

LUCIANO SABIONI

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA FIBRA DE EUCALIPTO REFINADA  
POR ULTRASSOM NO PROCESSO DE RECICLAGEM**

Dissertação apresentada à  
Universidade Federal de Viçosa, como  
parte das exigências do Programa de Pós-  
Graduação do Mestrado Profissional em  
Tecnologia de Celulose e Papel, para  
obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA  
MINAS GERAIS – BRASIL  
2011

LUCIANO SABIONI

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA FIBRA DE EUCALIPTO REFINADA  
POR ULTRASSOM NO PROCESSO DE RECICLAGEM**

Dissertação apresentada à  
Universidade Federal de Viçosa, como  
parte das exigências do Programa de Pós-  
Graduação do Mestrado Profissional em  
Tecnologia de Celulose e Papel, para  
obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 01 de julho de 2011.

---

Prof. José Lívio Gomide

---

Teresa Cristina Fonseca da Silva

---

Prof. Rubens Chaves de Oliveira  
Orientador

## **AGRADECIMENTOS**

Ao professor Rubens Chaves de Oliveira, pela oportunidade de crescimento profissional, pela orientação ao longo desse trabalho e pela amizade.

Aos professores Cláudio Mudado Silva e Jorge Luiz Colodette pela co-orientação ao longo desse trabalho.

Ao professor José Lívio Gomide e aos funcionários, estagiários, alunos do Laboratório de Celulose e Papel – DEF / UFV.

À Universidade Federal de Viçosa pelo apoio concedido.

Agradeço ao meu exemplo de vida, minha mãe, pois me ensinou a nunca desistir e que nada é inatingível.

A minha esposa Rafaela, e aos meus filhos Ana Luísa e Luciano pelas minhas ausências necessárias e pela força contundente.

Aos meus irmãos, que sempre me apoiaram incondicionalmente.

E finalmente a Deus por tudo.

## **BIOGRAFIA**

Luciano Sabioni, filho de Antonio Sabioni e Benvinda dos Santos Sabioni, nasceu em 15 de março de 1959, em Visconde do Rio Branco, estado de Minas Gerais.

Cursou o ensino fundamental na Escola Municipal Padre Antonio Correa, na cidade de Visconde do Rio Branco e cursou o ensino médio no Colégio Universitário da Universidade Federal de Viçosa, na cidade de Viçosa.

Em 1978, ingressou no curso de Engenharia Florestal na Universidade Federal de Viçosa. Concluiu a graduação em Engenharia Florestal em 1981. É técnico de nível superior da Universidade Federal de Viçosa atuando na área de Tecnologia de Celulose e Papel desde 1992.

Em março de 2009 ingressou no programa de Mestrado Profissionalizante em Tecnologia de Celulose e Papel da Universidade Federal de Viçosa.

## ÍNDICE

LISTA DE ABREVIATURAS.....	v
LISTA DE QUADROS.....	vi
LISTA DE FIGURAS .....	vii
RESUMO .....	ix
ABSTRACT .....	xi
1. INTRODUÇÃO .....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	2
3. OBJETIVOS.....	6
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	6
4.1 Material .....	6
4.2. Procedimentos experimentais e analíticos.....	7
4.2.1. Refino ultrassônico .....	7
4.2.2. Refino em PFI.....	8
4.2.3. Análise do material fibroso .....	9
4.2.4. Avaliação da refinabilidade dos tratamentos.....	9
4.3. Análise estatística .....	10
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	10
5.1. Qualidade da polpa celulósica. ....	10
5.1.1. Conteúdo de inorgânicos na polpa.....	10
5.1.2. Conteúdo de finos na polpa .....	11
5.1.3. Propriedades absorventes da polpa .....	12
5.1.4. Conteúdo de carboidratos da polpa.....	14
5.2. Refinabilidade e Propriedades físico-mecânicas das polpas pelos dois tratamentos avaliados .....	15
5.2.1. Refinabilidade.....	15
5.2.2. Índice de rasgo.....	17
5.2.3. Índice de tração.....	18
5.2.4. Módulo de elasticidade .....	19
5.2.5. Índice de arrebentamento .....	20
5.2.6. Resistência à passagem de ar.....	21
5.2.7. Volume específico aparente (VEA).....	22
6. CONCLUSÃO.....	23
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	24
APÊNDICE .....	28

## LISTA DE ABREVIATURAS

**CPPA** – Canadian Pulp & Paper Technical Association

**g** – grama

**IRA** – Índice de retenção de água

**kPa** – Quilopascal

**kHz** – Quilohertz

**mm** – milímetro

**MOE** – Modulo de elasticidade específico

**MWh** – Mega Watts por hora

**W** - Watts

**°C** – Graus Celsius

**°SR** – Grau Schopper Riegler

**pH** – potencial hidrogeniônico

**SCAN** – Scandinavian pulp, paper and board testing committee

**TAPPI** – Technical Association of the Pulp and Paper Industry

**TEA** – Energia absorvida na tração

**VEA** – Volume específico aparente

**W** – Watts

**Wh** – Watts por hora

## LISTA DE QUADROS

1. Procedimentos analíticos utilizados para análise da refinabilidade e resistência físico-mecânica das fibras secundárias ..... 10
2. Sumario dos resultados do índice de retenção de água (IRA) das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem. 13
3. Conteúdos de carboidratos das polpas submetidas ao refino ultrassônico, refino convencional ao longo dos 5 ciclos de reciclagem..... 15

## LISTA DE FIGURAS

<b>1.</b> Consumo de Papel e Taxa de Reciclagem.....	1
<b>2.</b> Fibrilação Interna, arrancamento das camadas (S3) e (S2).....	3
<b>3.</b> Efeitos da refinação nas fibras.....	4
<b>4.</b> Esquema dos processos de cavitação: formação, crescimento e colapso das microbolhas .....	5
<b>5.</b> Ação do ultrassom na superfície da fibra .....	5
<b>6.</b> Equipamento Ultrassônico Virsonic 475.....	7
<b>7.</b> Conteúdo de cinzas nas polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.....	11
<b>8.</b> Conteúdo de finos nas polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.....	12
<b>9.</b> Capilaridade Klemm das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.....	13
<b>10.</b> Índice de enrijecimento das fibras submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.....	14
<b>11.</b> Refinabilidade das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos primeiro ciclo de reciclagem da polpa. Sendo que: 1, 2, 3 e 4 para o refino convencional os números correspondem ao número de revoluções de 0, 400, 800 e 1.200, respectivamente; e para o refino realizado por tratamento ultrassônico os números 1, 2, 3 e 4 correspondem ao tempo de 0, 10, 20 e 30 minutos, respectivamente .....	16
<b>12.</b> Consumo de energia para o refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.....	17
<b>13.</b> Índice de tração das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.....	18
<b>14.</b> Índice de tração das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.....	19
<b>15.</b> Módulo de elasticidade das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.....	20

<b>16.</b> Índice de arrebentamento das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa .....	21
<b>17.</b> Resistência à passagem de ar das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa .....	22
<b>18.</b> Volume específico aparente (VEA) das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa .....	23

## RESUMO

SABIONI, Luciano, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, Julho de 2011. **Estudo do comportamento da fibra de eucalipto refinada por ultrassom no processo de reciclagem.** Orientador: Rubens Chaves de Oliveira. Coorientadores: Jorge Luiz Colodette e Cláudio Mudado Silva.

O objetivo desse estudo foi analisar a viabilidade do refino ultrassônico e seus impactos na refinabilidade e nas propriedades físico-mecânicas durante os ciclos de reciclagem de fibras secundárias. Utilizou-se como matéria prima aparas branqueadas de papéis tipo A4 compostas por fibras de eucalipto que continham inicialmente  $18\pm 0,5\%$  de inorgânicos. Para isto, o refino ultrassônico também foi comparado ao refino convencional realizado em moinho PFI. Observou-se que o refino ultrassônico gerou diferenças em qualidade da polpa, com menor teor de cinzas, menor geração de finos, menor grau de enrijecimento das fibras e maiores valores de capilaridade Klemm, que são desejáveis para papéis de impressão e *tissue*. Quanto à composição química da polpa não foram observadas diferenças significativas entre os dois tipos de refino. Observou-se ainda que refino ultrassônico quando comparado ao convencional com moinho PFI possui aplicabilidade no que diz respeito ao seu potencial de refinabilidade da polpa celulósica, possuindo diferenças em relação ao refino convencional durante os ciclos de reutilização dos papéis, ocasionada pela maior preservação da estrutura da fibra. Isto possibilitou uma menor formação de finos e a estabilização do consumo de energia após o primeiro ciclo de reciclagem. Porém, o refino convencional propicia um maior colapsamento das fibras, o que proporciona um maior número de ligações interfibras, além de possuir também um maior conteúdo de finos na formação dos papéis. Isto faz com que as propriedades físico-mecânicas dependentes destes como índice de tração, resistência à passagem de ar, módulo de elasticidade e índice de arrebentamento, apresentem maiores valores quando comparadas ao refino ultrassônico. Por outro lado, o refino ultrassônico apresentou papéis com maior volume específico aparente (VEA) e maior índice de rasgo, resultados de uma maior preservação da integridade das fibras. Como conclusão desse estudo, tem-se que a adoção ou não do refino ultrassônico se deve levar em consideração o uso final que se dará ao papel, pois para cada uso específico, certas propriedades do papel podem acarretar em fatores limitantes

de seu uso. Mas, contudo foi possível observar que o refino ultrassônico possui aplicabilidade, merecendo mais estudos tecnológicos para torná-lo viável energeticamente e almejado para aplicações industriais.

## ABSTRACT

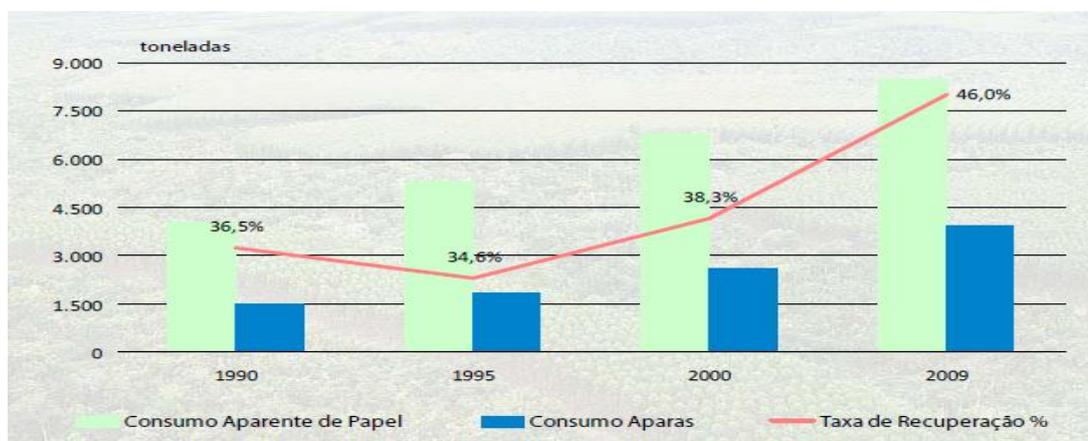
SABIONI, Luciano M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, July, 2011. **Study of behavior of the eucalypt fiber refined by ultrasound in the recycling process.** Adviser: Rubens Chaves de Oliveira. Co-advisers: Jorge Luiz Colodette and Cláudio Mudado Silva.

The goal of this study was to investigate the feasibility of refine by ultrasound and its impact on refinability and in the physical-mechanical properties during cycles of recycling of secondary fibers. It was used as raw material scrap bleached paper type A4 consist of eucalyptus fibers that initially contained  $18\pm 0.5\%$  of inorganic compounds. For this, the ultrasonic refining was also compared to conventional refining performed in PFI mill. It was observed that the ultrasonic refining cause differences in pulp quality with lower ash content, less generation of thin, less hardening of the fibers and higher capillary Klemm, that are desirable for tissue paper and. The chemical compositions of the pulp were not significant differences between the refines studied. It was also noted that refining ultrasound when compared to conventional PFI mill has applicability with respect to the potential of refining pulp, having difference compared to conventional refining during cycles of reuse the paper, caused by greater preservation fiber structure. This allowed a lower formation of fine and stabilization of energy consumption after the first cycle of recycling. However, the conventional refine provides a major collapse of the fibers, providing a largest number of bonds between the fibers, and also have a higher content of fines in the formation of handsheets. The physical and mechanical properties dependent on these as tensile index, air passage resistance, specific elastic modulus and burst index showed higher values when compared to refine by ultrasonic. Moreover, refining with ultrasound showed better bulk and higher tear index, results in a greater preservation of the integrity of the fibers in the paper formation. In conclusion of this study, we have that the adoption or not of ultrasonic refining should consider the use that will give the paper, because for each specific use, certain properties of the paper can cause a limiting factor for its use. But, however we could observe that refining has ultrasonic applicability and merit further study to become more energetically feasible, and desired for industrial applications.

## 1. INTRODUÇÃO

O evidente potencial de desenvolvimento do setor papelero no Brasil leva a acreditar na possibilidade de que o País venha a se tornar, em breve, uma referência mundial no assunto. Atualmente, estão plantados em solo brasileiro 2,2 milhões de hectares de Pinus e Eucaliptos, e o País é o maior produtor de celulose de fibra curta de Eucalipto do mundo sendo o 9º na fabricação de papel (BRACELPA, 2010). Para atender a um mercado consumidor exigente por produtos de alta qualidade e a menor preço, é preciso conhecer e criar alternativas para as matérias-primas e os processos de produção.

Nesse contexto, a indústria de fibras secundárias (fibras recicladas ou papéis reciclados) vem contribuindo cada vez mais com o setor papelero possibilitando que este ganhe cada vez um maior mercado. No Brasil, a taxa de recuperação ou reciclagem de papel é de aproximadamente 46% (Figura 1) e cresceu 33% de 1995 a 2009 (BRACELPA, 2010).



**Figura 1.** Consumo de Papel e Taxa de Reciclagem (BRACELPA, 2010).

O sucesso da atividade de reciclagem de papel se deve muito aos constantes investimentos em pesquisa que resultaram em novas tecnologias. Isto permitiu avanços na economia de produtos químicos, na energia do processo de produção do papel e no desenvolvimento da qualidade do papel reciclado, propiciando a este grande aceitação no mercado consumidor de papéis.

Quando as fibras são submetidas ao processo de fabricação de papel, ocorrem modificações na estrutura fibrilar. As que passam pelo processo de reciclagem são

comumente denominadas de fibras secundárias. As perdas da qualidade das fibras recicladas como matéria-prima para a produção de papéis, que são recuperadas com ação de refino, são decorrentes de transformações físicas e químicas na parede celular destas, interferindo na capacidade de formação de ligações interfibrilares.

Nesse sentido, o tratamento ultrassônico surge como uma opção para ser utilizada em operação conjunta, ou a vir substituir o refino mecânico de aparas, por possuir um efeito similar ao refino mecânico no tocante às modificações almejadas na estrutura das fibras. Sua utilização pode ser interessante, e por permitir alterar as propriedades do papel de forma mais seletiva, minimizando, ou até mesmo eliminando, alguns efeitos negativos observados quando é realizado o refino mecânico convencional (MANFREDI, 2010). Sendo assim, o uso da ultrassonificação pode resultar em excelentes condições operacionais de qualidade do produto final, quando comparada ao uso do refino mecânico tradicional.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Efeito da Reciclagem**

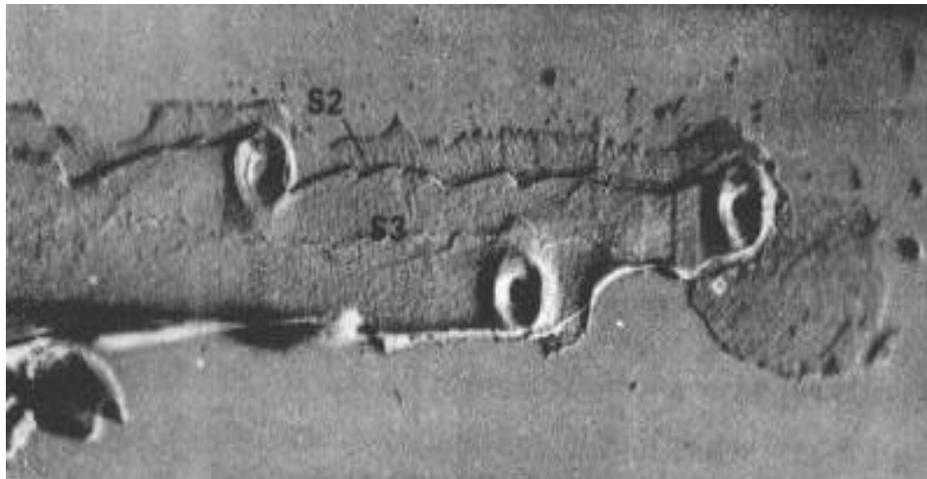
A reciclabilidade das fibras é afetada por várias operações do processo que causam transformações na estrutura da fibra, como as operações do refino inicial, a prensagem úmida, a secagem e a calandragem do papel (HOWAD, 1991). Varias são as teorias sobre os fatores de produção responsáveis por essas alterações. Para Bobalek *et al.* (1989), atribuem tais mudanças totalmente aos efeitos da secagem, enquanto, Howarth *et al.* (1983) atribuem que estas ocorrências são predominantemente intensificadas na fase de secagem do papel quando a razão fibra/água atinge valor próximo a um.

Para Cardwell *et al.*(1977), Van Wyk *et al.*(1982), nos primeiros ciclos de reutilização do papel observa-se as maiores perdas em suas propriedades, tendendo a se estabilizar ao 4º ciclo. Porém, as fibras recicladas, mesmo sobre estas circunstâncias, oferecem ainda grande potencial para recuperação de suas propriedades. As principais conseqüências ocorridas nas fibras secundárias e nos papéis que as diferenciam das fibras primárias (virgens) são: queda do freeness; redução do comprimento médio da fibra; redução das propriedades de resistência do papel; aumento da opacidade dos papéis; menor capacidade de estabelecer ligações; menor capacidade de hidratação das

fibras; menor flexibilidade das fibras; menor capacidade de reter água e redução de fibrilação (SPANGERBERG, 1993). Para minimizar partes desses efeitos, uma estratégia muito utilizada é refinar as fibras secundárias (MANFREDI, 2010).

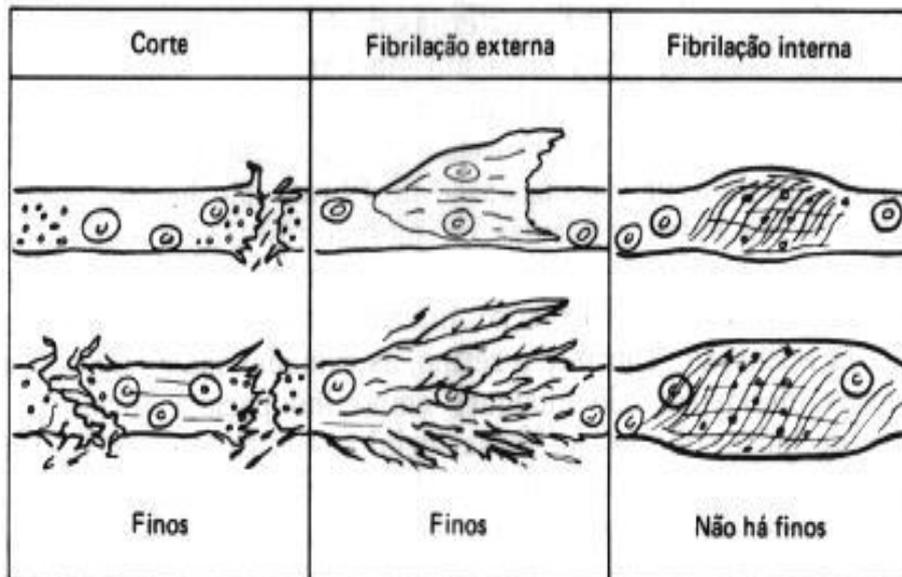
## 2.2. Refino Convencional

No processo produtivo do papel o refino é uma etapa importante. A refinação é um processo onde a polpa celulósica é tratada mecanicamente em equipamentos denominados refinadores visando o desenvolvimento de determinadas características (KLINE, 1991). Segundo Nevell *et al.* (1985), no processo de refinação ocorrem modificações nas propriedades das fibras da polpa, como: aumento da sua flexibilidade, redução da sua dimensão e a fibrilação. Durante esse processo, a ação mecânica provoca ruptura de algumas das ligações internas entre as microfibrilas na parede das fibras (Figura 2), permitindo causar o intumescimento das fibras e melhorar sua capacidade de ligação. Este efeito do processo de refino tem sido chamado de fibrilação interna (WANG, 2006).



**Figura 2.** Fibrilação Interna, arrancamento das camadas (S3) e (S2) (D'ALMEIDA, 1982).

A refinação produz também a fibrilação externa que são os levantamentos de cadeias de carboidratos na superfície da fibra como resultado de uma ação abrasiva pelo qual a fibra foi submetida (WANG, 2006). Além desses efeitos ocorre ainda o corte das fibras (Figura 3) que acarretam igualmente a fibrilação, o aumento do número e das áreas de ligações entre fibras e produzem finos (NEVELL *et al.*, 1985).



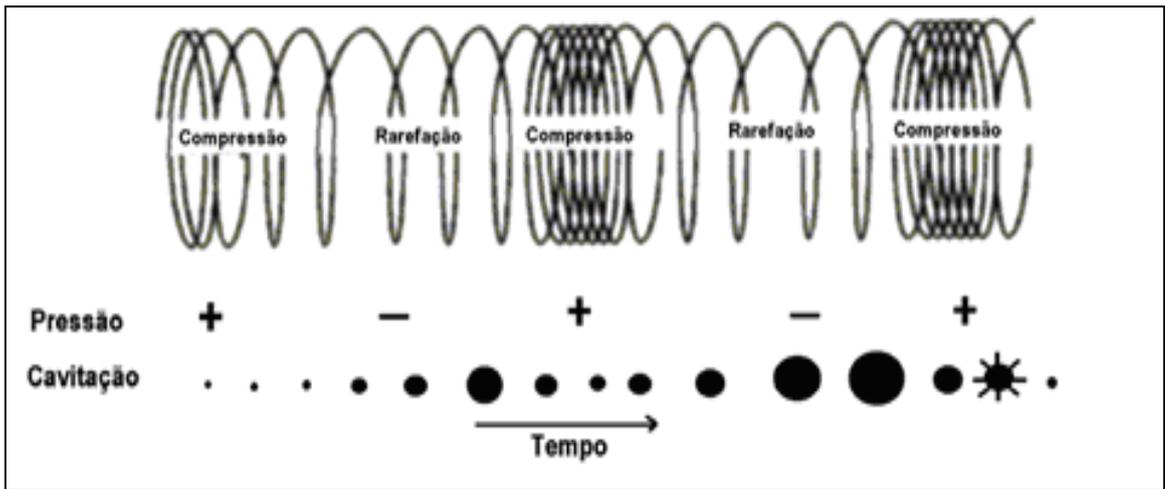
**Figura 3.** Efeitos da refinação nas fibras (D'ALMEIDA, 1982).

### 2.3. Ultrassom

O ultrassom é definido como um som de frequência além da resposta da audição humana, isto é, superior a 16 kHz (16000 ciclos por segundo). A onda ultrassônica, como todas as ondas sônicas, consiste em ciclos de compressão e expansão (rarefação).

Os ciclos de compressão exercem uma pressão positiva no líquido, havendo uma aproximação entre as moléculas; por sua vez os ciclos de rarefação exercem uma pressão negativa afastando as moléculas umas das outras. Durante o ciclo de expansão, a onda de som com intensidade suficiente pode provocar a formação de cavidades (SUSLICK, 1989). A cavitação é definida como o fenômeno de formação, crescimento e subsequente colapso de microbolhas ou cavidades que ocorrem em intervalos de tempo muito reduzidos (milissegundos). A alternância dos ciclos da onda, a compressão e a rarefação resultam em várias fases da cavitação, como a formação da bolha/cavidade, a fase de crescimento e a fase de colapso, libertando uma elevada quantidade de energia (SUSLICK, 1990).

A formação da bolha (Figura 4) ocorre na fase de rarefação sob pressão negativa e reduz o seu tamanho durante o ciclo de compressão. O seu tamanho diminui e aumenta alternadamente de uma forma cíclica até atingir um tamanho crítico instável, verificando-se o colapso das bolhas no seguimento do ciclo de compressão.

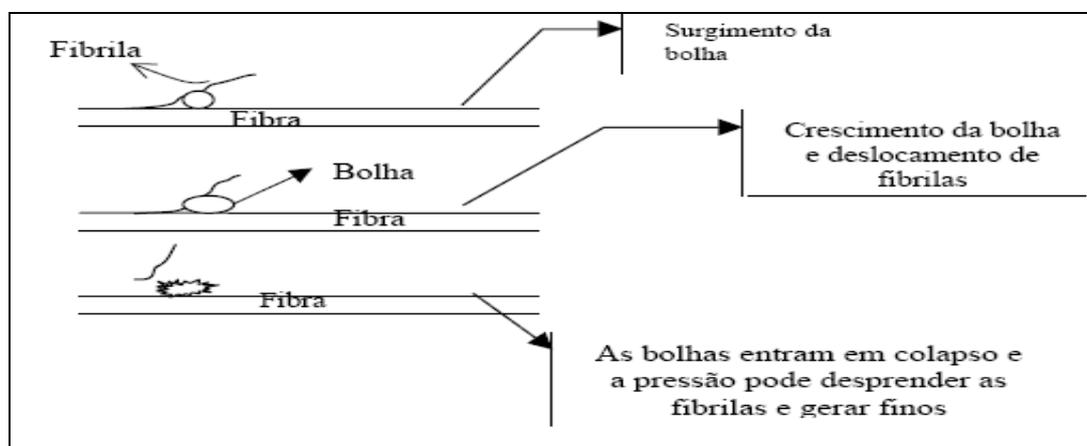


**Figura 4.** Esquema dos processos de cavitação: formação, crescimento e colapso das microbolhas (SUSLICK, 1989).

O crescimento da bolha e a sua implosão num líquido irradiado com o ultrassom é o fenômeno físico responsável pela maioria dos fenômenos sonoquímicos (SUSLICK, 1989).

#### 2.4. Efeito do Ultrassom na superfície do material fibroso

Tem sido observado que a estrutura morfológica das fibras de eucalipto pode ser alterada através de tratamento por ultrassom. Remoção da camada S1, deslocamento da camada S2, inchamento da camada S2 e posterior fibrilação da camada S2 são efeitos do tratamento ultrassônico (Figura 5) que podem ser observados nas fibras.



**Figura 5.** Ação do ultrassom na superfície da fibra (SUSLICK, 1989).

Todos os efeitos contribuem para uma melhor conformabilidade, flexibilidade e consolidação das fibras durante a formação do papel (AIMIN *et al.*, 2005). Laine e Goring (1977), citado por Silva (2002), mostram que, para um mesmo grau de refino, a polpa celulósica ultrassonificada produz um papel com melhores propriedades de opacidade, bulk e rasgo, no entanto, apresenta decréscimo em propriedades de estouro.

Silva (2002) observou que as características papeleiras (índice de rasgo, índice de tração, módulo de elasticidade específico, dentre outras) foram desenvolvidas de maneira otimizada quando aplicou-se as ondas de ultrassom por trinta minutos na potência máxima do aparelho, 190 W, a uma consistência de massa de 3%. Nessa consistência verificou-se um incremento de índice de tração de 117% em relação a polpa não ultrassonificada.

Outro aspecto positivo que se pode atribuir ao tratamento das polpas por ultrassom é que este processo é também ambientalmente desejável, pois não são requeridos produtos químicos e nem gerados efluentes tóxicos. Tendo em vista sua eficiência, a utilização do ultrassom torna-se de suma importância no processo de funcionalização da fibra celulósica, podendo, inclusive, substituir tratamentos químicos (AIMIN *et al.*, 2005).

### **3. OBJETIVOS**

Este trabalho tem como objetivo investigar o efeito do refino ultrassônico e seus impactos na refinabilidade e nas propriedades físico-mecânicas durante os ciclos de reciclagem de fibras secundárias (reciclagem pré-consumo), utilizando-se como matéria prima aparas compostas por fibras de eucalipto.

### **4. MATERIAL E MÉTODOS**

#### **4.1. Material**

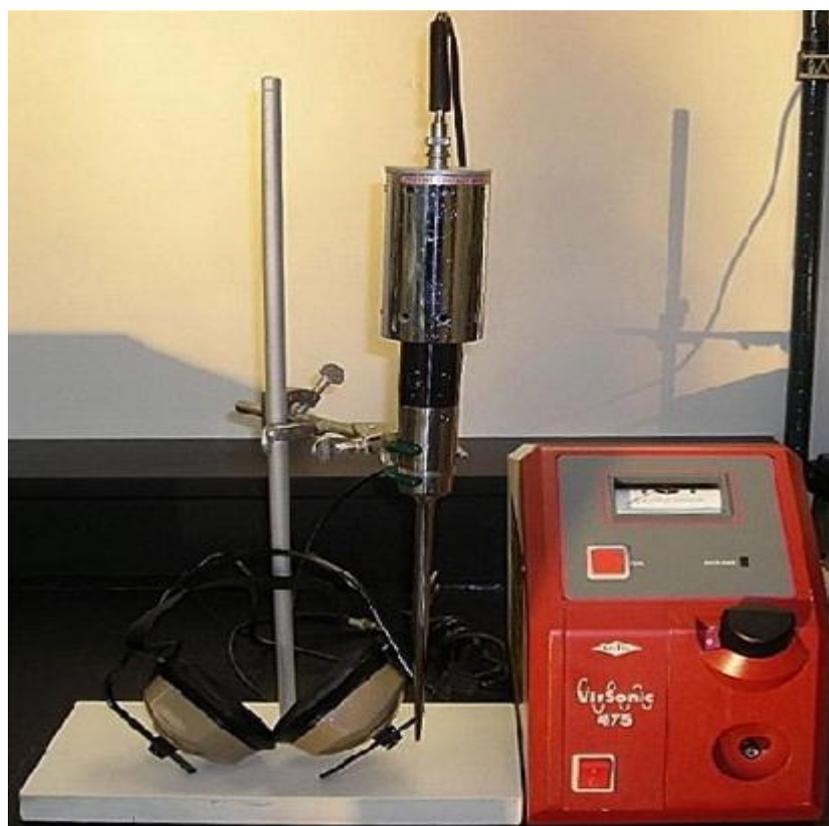
Para a realização deste estudo foram utilizadas aparas branqueadas de papéis do tipo A4 oriundas exclusivamente de fibras de eucalipto, que continham  $18 \pm 0,5\%$  de inorgânicos. As aparas passaram por um processo de hidratação por 24 horas em água destilada. Em seguida, a massa de polpa obtida após a hidratação foi desagregada em

um desagregador laboratorial do tipo *hidrapulper*. A polpa foi então centrifugada e armazenada em sacos plásticos sob refrigeração adequada para posterior preparo de massa e formação das folhas, sendo que após esse procedimento ela passou a conter  $16\pm 0,5\%$  de inorgânicos.

## 4.2. Procedimentos experimentais e analíticos

### 4.2.1. Refino ultrassônico

Para realização da ultrassonificação da massa de fibras foi utilizado o equipamento ultrassônico *Virsonic 475* (Figura 6). Esse equipamento trabalha com diferentes níveis de potência, podendo atingir até 475 W, e gera ondas ultrassônicas com frequência de 20 kHz. Seguindo orientações do fabricante, o equipamento foi ajustado para trabalhar com a potência de 190 W.



**Figura 6.** Equipamento Ultrassônico Virsonic 475.

Inicialmente, a polpa foi submetida à 30.000 revoluções em desagregador laboratorial, à consistência de 1,5% e em seguida teve sua consistência ajustada para o valor de 3% (PEIXOTO, 2002) e então submetida ao tratamento ultrassônico. Em cada operação foi tratado 1 litro de suspensão fibrosa, dentro de um béquer de 2 litros de capacidade. Todos os tratamentos foram realizados em temperatura ambiente (25°C) e o pH da suspensão foi 6,5. O béquer foi acondicionado sobre um agitador magnético a fim de manter a suspensão fibrosa sob agitação constante, e com isso promover o tratamento homogêneo das fibras.

Após o tratamento ultrassônico, a massa foi desagregada com 10.000 revoluções em desagregador laboratorial. A consistência foi corrigida para determinação de grau Schopper-Riegler (°SR) e formação das folhas. O tempo de tratamento ultrassônico para cada ciclo de reciclagem variou segundo o objetivo deste trabalho, que foi realizado visando atingir  $40 \pm 1$  °SR da polpa celulósica para cada ciclo de reciclagem. Por exemplo, na curva de refino do primeiro ciclo retirou-se o tempo de 20 minutos, que gerou na mesma os  $40 \pm 1$  °SR, e então produziu-se polpa nessas condições para formação de folhas, obtendo matéria prima suficiente, que após 24 horas acondicionadas, foram transformadas novamente em polpa para o próximo ciclo de reutilização, repetindo-se todos os procedimentos citados anteriormente. Do segundo ao quinto ciclo de reciclagem, foram necessários 10 minutos de tratamento ultrassônico para restabelecer os  $40 \pm 1$  °SR na polpa. Nesse estudo, analisou-se o efeito do refino ultrassônico até o quinto ciclo de reutilização da polpa celulósica.

#### 4.2.2. Refino em PFI

Objetivando comparar o efeito do refino ultrassônico com os efeitos do refino convencional, foi também realizado o refino da polpa em moinho laboratorial tipo PFI. Foram desagregadas, em desagregador laboratorial, com 30.000 revoluções, 30g de polpa a uma consistência de 1,5%. A massa foi então drenada até consistência de 10%, a temperatura ambiente (25 °C) e pH 6,5 e submetida ao refino no PFI. Após o refino, a massa foi desagregada com 10.000 revoluções em desagregador laboratorial. A consistência foi corrigida para determinação de grau Schopper-Riegler e formação das folhas. Os níveis de intensidade de refino foram determinados a fim de se obter  $40 \pm 1$  °SR da polpa celulósica, semelhante ao realizado para tratamento ultrassônico.

De maneira análoga ao refino ultrassônico, utilizaram-se as condições de intensidade de refino em que se obtiveram os  $40 \pm 1$  °SR da massa para produção de polpa e formação de folhas para o próximo ciclo de reutilização. Assim, como no refino por ultrassom, nesse estudo analisou-se também o efeito do refino convencional até o quinto ciclo de reutilização da polpa celulósica.

#### 4.2.3. Análise do material fibroso

A análise do material fibroso consistiu na mensuração do comprimento médio ponderado e a largura média das fibras, *coarseness* e teor de finos, das polpas refinadas e não refinadas ao longo dos 5 ciclos de reutilização. Nessa análise, foi considerado como sendo finos todo elemento com comprimento inferior e igual a 0,07mm. A análise foi realizada com o equipamento Galai CIS-100 conectado a um microcomputador para o processamento e armazenamento dos dados através do software-*Wshape*. Para o cálculo das dimensões médias das fibras, o software considerou apenas os materiais com comprimento entre 0,07 mm e 3,0 mm.

Foram preparadas suspensões fibrosas na consistência de 0,001%, com água destilada e 2% (base peso seco de polpa) de agente dispersante. As suspensões foram mantidas em repouso por um período mínimo de 4 horas para hidratação do material fibroso. Assim que introduzida no equipamento, a suspensão foi mantida em circulação, através de uma cubeta de quartzo. Um feixe de laser captou cerca de 3000 imagens da suspensão durante o período de circulação da suspensão. Baseado nessas imagens, o sistema forneceu os dados das análises. Estas foram realizadas em triplicata.

#### 4.2.4. Avaliação da refinabilidade dos tratamentos

Foram analisadas as propriedades físico-mecânicas e químicas (Quadro 1) da polpa celulósica submetidas ao tratamento ultrassônico e ao refino convencional, sendo que o refino convencional foi adotado como referência para as discussões do tratamento ultrassônico. As análises da polpa foram efetuadas seguindo os procedimentos analíticos da TAPPI e CPPA, conforme descrito no Quadro 1. Todas as análises foram efetuadas em duplicata.

**Quadro 1.** Procedimentos analíticos utilizados para análise da refinabilidade e resistência físico-mecânica das fibras secundárias

Preparo da polpa para análise de cinzas	CPPA G30
Análise de carboidratos	WALLIS (1996)
Refino em moinho tipo PFI	T248 sp-08
Grau de refinabilidade, Schopper Riegler (°SR)	Adaptação de T227 om-09
Formação de folhas para testes físicos	T205 sp-06
Gramatura de papéis	T410 om-08
Espessura de folhas de papéis	T411 om-08
Volume específico aparente	T220 sp-06
Resistência a passagem de ar	T536 om-07
Resistência ao arrebentamento	T403 om-02
Resistência ao rasgo	T414 om-04
Índice de tração	T494 om-06
Módulo específico de elasticidade	T494 om-06
Capilaridade Klemm	T441 om-98
Índice de retenção de água	TAPPI um-256

#### 4.3. Análise estatística

Utilizou-se o delineamento experimental inteiramente casualizado, e os dados obtidos foram analisados estatisticamente por meio de análise de variância e Teste Tukey ao nível de 95% de confiança.

Para analisar os resultados de Refinabilidade e Propriedades físico-mecânicas das fibras secundárias, foi realizada a comparação de equações por meio de análise de regressão. As equações ajustadas foram comparadas pelo teste F, utilizando-se o teste de identidade de modelos e adotando-se um nível de significância de até 5% de probabilidade, conforme metodologia apresentada por Regazzi (1993) para modelos lineares e Regazzi e Silva (2004) para modelos não lineares.

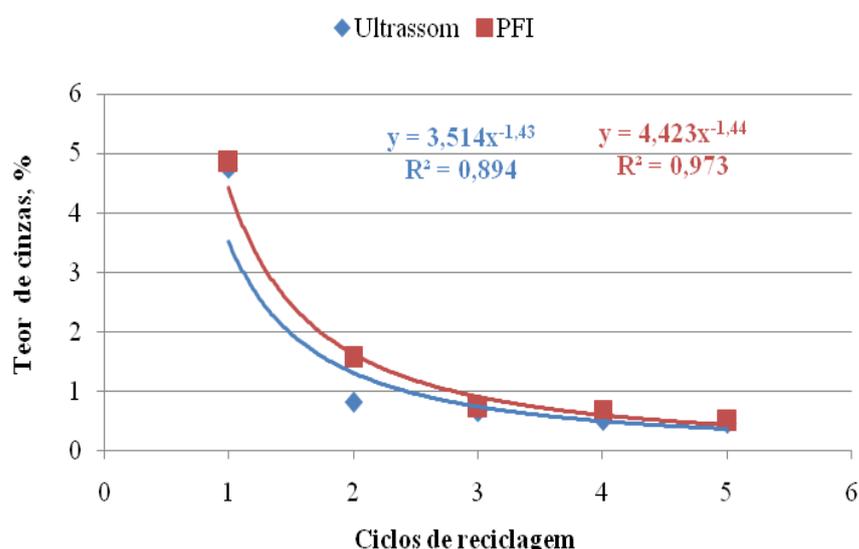
## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Qualidade da polpa celulósica.

#### 5.1.1. Conteúdo de inorgânicos na polpa

As polpas submetidas às condições do tratamento ultrassônico e refino convencional, após cada ciclo de reciclagem apresentaram menores teores de cinzas.

Explica-se este fato pelas condições experimentais adotadas, em que a polpa foi hidratada, desagregada e submetida a tratamentos físicos. Este procedimento provocou reduções progressivas no teor de cinzas, uma vez que aditivos minerais não foram repostos nesse estudo (Figura 7). Sendo assim, foi observado nesta pesquisa que o tratamento ultrassônico mostrou maior tendência na remoção do conteúdo de inorgânicos da polpa, à medida que foram realizados os ciclos de reciclagem. Essa maior remoção pode ser racionalizada devido ao ultrassom atuar na superfície da fibra, promovendo o desfibrilamento externo (WON & LEE, 1996; TATSUMI *et al.*, 2000; PEIXOTO, 2002; MANFREDI, 2010), desprendendo assim materiais que se encontram aderidos às fibras, tais como carbonatos.



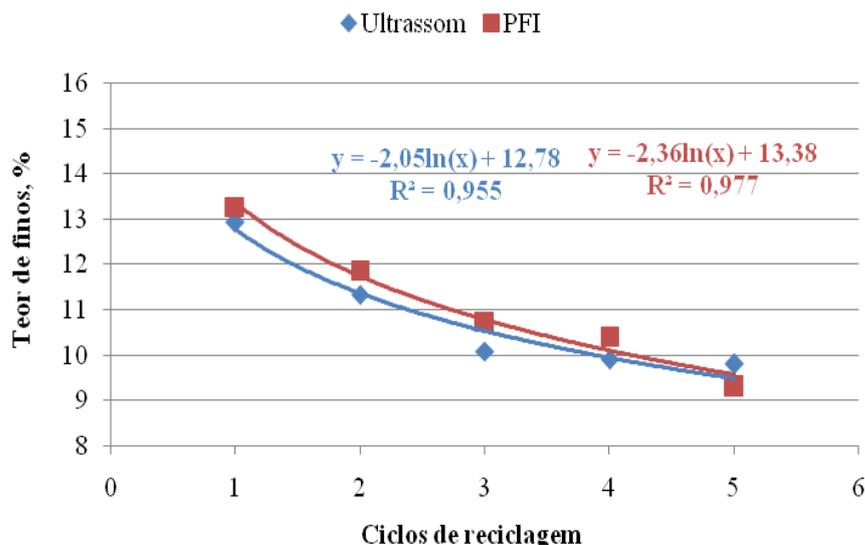
**Figura 7.** Conteúdo de cinzas nas polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.

### 5.1.2. Conteúdo de finos na polpa

Durante o processo de refino, por consequência do tratamento mecânico aplicado, a polpa, há certa fragmentação de parte das fibras que dão origem aos chamados finos. Na polpa celulósica, os finos incluem fragmentos de fibras e de elementos de vasos, fibrilas, etc (FOELKEL, 2009). O teor de finos da polpa celulósica desempenha relevante aspecto no potencial de ligações entre fibras.

Quanto ao conteúdo de finos, foi observada uma maior tendência de formação destes no refino convencional, o que pode ser explicado pelo intenso tratamento

mecânico a que são submetidas as fibras nesse processo (Figura 8).



**Figura 8.** Conteúdo de finos nas polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.

### 5.1.3. Propriedades absorventes da polpa

A capacidade de absorção de líquidos pelo papel é altamente desejável para a produção de papéis de impressão e principalmente *tissue*. Na polpa celulósica há moléculas de água retidas nas fibras por microcapilaridade dentro das paredes celulares e dos lumens e, ainda, moléculas de água retidas por forças eletrostáticas devido à alta polaridade da água. Essas moléculas de água que estão ligadas às fibras, intumescem e incham a polpa. Um método eficaz de medir esse tipo de água é através do índice de retenção de água (IRA), que consiste na relação percentual entre a quantidade de água retida e a massa de polpa absolutamente seca, após a amostra de polpa ser submetida à ação de uma força centrífuga durante um determinado tempo. IRA relaciona-se à área superficial de polpas (fibras e fibrilas), à carga iônica das fibras, ao teor de hemiceluloses, à população fibrosa, ao grau de degradação da polpa, etc (FOELKEL, 2009).

Neste estudo foi possível observar que há uma maior exposição dos grupos hidroxilas da fibra submetida ao refino convencional, o que promove um maior número de interações de hidrogênio, levando a um maior IRA (Quadro 2).

**Quadro 2.** Sumario dos resultados do índice de retenção de água (IRA) das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem.

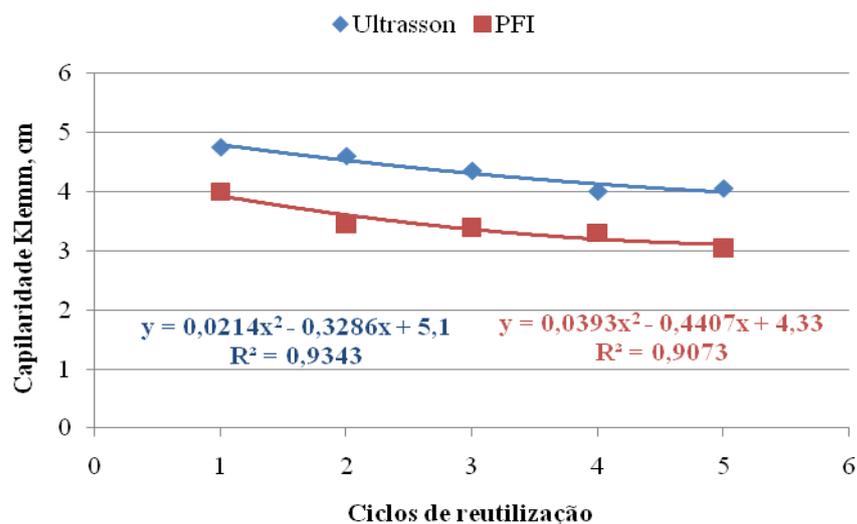
	1º Ciclo	2º Ciclo	3º ciclo	4º ciclo	5º ciclo
*IRA inicial PFI	159,50 Ab	158,99 Ab	157,97 Ab	155,62 Ab	155,25 Ab
*IRA inicial Ultrasson	146,13Ba	145,49 Ba	144,21 Ba	143,83 Ba	143,19 Ba
**IRA final PFI	128,95 Ca	130,08 Ca	129,63 Ca	129,49 Ca	130,49 Ca
**IRA final Ultrasson	131,50 Ca	131,56 Ca	131,34 Ca	131,59 Ca	132,00 Ca

Médias seguidas pela mesma letra minúscula, na mesma linha, e médias seguidas pela mesma letra maiúscula, na mesma coluna, não diferem significativamente pelo teste de Tukey à 5% de probabilidade.

\* é o índice de retenção de água (IRA) da polpa que não foi submetida à etapa de secagem.

\*\* é o índice de retenção de água (IRA) da polpa que foi submetida à etapa de secagem à 105 °C

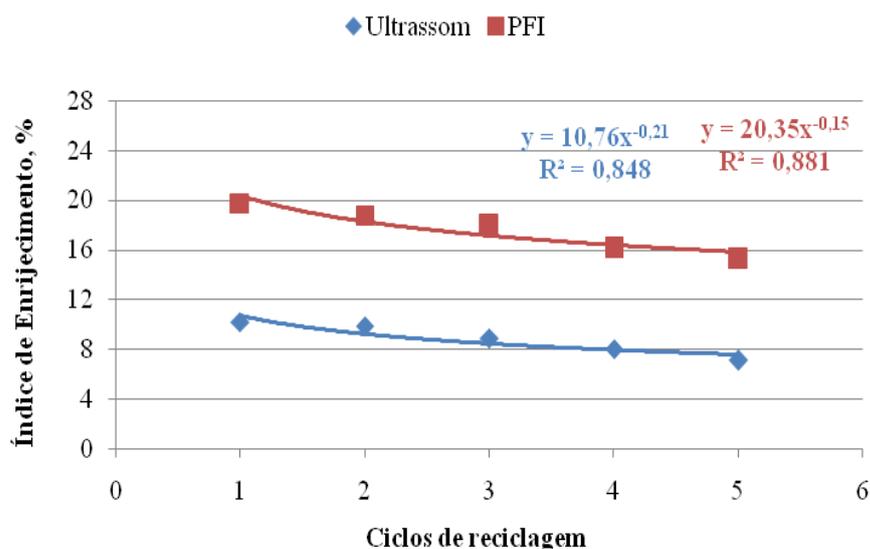
Outra maneira de avaliar a capacidade absorvente da polpa celulósica é por meio do teste de capilaridade Klemm. No teste de capilaridade Klemm, mede-se a altura atingida pela água em tiras de papel de 1,5 cm de largura suspensas, porém com 1,0 cm de sua ponta inferior imersa em água, e após dez minutos de absorção. Nesse estudo, foi observado que o refino por ultrassom causa maior tendência das folhas de papeis de absorção de água por capilaridade. Este fato novamente pode ser atribuído ao fato do ultrassom atuar principalmente na superfície das fibras (Figura 9); pois no refino convencional, como um resultado do tratamento mecânico pelo qual a polpa é submetida, a estrutura do papel torna-se mais densa, conseqüência de um maior colapsamento das fibras, reduzindo o número de capilares e o diâmetro aparente médio destes no papel. Conseqüentemente, a mobilidade ascendente do filme de água é reduzida, diminuindo a capilaridade Klemm.



**Figura 9.** Capilaridade Klemm das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

Um dos efeitos benéficos observado pelo tratamento ultrassônico, e que incrementa a qualidade da polpa, foi um menor índice de enrijecimento da fibra celulósica (hornificação). O refino ultrassônico promoveu um menor grau de enrijecimento da fibra (Figura 10), quando comparado ao refino convencional, efeito desejável na fabricação de papeis.

O refino mecânico torna-se a fibra menos flexível, quando desaguada, prensada e secada, havendo dessa forma comprometimento da maciez e o aumento da rigidez do papel formado. Neste estudo, acreditamos que este efeito possa ser atribuído ao maior grau de exposição dos grupos hidroxilas, e do teor de finos, decorrente do maior grau de degradação da polpa, quando submetida ao refino convencional. De acordo com alguns autores, como por exemplo, Fernandes Diniz *et al.* (2004), o fenômeno de enrijecimento da fibra tem sido associado à formação de irreversíveis, ou parcialmente reversíveis, de interações de hidrogênio na polpa celulósica incrementadas pela etapa de secagem ou remoção de água.



**Figura 10.** Índice de enrijecimento das fibras submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos ciclos de reciclagem da polpa.

#### 5.1.4. Conteúdo de carboidratos da polpa

Quanto ao conteúdo de carboidratos das polpas submetidas ao tratamento ultrassônico e refino convencional não foram observados modificações em seus conteúdos que pudessem indicar alguma tendência (Quadro 3). Portanto, para esse

trabalho pode-se inferir que o refino ultrassônico e o refino convencional não afetaram o conteúdo de carboidratos da polpa ao longo dos 5 ciclos de reuso da mesma.

**Quadro 3.** Conteúdo de carboidratos das polpas submetidas ao refino ultrassônico e refino convencional respectivamente ao longo dos ciclos de reciclagem

	1º Ciclo	2º Ciclo	3º Ciclo	4º Ciclo	5º Ciclo
Glicanas, % - PFI	83,4 Aa	83,4 Aa	84,0 Aa	83,9 Aa	84,1 Aa
Glicanas, % - Ultrassom	83,7 Aa	83,6 Aa	84,1 Aa	83,3 Aa	84,0 Aa

Médias seguidas pela mesma letra minúscula, na mesma linha, e médias seguidas pela mesma letra maiúscula, na mesma coluna, não diferem significativamente à 5% de probabilidade pela análise da variância.

	1º Ciclo	2º Ciclo	3º Ciclo	4º Ciclo	5º Ciclo
Xilanas, % - PFI	15,7 Aa	15,7 Aa	15,2 Aa	15,1 Aa	15,0 Aa
Xilanas, % - Ultrassom	15,2 Aa	15,7 Aa	14,9 Aa	15,8 Aa	15,2 Aa

Médias seguidas pela mesma letra minúscula, na mesma linha, e médias seguidas pela mesma letra maiúscula, na mesma coluna, não diferem significativamente à 5% de probabilidade pela análise da variância.

## 5.2. Refinabilidade e Propriedades físico-mecânicas das polpas submetidas aos dois tratamentos avaliados

As propriedades físico-mecânicas foram avaliadas nas polpas submetidas a cinco ciclos de produção de papel, isto é, papel cinco vezes reciclado nas condições do refino convencional (condição referência) e na condição do tratamento ultrassônico (condição proposta no estudo).

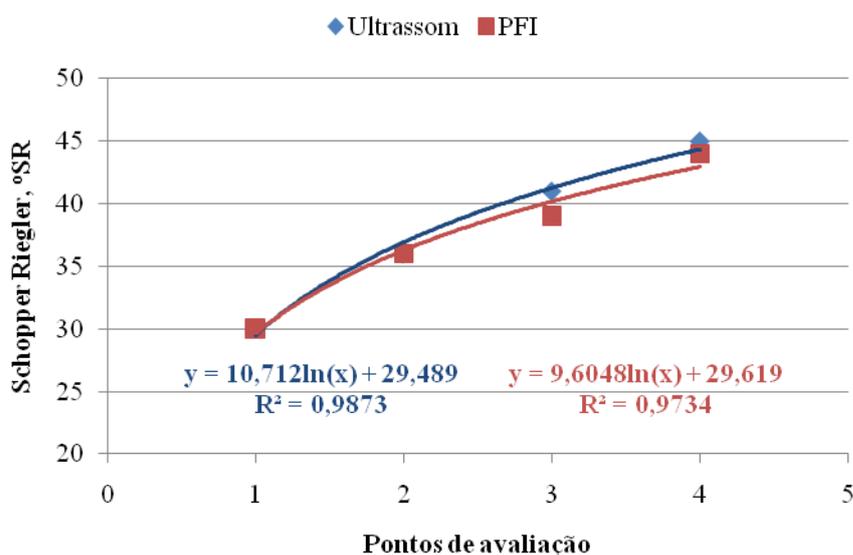
Sendo assim, para a discussão dos dados são apresentados gráficos com curvas distintas, o que indica um comportamento diferente entre os tratamentos estudados. Eventualmente, poderia ser observada apenas uma curva, demonstrando que os dois modelos ajustados não diferem estatisticamente a 95% de confiança, como estimativa das duas equações envolvidas. Entretanto, serão apresentadas em todos os gráficos as duas curvas obtidas para os tratamentos, o que possibilita uma discussão mais aprofundada sobre a mesma.

### 5.2.1. Refinabilidade

O parâmetro refinabilidade é considerado neste trabalho com duas interpretações: (1) como a quantidade de revoluções para o estudo do refino realizado em moinho PFI; (2) como o tempo de tratamento ultrassônico, quando se analisou o

refino realizado *via* ultrassom. Ambos foram correlacionados com o grau de resistência da polpa à drenagem ( $^{\circ}$ SR), embora poderiam ser aplicados a outros parâmetros, como por exemplo uma determinada propriedade.

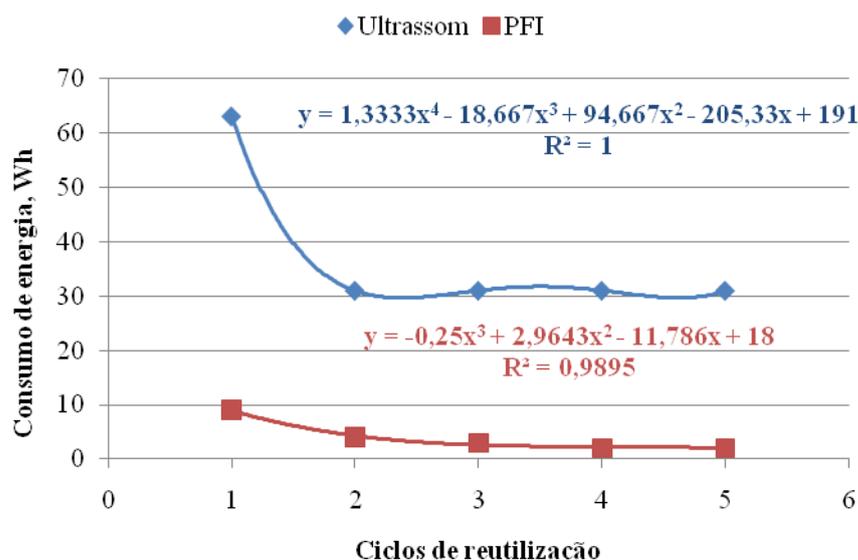
A análise estatística dos valores de  $^{\circ}$ SR no refino das polpas, pelos dois tratamentos avaliados durante o primeiro ciclo, mostrou não existir diferença estatística significativa entre os tratamentos estudados. Estes resultados indicam que o tratamento ultrassônico responde positivamente ao processo de refino, assim como o refino convencional (Figura 11). É importante notar que apesar de não existir diferença estatística significativa entre os tratamentos, são apresentadas duas curvas na Figura 11, com o intuito de possibilitar uma melhor análise dos tratamentos avaliados.



**Figura 11.** Refinabilidade das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo do primeiro ciclo de reciclagem da polpa. Sendo que: 1, 2, 3 e 4 para o refino convencional os números correspondem ao número de revoluções de 0, 400, 800 e 1.200, respectivamente; e para o refino realizado por tratamento ultrassônico os números 1, 2, 3 e 4 correspondem ao tempo de 0, 10, 20 e 30 minutos, respectivamente.

O refino é um processo que consome grande quantidade de energia, sendo um parâmetro importante na composição do custo de fabricação de papéis que necessitam dessa operação (GOMES, 2010). Portanto, processos que permitam à boa refinabilidade de polpas celulósicas são altamente desejáveis. Para este estudo, observou-se que após o primeiro ciclo de refino por ultrassom houve uma estabilização no consumo de energia (Figura 12). Este resultado indica que o refino por ultrassom promove uma maior preservação da estrutura das fibras. Analisando esse parâmetro, podemos inferir que o

refino por ultrassom permite que as fibras sejam recicladas sem significativas perdas de qualidade por vários ciclos. Neste contexto, o ultrassom se mostra uma tecnologia com potencial de aplicação para o refino de polpa celulósica. Portanto, merecendo maiores estudos tecnológicos, para que ocorra uma evolução para a produção de equipamentos mais eficientes no sentido de reduzir a energia necessária para sua operação e viabilizá-lo industrialmente.



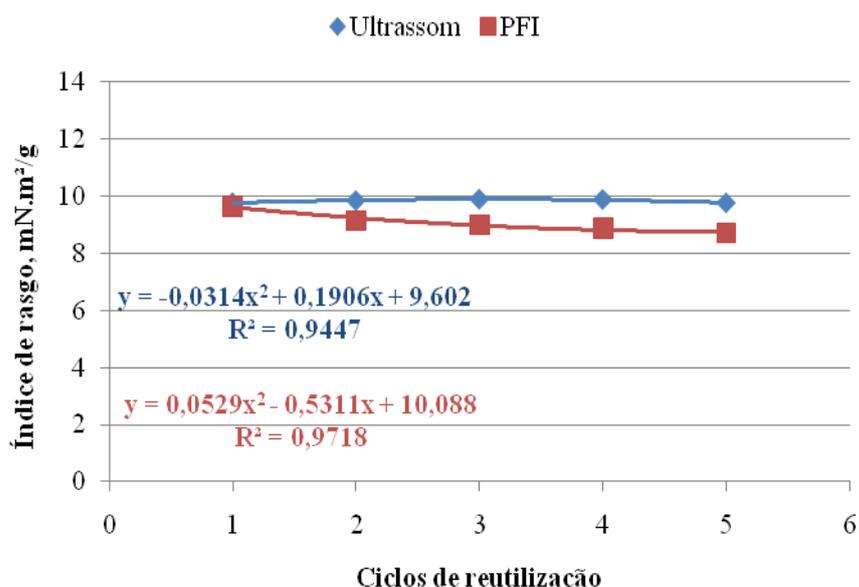
**Figura 12.** Consumo de energia para o refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

### 5.2.2. Índice de rasgo

A resistência ao rasgo, por definição, é o trabalho executado por um pêndulo, necessário para rasgar um conjunto de folhas, após realizar um corte inicial nas amostras, de comprimento específico. O índice de rasgo é o resultado da divisão da força média necessária para rasgar uma folha, por sua gramatura. É influenciado, principalmente, pela resistência intrínseca, pelo comprimento, pela espessura de parede das fibras e pelas ligações interfibras. Para polpas de eucalipto, o IR é muito afetado pela resistência de ligação interfibras, comprimento de fibras, espessura de parede e número total de fibras que participam na ruptura da folha (FOELKEL, 2009).

A análise estatística a 5% de probabilidade evidenciou que o índice de rasgo foi diferente entre os tratamentos analisados. A resistência deste é influenciada por diversos

fatores como: comprimento de fibras, espessura de parede, fração parede, grau de colapso e capacidade de ligações interfibras. Os resultados indicam que o refino ultrassônico preserva a estrutura da fibra, não alterando assim em grandes magnitudes a resistência intrínseca da mesma. Logo, por ser menos impactante que o refino convencional, o refino ultrassônico tende a manter a resistência ao rasgo mais constante (Figura 13).



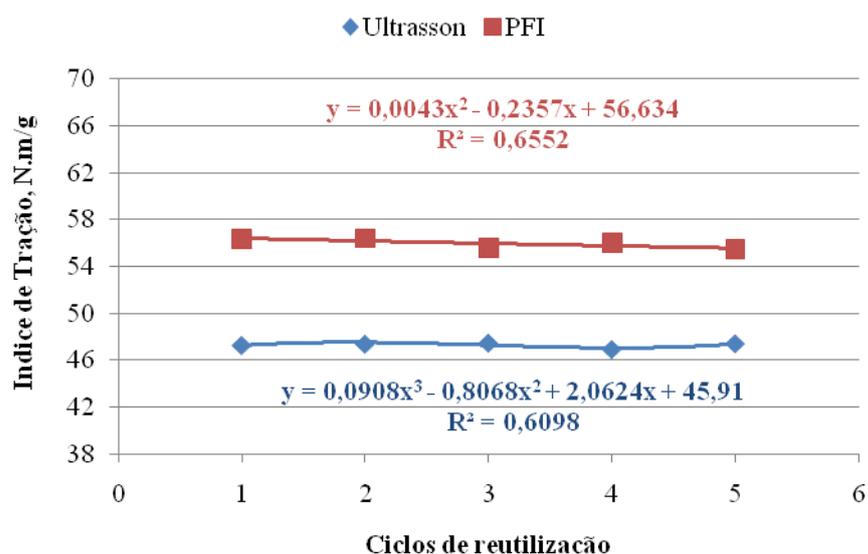
**Figura 13.** Índice de rasgo das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

### 5.2.3. Índice de tração

O índice de tração pode ser encontrado pela força necessária para causar a ruptura da amostra em relação à sua gramatura. Ele é favorecido pela intensidade de ligações interfibrilares ocorridas durante a formação do papel, pela fibrilação externa e pelo colapso da fibra. A resistência a tração está relacionada com a durabilidade e utilidade do papel, por exemplo, no caso de papéis de impressão, a resistência à tração indica a probabilidade de ruptura quando são sujeitos à tensão exercida durante o processo de impressão (D'ALMEIDA, 1988). Além disso, a tração é de fundamental importância durante a fabricação do papel, quando o mesmo é submetido a esforços de tração na máquina de papel (MOREIRA, 2006).

Por meio da análise estatística, foi possível observar que há diferença

significativa entre os tratamentos. O refino convencional mostrou uma maior resistência à tração. Esse resultado pode ser atribuído ao maior colapsamento; uma maior exposição dos grupos hidroxilas das fibras e maior teor de finos, o que possibilita um aumento na superfície específica. O que proporciona um maior número de ligações interfibras, quando comparado ao refino ultrassônico (Figura 14).



**Figura 14.** Índice de tração das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

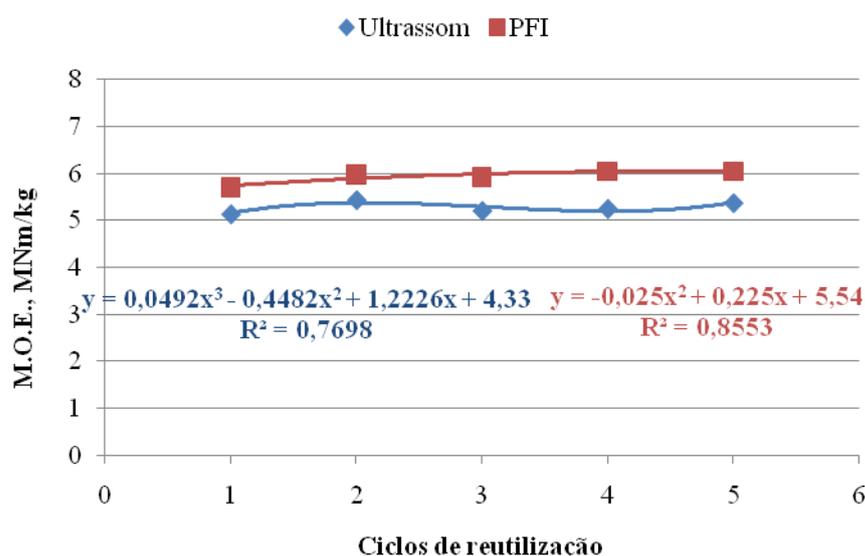
#### 5.2.4. Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade (MOE) expressa a habilidade do corpo-de-prova em resistir às deformações em função das tensões aplicadas. Maiores valores de módulo de elasticidade específico indicam a capacidade do material em absorver força sem, contudo, sofrer deformações substanciais, o que expressa o seu potencial de rigidez (SILVA e OLIVEIRA, 2000).

Os principais fatores que influenciam o módulo de elasticidade do papel, além do número de ligações, é a rigidez das fibras que, no papel formado, elevam o módulo de elasticidade. Fibras mais rígidas alongam menos e, portanto, resistem mais às deformações durante a aplicação de uma força. Já um grande número de ligações possibilita que o papel absorva mais energia, antes de sofrer plasticidade. Este comportamento torna-se importante para inúmeras aplicações papeleiras, principalmente

para papéis de imprimir, onde os mesmos estão sujeitos à absorção de forças durante o processo de impressão (JARDIM, 2010).

Foi observado que há diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos avaliados. Nesse contexto, observou-se que o refino convencional propiciou a polpa submetida aos ciclos de reutilização um melhor MOE quando comparado ao tratamento ultrassônico (Figura 15). Isto pode ser racionalizado pelo maior grau de enrijecimento da fibra (hornificação) no refino convencional e por um maior número de ligações interfibras produzidas pelo refino convencional. Uma vez que, diferentemente do ultrassom, o refino convencional não atua somente na superfície da fibra.



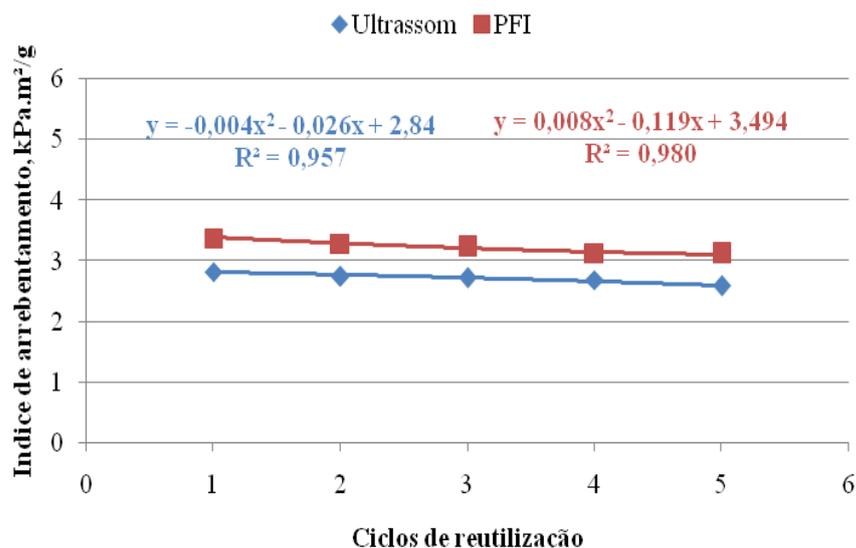
**Figura 15.** Módulo de elasticidade das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

#### 5.2.5. Índice de arrebentamento

O índice de arrebentamento ou estouro é definido como a força necessária para promover o arrebentamento de uma folha de papel, ao se aplicar uma pressão uniformemente crescente por um diafragma elástico de área circular igual a 962 mm<sup>2</sup>. Em outras palavras, a resistência ao arrebentamento representa a força necessária para promover o arrebentamento da folha de papel, ao se aplicar uma pressão crescente, transmitida pelo diafragma elástico de área circular (SMOOK, 1990). O teste é realizado em um equipamento tipo *Mullen* e está altamente relacionado com a resistência à tração. Ele é influenciado, em maior intensidade, pelo número de ligações interfibras e pelas

forças dessas ligações (MOREIRA, 2006). O índice de arrebatamento é determinado ao dividir a resistência ao arrebatamento pela gramatura do papel testado.

Os resultados obtidos mostraram haver diferenças estáticas significativas entre os tratamentos, sendo que o tratamento submetido ao refino convencional apresentou um melhor desempenho para o índice de arrebatamento (Figura 16). O que novamente pode ser atribuído há um maior número de ligações interfibras ocasionadas pelos efeitos mais agressivos às fibras do tratamento mecânico durante o refino convencional.

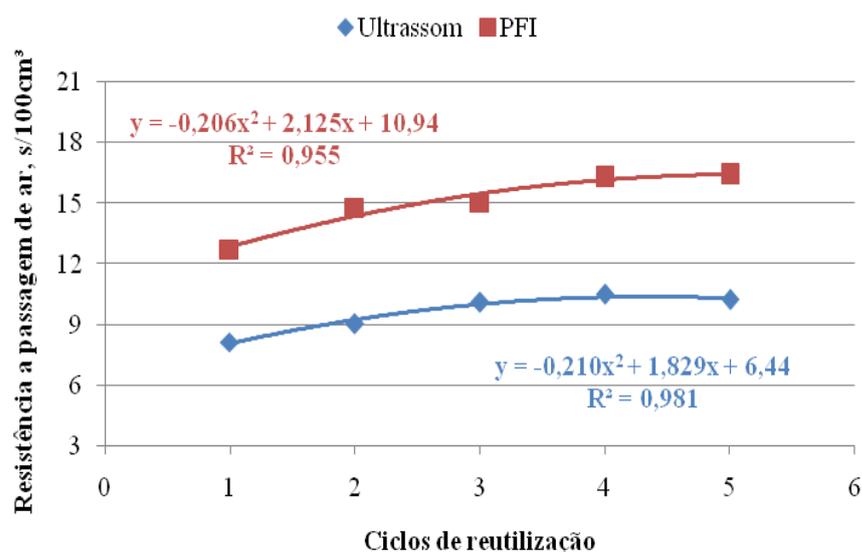


**Figura 16.** Índice de arrebatamento das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

#### 5.2.6. Resistência à passagem de ar

A resistência à passagem de ar mostra o valor de resistência que determinada folha de papel apresenta à passagem de dado volume de ar, por determinado tempo, de forma que um papel mais poroso leva a uma menor resistência à passagem de ar. A permeância ao ar é recíproca da resistência à passagem de ar, e pode ser usada para estimar a permeância do papel a outros fluidos. Também são usadas indiretamente para estimar a penetração de tintas de impressão no papel (D' ALMEIDA, 1988). Altos ou baixos valores dessa propriedade são almejados segundo a destinação final do papel. Por exemplo, quando se desejam produzir papéis revestidos, já que o consumo de material de revestimento é proporcional à porosidade do papel a ser revestido, ou seja, é bastante lucrativo, nesse caso, se ter um papel com alta resistência à passagem de ar (MOREIRA, 2006). Nesse estudo observou-se que houve diferença estatística

significativa entre os tratamentos submetidos ao refino convencional e ao refino ultrassônico. Os maiores valores para a resistência à passagem de ar foram obtidos para as polpas submetidas ao refino convencional (Figura 17). Novamente, o refino convencional mostrou um comportamento que indica possuir um maior número de ligações interfibras, consequência de um maior colapsamento das fibras, e um maior conteúdo de finos, o que promove um melhor fechamento da estrutura do papel.

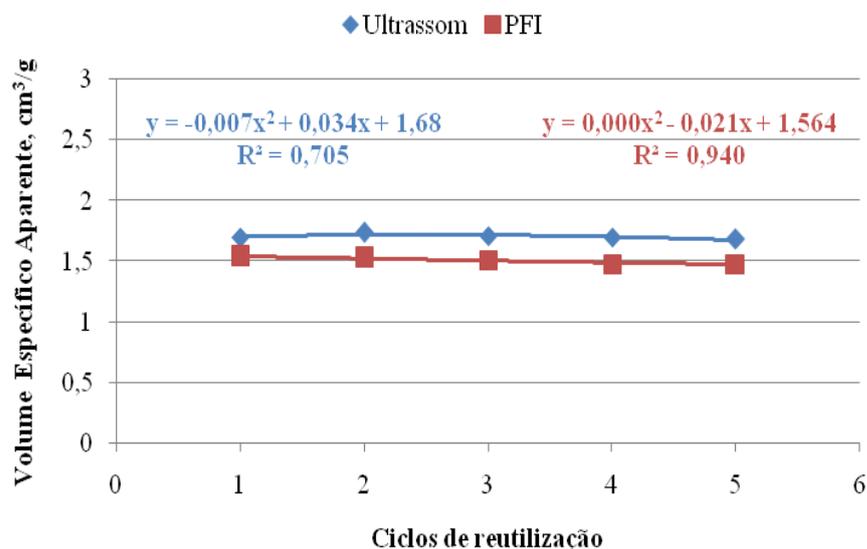


**Figura 17.** Resistência à passagem de ar das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

#### 5.2.7. Volume específico aparente (VEA)

O volume específico aparente (VEA) é uma propriedade inversa à densidade da folha de papel, sendo relacionado à capacidade de uma determinada folha apresentar maior ou menor volume (ou espessura) a uma gramatura específica. Essa propriedade associa-se à porosidade das folhas de papel, e interfere em inúmeras características de uso dos papéis (FOELKEL, 2009). No seguimento de papéis *tissue*, e outros papéis porosos e volumosos, certas propriedades, tais como volume específico aparente, resistência do papel a seco e a úmido, porosidade, maciez, absorção de líquido, etc., caracterizam o bom desempenho nas operações de suas máquinas de fabricação e em sua comercialização (PEDRAZZI, 2009). Os resultados obtidos nesse estudo mostraram que os valores de VEA apresentaram diferenças estatísticas significativas entre os dois

tratamentos avaliados. Sendo observado que o refino ultrassônico apresentou maiores valores de VEA, quando comparado ao refino convencional, resultado de uma maior preservação das fibras no refino ultrassônico e um maior colapsamento das fibras no refino convencional (Figura 18).



**Figura 18.** Volume específico aparente (VEA) das polpas submetidas ao refino convencional e tratamento ultrassônico ao longo dos 5 ciclos de reciclagem da polpa.

## 6. CONCLUSÃO

O refino ultrassônico quando comparado ao refino convencional apresentou diferenças na qualidade da polpa, com menor teor de cinzas, menor geração de finos, menor grau de enrijecimento da fibra e maiores valores de capilaridade Klemm, que são desejáveis para papeis de impressão e *tissue*. Quanto à composição química da polpa não foram observadas diferenças significativas entre os dois tipos de refino.

O refino convencional propicia um maior colapsamento das fibras, o que proporciona um maior número de ligações interfibras, além de gerar também maior conteúdo de finos. Isto faz com que propriedades físico-mecânicas dependentes destes como índice de tração, permeância a passagem de ar, módulo de elasticidade e índice de arremontamento apresentem maiores valores quando comparadas ao refino ultrassônico.

O refino ultrassônico, quando comparado ao convencional possui aplicabilidade no que diz respeito ao seu potencial de refinabilidade.

O refino por ultrassom mostrou também possuir diferenças em relação ao refino convencional durante os ciclos de reutilização, que foi a maior preservação da estrutura da fibra. Isto possibilitou uma menor formação de finos, gerou maior índice de rasgo, maior volume específico aparente (VEA) e a estabilização do consumo de energia após o primeiro ciclo, o que proporciona algumas propriedades a apresentarem tendência em se manterem constantes.

Por isso, adoção ou não do refino ultrassônico deve levar em consideração o destino que se dará ao papel, pois para cada uso específico, certas propriedades podem se tornar fatores limitantes da sua aplicação. Contudo foi possível observar que o refino ultrassônico possui aplicabilidade, merecendo maiores estudos tecnológico, para construção de equipamentos mais eficientes, viabilizando-o quanto ao consumo de energia e almejado para fins industriais.

## **7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

AIMIN, T.; HONGWEI, Z.; GANG, C.; GUOHUI, X.; WENZHI, L. Influence of ultrasound treatment on accessibility and regioselective oxidation reactivity of cellulose. *Ultrasonics Sonochemistry*, v.12, p.467–472, 2005.

ASSOCIAÇÃO DOS FABRICANTES DE CELULOSE E PAPEL – BRACELPA. Disponível em: <<http://www.bracelpa.com.br>>. Acesso em: 17 novembro de 2010.

BOBALEK, J.F.; CHATURVEDI, M. The effects of recycling on the physical properties of handsheets with respect to specific wood species. *TAPPI journal*. 1989. 72(6):123-125p.

CANADIAN PULP & PAPER TECHNICAL ASSOCIATION – CPPA. *Standard Methods*, 1984.

CARDWELL, R.D. & ALEXANDER, S.D. Effects of recycling on softwood aft pulp properties. *APPITA*. 1977. 30(4):327-333p.

CLEVELAND, F. C. *Pulping of Secondary Fiber*. In Spanhemberg. *Secondary Fiber Recycling*, Atlanta: TAPPI Press, 1993.

D'ALMEIDA, M.L.O. *Celulose e Papel. Tecnologia de fabricação do papel*. São Paulo: SENAI/IPT, 402p, 1982.

D'ALMEIDA, M.L.O. *Celulose e Papel. Tecnologia de fabricação do papel*. 2. ed., v.2, São Paulo: IPT, 403p, 1988.

D'ALMEIDA, M. L. O. Composição química dos materiais lignocelulósicos. In: Celulose e Papel – Tecnologia de Fabricação da Pasta Celulósica. São Paulo: IPT, v.1. 1988, p.45-106.

FERNANDES DINIZ, J.M.B.; Gil, M.H.; Castro, J.A.A.M. Hornification - its origin and interpretation in wood pulps. *Wood Sci. Technol.*, 37:489-494, 2004.

FOELKEL, C. Propriedades papeleiras das árvores, madeiras e fibras celulósicas dos eucaliptos. In: Eucalyptus Online Book & Newsletter 2009.

GAVAZZO, G. B.; VALADE, J. L.; LAW, K. N.; PARIS, J. Comportamiento de pulpas termomecânicas, quimtermomecânicas y quimimecânicas de píceca negra durante el reciclo In: CONGRESSO E EXPOSIÇÃO ANUAL DE CELULOSE E PAPEL ABTCP, 28., 1995, São Paulo. Anais... São Paulo: ABTCP, 1995. p. 343-357.

GOMES, F. J. B. Aperfeiçoamento do branqueamento de polpa kraft da mistura de madeira de *Pinus spp.* e *Eucalyptus spp.* pela sequência OQD\*(PO)D e OQD\*(PO)DP. Dissertação de mestrado apresentada a Universidade Federal de Viçosa, fevereiro de 2010.

HOWARTH,P.; SKERRY,A.M. & MANN,S. The affects of paper making on cellulose fibres. *Paper Technology and Industry.* 24(4):126-134p, 1983.

JARDIM, C. M. Impactos de modificações físico-químicas das fibras de eucalipto na qualidade da polpa branqueada. Tese de doutorado apresentada à Universidade federal de Viçosa, julho de 2010.

KLINE, J.E. Paper and paperboard, manufacturing and converting fundamentals. 2º ed. San Francisco, p.245, 1991.

MANFREDI, M. Desenvolvimento de propriedades de papéis reciclados por tratamento ultrassônico e adição de xilanas. Dissertação apresentada à Universidade federal de Viçosa, julho de 2010.

MINOR, J. L. & ATALLA, R. H. Strength loss in recycled fibers and methods of restoration. In: MATERIAL RESEARCH SOCIETY SYMPOSIUM, 1992, Pittsburgh. *Proceedings...* p. 215-228. 1992.

MOREIRA, E. Efeito da lixiviação ácida de cavacos de eucalipto no processo Kraft. Dissertação apresentada à Universidade federal de Viçosa, fevereiro de 2006.

NEVELL, T. P., & Zeronian, S. H. Cellulose chemistry fundamentals. In T. P. Nevell, & S. H. Zeronian (Eds.), *Cellulose chemistry and its application* (pp. 15–29), 1985.

PEDRAZZI, C. Influência das xilanas na produção e nas propriedades de polpas de eucalipto para papéis. Dissertação (Doutorado em Ciência Florestal), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa-MG, 210p, 2009.

PEIXOTO, R. S. & OLIVEIRA, R. C. O efeito da refinação na recuperação das propriedades físico-mecânicas de papeis reciclados de pinus. *O Papel*, São Paulo, v. 64, n. 8, p. 87-99, 2003.

PEIXOTO, R. S. Utilização de vibrações ultra-sônicas para o refino de celulose kraft de eucalipto. 2002. 77 p. Tese (Mestrado em Ciência Florestal) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.

REGAZZI, A. Teste para identificar a identidade de modelos de regressão e igualdade de alguns parâmetros num modelo polinomial ortogonal. *Revista Ceres*, Viçosa, 40:176-195, 1993.

REGAZZI, A.; SILVA, C.H.O. Teste para verificar a igualdade de parâmetros e identidade de modelos de regressão não-linear. I. Dados no delineamento inteiramente casualizado. *Revista Matemática Estatística*, São Paulo, 22(3):33-45, 2004.

SCANDINAVIAN PULP, PAPER AND BOARD TESTING COMMITTEE. Scan Test Methods, 1993.

SILVA, R.P. Utilização de vibrações ultra-sônicas para o refino de celulose kraft de eucalipto. Dissertação (Mestrado em Ciência Florestal) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, p.77,2002.

SILVA, R.P.; Oliveira, R.C. Efeitos da ação do refino e da reciclagem nas propriedades de papéis de pinus e eucalipto. *Revista Árvore*, 24(3):349-360, 2000.

SMOOK, G.A. (1990) Manual para técnicos de pulpa y papel. 1. ed. Atlanta: Tappi Press, 396p.

SPANGERBERG,R.J. secondary fiber recycling. TAPPI press. 1993. 268p.

SUSLICK, K. S. Sonochemistry. *Science*, v.247, p.1439-1446, 1990.

SUSLICK, K. S. The chemical effects of ultrasound. *Scientific American*, p.80-86, 1989.

TAPPI standard (2002) T403 om-02, Bursting strength of pulp.

TAPPI standard (2004) T414 om-04, Internal tearing resistance of paper (Elmendorf-type method).

TAPPI standard (2006) T205 sp-06, Forming handsheets for physical tests of pulp.

TAPPI standard (2006) T220 sp-06, Physical testing of pulp handsheets.

TAPPI standard (2006) T236 om-06, Kappa number.

TAPPI standard (2006) T494 om-06, Tensile properties of paper and paperboard (using constant rate of elongation apparatus).

TAPPI standard (2006) T551 om-06, Thickness of paper and paperboard (Soft platen method).

TATSUMI, D.; TAKASHI, H.; KAWAMURA, S.; MATSUMOTO, T. Ultrasonic treatment to improve the quality of recycled pulp fiber. *Journal of Wood Science*, Japão, v. 46, n. 5, p. 405-409, 2000.

Technical association of the pulp and paper industry. Tappi standard methods. Atlanta: TAPPI, 2000.

VAN WYK & GERISCHER. The influence of recycling on strength properties of machine made paper. Paeri Ja Puu. 1982. 64(9):529-533p.

WALLIS, A. F. A.; WEARNE, R. H.; WRIGHT, P. J. Chemical analysis of polysaccharides in plantation eucalypt woods and pulps. Appita Journal, v.49, n.4, p.258-262, 1996.

WON, J-M; LEE, M-K. Effect of ultrasonic treatment on the pulp properties. Journal of Korea Tappi, v. 28, n. 2, p. 46-58, 1996.

## APÊNDICE

**Quadro 1A.** Valores médios dos testes físico-mecânicos das polpas submetidas ao refino ultrassônico.

Amostra	Tempo	Consumo Energia Wh	°SR	Espes-sura µm	Peso Esp. Aparente Kg/m³	Vol.Esp. Aparente cm³/g	T.E.A. J/m²	M.O.E. MNm/kg	Índice Tração N.m/g	Índice Arreb. kPa.m²/g	Índice Rasgo mN.m²/g	Alonga-mento %	Opaci-dade %	Coef. Disp. Luz m²/kg	Capilaridade Klemm cm	Resist. P. Ar s/100cm³
ULTRASSOM 1° CICLO	0	0	30	118	547,77	1,83	38,71	4,42	36,66	1,92	7,58	2,29	89,74	51,23	5,00	3,76
	10'	31	36	115	565,22	1,77	53,02	4,96	44,05	2,37	9,27	2,59	89,50	50,83	4,90	5,71
	20'	63	41	112	588,24	1,70	52,96	5,14	47,29	2,82	9,77	2,48	89,21	49,11	4,75	8,15
	30'	95	45	108	606,92	1,65	51,89	5,07	46,15	2,81	9,55	2,48	87,34	46,00	4,50	10,43
ULTRASSOM 2° CICLO	0	0	35	115	541,65	1,83	44,51	5,18	44,13	2,54	8,94	2,24	87,66	44,95	4,70	7,01
	10'	31	41	110	575,45	1,74	62,31	5,43	47,40	2,77	9,84	2,74	87,46	44,67	4,60	9,05
	20'	63	43	105	594,19	1,68	57,17	5,45	47,54	2,92	9,65	2,56	87,04	43,88	4,50	10,76
	30'	95	45	105	602,86	1,65	54,67	5,42	48,13	2,82	9,35	2,47	86,89	44,36	4,40	12,30
ULTRASSOM 3° CICLO	0	0	36	112	573,93	1,74	49,26	5,12	44,55	2,43	9,34	2,44	87,47	44,97	4,60	7,78
	10'	31	41	106	584,80	1,71	58,59	5,21	47,49	2,72	9,89	2,75	87,01	43,60	4,55	10,10
	20'	63	43	105	602,67	1,66	55,13	5,36	48,89	2,68	9,61	2,52	86,76	43,17	4,10	11,91
	30'	95	45	104	603,50	1,65	52,44	5,31	48,09	2,68	9,30	2,46	86,51	42,64	4,00	13,21
ULTRASSOM 4° CICLO	0	0	36	110	569,00	1,75	49,70	5,19	44,29	2,42	9,42	2,48	86,50	43,29	4,60	8,50
	10'	31	41	105	588,32	1,70	54,00	5,25	46,93	2,69	9,88	2,48	86,46	43,15	4,50	10,50
	20'	63	43	103	624,08	1,60	55,10	5,26	47,79	2,66	9,54	2,55	86,42	42,65	4,10	13,60
	30'	95	45	102	628,43	1,59	53,12	5,38	47,26	2,66	9,54	2,50	86,28	42,44	3,95	14,51
ULTRASSOM 5° CICLO	0	0	36	108	574,81	1,74	47,16	5,01	43,73	2,37	9,49	2,49	86,49	43,78	4,65	6,18
	10'	31	40	103	596,80	1,68	54,99	5,37	47,44	2,59	9,76	2,59	85,19	41,30	4,55	10,25
	20'	63	42	102	627,65	1,59	53,36	5,26	46,61	2,64	9,31	2,54	84,94	41,11	4,20	11,43
	30'	95	44	100	646,77	1,55	52,83	5,24	45,43	2,64	9,05	2,59	84,24	40,66	4,05	12,10

**Quadro 2A.** Valores médios dos testes físico-mecânicos das polpas submetidas ao refino convencional.

Amostra	Revolução	Consumo Energia Wh	°SR	Espes-sura µm	Peso Esp. Aparente Kg/m³	Vol.Esp. Aparente cm³/g	T.E.A. J/m²	M.O.E. MNm/kg	Índice Tração N.m/g	Índice Arreb. kPa.m²/g	Índice Rasgo mN.m²/g	Alonga-mento %	Opaci-dade %	Coef. Disp. Luz m²/kg	Capilaridade Klemm cm	Resist. P. Ar s/100cm³
PFI 1º CICLO	0	0	30	118	547,77	1,83	38,71	4,42	36,66	1,92	7,58	2,29	89,74	51,23	5,00	3,76
	400	5	36	110	597,00	1,66	52,99	5,48	49,55	2,95	9,17	2,37	89,20	48,93	4,25	9,00
	800	9	39	100	650,87	1,54	71,43	5,71	56,35	3,38	9,65	2,79	86,90	42,24	4,00	12,72
	1200	14	44	95	684,21	1,46	79,55	5,01	60,23	3,83	9,66	2,89	85,72	39,60	2,85	20,46
PFI 2º CICLO	0	0	36	105	591,43	1,69	54,87	5,22	45,53	2,57	8,72	2,55	87,19	42,65	4,30	8,14
	400	4	41	95	653,78	1,53	71,66	5,97	56,40	3,29	9,15	2,71	86,70	40,15	3,45	14,80
	800	10	46	91	700,13	1,43	81,66	6,13	63,61	3,72	8,90	2,99	84,40	37,14	2,80	25,39
	1200	14	50	87	714,13	1,40	88,99	6,33	65,20	3,96	8,56	3,01	82,84	33,72	2,65	30,56
PFI 3º CICLO	0	0	35	105	600,33	1,67	57,84	5,23	46,68	2,67	8,92	2,60	87,12	41,25	4,05	8,63
	300	3	40	95	664,15	1,51	65,29	5,93	55,62	3,23	8,99	2,63	86,15	40,01	3,40	15,05
	400	4	42	93	680,43	1,47	74,64	6,16	61,99	3,51	9,04	2,77	84,40	37,10	3,15	18,57
	800	10	45	90	704,00	1,42	82,92	6,62	66,90	3,78	8,88	2,81	84,00	36,15	2,60	26,45
PFI 4º CICLO	0	0	36	100	628,40	1,59	53,98	5,34	48,02	2,68	8,70	2,43	85,74	40,63	3,75	10,77
	200	2	40	95	675,25	1,48	72,21	6,04	56,00	3,13	8,87	2,82	85,00	38,10	3,30	16,27
	400	5	44	93	693,39	1,44	81,04	6,29	63,18	3,57	9,07	2,88	84,36	37,32	2,80	22,62
	800	10	46	90	718,63	1,39	89,94	6,69	67,47	4,00	8,40	2,93	82,04	35,25	2,50	28,42
PFI 5º CICLO	0	0	35	98	646,33	1,55	67,06	5,59	51,07	2,58	8,65	2,88	84,89	39,00	3,70	9,52
	150	2	40	95	673,71	1,48	62,99	6,05	55,50	3,12	8,72	2,54	84,54	38,56	3,05	16,46
	400	5	45	92	698,47	1,43	66,50	6,37	58,16	3,40	8,93	2,56	84,15	37,55	2,80	23,42
	800	10	47	90	723,33	1,38	93,25	6,56	67,76	3,81	8,64	3,08	83,60	35,84	2,55	28,92

**Quadro 3A:** Sumário dos resultados do material fibroso da polpa celulósica submetida ao refino ultrassônico.

Amostra ULTRA-SOM	Tempo	Coarseness (mg/100m)	Comprimento Médio Ponderado (mm)	Largura Média Ponderada ( $\mu\text{m}$ )	Teor Finos (%)	Teor Sinza (%)	IRA %	Hornification %	Rendimento %
1° CICLO	0'	7,96	0,69	25,55	12,55	5,09	143,53	8,58	0,88
2° CICLO	0'	6,88	0,71	26,51	11,28	0,98	144,56	9,29	0,93
3° CICLO	0'	6,30	0,75	27,19	9,87	0,74	143,31	8,99	0,98
4° CICLO	0'	6,24	0,75	27,50	9,82	0,59	142,52	8,91	0,98
5° CICLO	0'	6,24	0,75	27,70	9,71	0,50	143,00	8,69	0,99

Amostra ULTRA-SOM	Tempo	Coarseness (mg/100m)	Comprimento Médio Ponderado (mm)	Largura Média Ponderada ( $\mu\text{m}$ )	Teor Finos (%)	Teor Sinza (%)	IRA %	Ornificação %	Rendimento %
1° CICLO	20'	7,80	0,69	25,82	12,94	4,75	146,13	10,01	0,86
2° CICLO	10'	6,42	0,73	27,59	11,34	0,81	145,49	9,57	0,92
3° CICLO	10'	6,28	0,75	27,71	10,09	0,65	144,21	8,92	0,98
4° CICLO	10'	6,25	0,75	27,77	9,91	0,50	143,83	8,51	0,98
5° CICLO	10'	6,24	0,75	27,87	9,80	0,45	143,19	7,82	0,98

**Quadro 4A:** Sumário dos resultados do material fibroso da polpa celulósica submetida ao refino convencional PFI.

Amostra PFI	Revolu-ção	Coarseness (mg/100m)	Comprimento Médio Ponderado (mm)	Largura Média Ponderada ( $\mu\text{m}$ )	Teor Finos (%)	Teor Sinza (%)	IRA %	Ornificação %	Rendimento %
1° CICLO	0	7,96	0,69	25,55	12,55	5,09	143,53	8,58	0,88
2° CICLO	0	8,20	0,71	25,33	11,56	1,78	156,49	17,48	0,94
3° CICLO	0	6,60	0,72	25,44	10,52	0,88	156,17	17,04	0,98
4° CICLO	0	6,63	0,71	26,48	9,79	0,77	155,28	16,45	0,98
5° CICLO	0	6,65	0,70	26,50	9,17	0,65	154,84	16,12	0,98

Amostra PFI	Revolu-ção	Coarseness (mg/100m)	Comprimento Médio Ponderado (mm)	Largura Média Ponderada ( $\mu\text{m}$ )	Teor Finos (%)	Teor Sinza (%)	IRA %	Ornificação %	Rendimento %
1° CICLO	800	7,75	0,69	26,37	13,28	4,85	159,50	19,15	0,83
2° CICLO	400	6,94	0,70	26,22	11,87	1,56	158,99	18,18	0,93
3° CICLO	300	6,57	0,69	26,25	10,74	0,71	157,97	17,95	0,98
4° CICLO	200	6,77	0,70	26,71	10,41	0,65	155,62	16,79	0,98
5° CICLO	200	6,70	0,69	26,58	9,29	0,49	155,25	15,75	0,98