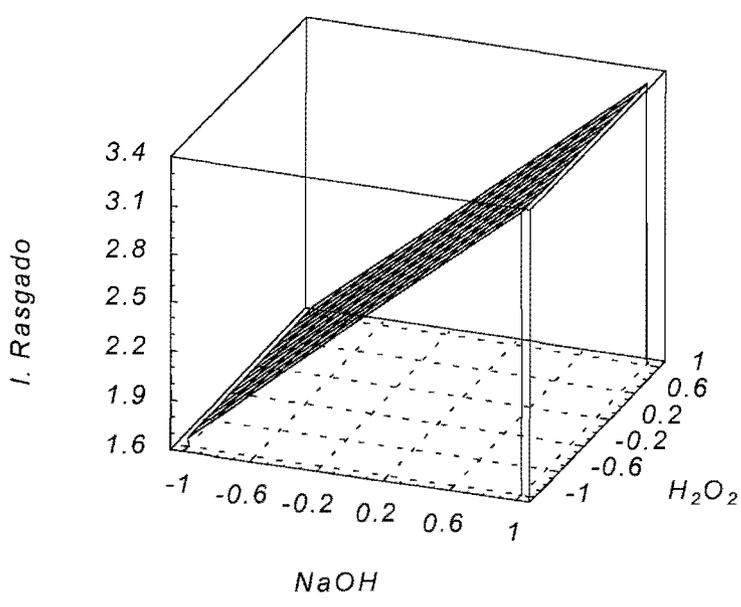


FIG. 4.7: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL ÍNDICE DE RASGADO

#### 4.5.4.4 TEA

Los coeficientes de regresión para esta propiedad, indican que la cantidad de hidróxido de sodio tiene influencia significativa sobre la misma, con un leve efecto cuadrático, lo que se ve asimismo en la superficie de respuesta, Figura 4.8.

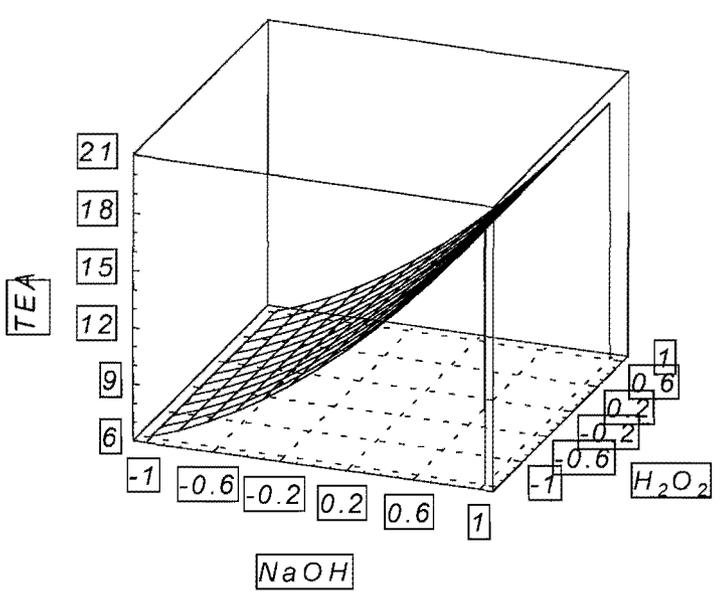


FIG.4.8: SUPERFICIE DE RESPUESTA PARA EL TEA

## CAPITULO 5

### CONCLUSIONES

El objetivo del trabajo realizado se basó en la determinación de las mejores condiciones de pulpado de *Eucalyptus grandis* de 15 años de edad de la Región, utilizando el proceso al Peróxido Alcalino. Para poder realizar las experiencias de pulpado con este proceso, se debió construir en la Planta Piloto del PROCYP, una prensa con su sistema de impregnación, y un equipo para la vaporización y difusión de los chips.

Las conclusiones que pueden extraerse del trabajo se detallan a continuación.

El reemplazo de la preimpregnación tradicional con vapor por una etapa con agua caliente produjo beneficios en el tratamiento posterior.

La simulación realizada del proceso Scott mostró mayor eficiencia en el pulpado con peróxido alcalino de *Eucalyptus grandis* de 6 años con respecto a la blancura.

Al aplicar el mismo proceso a *Eucalyptus grandis* de 15 años, en ningún caso se lograron los valores obtenidos con eucaliptos de 6 años (blancura: 66 % ISO y  $b^*$ : 9). El valor máximo experimental obtenido para blancura correspondió a una aplicación de reactivos de 2,6 % de hidróxido de sodio y 4,0 % de peróxido de hidrógeno (0,65:1), con una ganancia del 39 % sobre la pulpa de referencia (18,3 % ISO de diferencia) y un  $b^*$  de 10.

La blancura final no dependió únicamente de la cantidad de peróxido de sodio aplicada, sino también de la relación álcali:peróxido para cada nivel de aplicación.

A bajos niveles de peróxido la blancura disminuyó al aumentar la alcalinidad del medio. Con una aplicación de  $H_2O_2$  de 3 % b.m.s., la relación

álcali:peróxido no puede ser mayor que 1,25:1. A cargas de álcali mayores, predominó el efecto de amarillamiento alcalino. La ganancia de blanco es en estas condiciones de aproximadamente 14 puntos.

El valor máximo de blancura se obtendría teóricamente con la mayor carga de peróxido de hidrógeno. Para 5 % de  $H_2O_2$  la relación álcali:peróxido debiera ser de 0,75:1. En estas condiciones, la ganancia de blanco sería de aproximadamente 20 puntos.

La ganancia de blancura lograda con respecto al ensayo de control en las cercanías de las condiciones óptimas es de alrededor de 20 puntos (20 % ISO de diferencia).

En las experiencias realizadas con una elevada carga alcalina, las resistencias de las pulpas aumentaron en forma importante (del orden de 300 a 700 % sobre el valor original para el TEA).

Los valores de las propiedades físico-mecánicas y ópticas obtenidos, comparados con los valores reportados en la bibliografía son en general inferiores. Esto se debe a la edad de los árboles, al mecanismo diferente de desestructuración del material (prensa-impregnador de laboratorio vs. Impressafiner) y a la escala del equipamiento utilizado con respecto al industrial (refinadores, etc.).

El trabajo demostró que es posible obtener una pulpa de calidad medianamente aceptable mediante un pulpado al peróxido alcalino de *Eucalyptus grandis* de 15 años de edad, sobre todo en cuanto a sus propiedades ópticas. Esto es, una ganancia de aproximadamente 20 puntos de blancura, con un consumo de reactivos algo superior al correspondiente a los árboles más jóvenes.

## CAPITULO 6

### BIBLIOGRAFÍA

1. Harris, G., Sharman, P, "The Globalization of High Yield Pulping", NLK Article, March 1994.
2. Karenlampi, P. "Spruce Wood Fiber Properties and Mechanical Pulps", Paperi ja Puu, Vol 74, No. 8, pg. 650-664, 1992.
3. Seth, R. S. "Fiber Quality Factors in Papermaking II - The Importance of Fiber Coarseness", Materials Research Society 1990 Symposium Proceedings, Vol. 197, pg. 143, Pittsburgh, Pennsylvania, 1990.
4. Harris, G. "Comparison of Northern Softwood and Southern Pine Fiber Characteristics for Goundwood Publication Papers", Tappi Journal, Vol. 76, No. 6, pg. 55-61, 1993.
5. Murton, K. D., Corson, S. R. "Thinnings and Toplogs Differ for TMP Manufacture", Appita, Vol. 45, No. 5, pg.327, September 1992.
6. Corson, S. R. "Influence of Wood Quality Characteristics on TMP and RMP from New Zealand Gown Radiata Pine", Appita, Vol. 37, No. 5, pg. 400, March 1984.
7. Veal, M. A., Marrs, G. R., Jackson, M. "Control Over the Quality of Loblolly Pine Chips, Tappi Journal, Vol. 70, No. 1, pg. 51, January 1987.
8. Karnis,A., "The Mechanism of Fibre Development in Mechanical Pulping", International Mechanical Pulping Conference Proceedings, pg. 268-293, Oslo, 1993.
9. Karenlampi, P., 1991 Tappi Pulping Conference Proceedings, Tappi Press, Atlanta, p.361, 1991.

10. Koch, P., Utilization of Southern Pines, vol. 1, U.S: Department of Agriculture Forest Service. Agriculture Handbook 420, p. 130.
11. Fergus, B., Lignin Distribution and Delignification of Xylen Tissue Ph. D. Thesis, McGill University, Montreal, Canada, 1968.
12. Sferrazza, M.J. , Bohn, W. , Santini, J., 1991 International Mechanical Pulping Conference preprints, Tappi Press, Atlanta, p. 165, 1991.
13. Bohn, W.L., CPPA 1990 Annual Meeting Preprints, CPPA, p. B109, Montreal, 1990.
14. Gentile, V., Tschirner, U., Wilder, H. D., 1991 Mechanical Pulping Conference Preprints, Tappi Press, Atlanta, p.188, 1991.
15. Sabourin, M. J., Presley, J. R., 1992 Pulping Conference Preprints, Tappi Press, Atlanta, p. 1135, 1992.
16. Stevenson, S. "Alkaline peroxide pulp is a success story for Millar Western Pulp Ltd.", Pulp & Paper. Canada, 1990.
17. Beatty, J., "Development of Alkaline Peroxide CM Pulp" Lake States. Tappi Meeting, February 12, 1985.
18. Sferrerraza, M., et al, "Alkaline Peroxide Treatment of Southern Pine TMP Rejects", 1988 Tappi. Pulping Conference Preprints, p. 617-630, 1988.
19. Cort, C. J., Bohn, W. L." Alkaline peroxide mechanical pulping of hardwoods ", Tappi Journal, Vol.74, n°5, 79-84, June 1991.
20. Gentile, V. M., Tschirner, V., Wilder, H. D. "Fiber Technology, Scott Paper Co.", Scott Plaza, Philadelphia, PA 19113. International Mechanical Pulping Conference, 209, 1991.
21. de Choudens, C., Angelier, R., Combette, Ph., ATIP 38, 8, 405, 1984.
22. Kurdin, J. A., Southern Pulp and Paper, 45, Mars 1985.

23. Kurdin, J. A., Bohn W. L., Preprints Tappi Pulping Conference. 265, 12-14 November, San Francisco, 1984.
24. de Choudens, C., Preprints 38<sup>ème</sup> Congès ATIP, Grenoble, 5-6 novembre, 1985.
25. de Choudens, C., Angelier R., Lombardo G., ATIP 41, 2, 63, 1987.
26. de Choudens, C., Angelier, R., Preprints 4<sup>th</sup> International Symposium on Wood and Pulping Chemistry, 1, 37, Paris, 27-30 avril 1987.
27. Kurdin, J. A., Tantaló, L., Preprints 1987 International Mechanical Pulping Conference, 105, Vancouver, 2-5 Juin 1987.
28. de Choudens, C., Angelier R., Preprints 1987 International Mechanical Pulping Conference, 111, Vancouver 2-5 Juin 1987.
29. de Choudens, C., Angelier, R., Devic, M., Kervennal, J., Preprints 1989. International Mechanical Pulping Conference, Helsinki 6-8 Juin, 1989.
30. Isemberg, I. H. "Pulpwoods of the United States ND Canada", 3ra. Ed., Inst. Paper Chem., 1981.
31. FAO Forestry Paper Report No. 19/1 & 19/2, "Pulp and Papermaking properties of Fast- Growing Plantation Species", Rome, 1980.
32. Heinburger, S., Quick, T., Sabourin, M., Tremblay, S., and Show, G., Pulping Conference Tappi Journal, vol. 79. No. 8, 1993.
33. Xu, E. C., Sabourin, M. J., Cort, J. B., "Evaluation of APMP [Alkaline-Peroxide Mechanical Pulp] and BCTMP Processes for Market Pulp Properties from South American Eucalyptus Species", 1996 Pulping Conference: Proceedings (TAPPI): 705-718, October 27, (1996).