

Programa Interlaboratorial para curva de refinação: uma experiência *sui generis*

Patrícia Kaji Yasumura Sasaki¹; Maria Luiza Otero D`Almeida²; Mariza Tsukuda Koga³;
Regina Coeli Testa Takahashi⁴

(1,2,3,4) Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S/A - IPT, telefone
55 11 3767-4449, fax 55 11 3767-4098, e-mail pkaji@ipt.br; malu@ipt.br; marizatk@ipt.br; rctesta@ipt.br

1 INTRODUÇÃO

O Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A. - IPT gerencia desde 1977 o Programa Interlaboratorial para Ensaio em Pasta Celulósica. Este Programa consiste em uma série de medições de propriedades, realizadas independentemente por um grupo de laboratórios, em amostras específicas preparadas pelo IPT. Neste programa nove ensaios são oferecidos, dentre eles o de refinação, que simula o processo de refinação na fabricação do papel.

A refinação é o tratamento mecânico dado às fibras de celulose com a finalidade de melhorar a formação do papel e suas propriedades físicas, sendo deste modo uma etapa importante do processo de fabricação de papel. Ela é realizada por máquinas específicas, denominadas refinadores, compostos essencialmente de um rotor e um estator, revestidos de lâminas ou facas de aço não corrosivo de elevada dureza ^[1]. A pasta celulósica é passada durante um tempo no refinador até suas fibras atingirem o grau de refinação considerado ótimo, aquém e além do qual não se obtém papel da melhor qualidade possível. Cada lote de pasta celulósica tem seu grau de refinação ótimo.

Antes da pasta celulósica ser refinada industrialmente sua curva de refinação, que consiste no número de rotações do motor versus grau de refinação, é construída em laboratório empregando um dos vários equipamentos existentes para tal, sendo o Refinador PFI um deles.

O Refinador PFI é o refinador de escala laboratorial, mais utilizado atualmente. É constituído por um rotor, um recipiente de refinação com tampa e um dispositivo para exercer a pressão de refinação (força de refinação por unidade de comprimento da barra). Seus elementos de refinação são fabricados com aço inoxidável e seu rotor e o recipiente giram sobre eixos verticais ^[2]. As **Figuras 1 e 2** apresentam fotos deste refinador.



Figura 1: Foto do refinador PFI



Figura 2: Detalhe do rotor e recipiente de refinação

No equipamento PFI, a pasta celulósica pode ser refinada a vários graus de refinação, sendo que variáveis como a afiação das lâminas do refinador, pressão do rotor sobre o recipiente e procedimentos operacionais exercem influência sobre o grau de refinação obtido e também sobre o estado físico final das fibras (fibras cortadas, fibras desfibriladas, etc.).

Devido às inúmeras variáveis envolvidas no processo de refinação com o PFI, sua calibração mecânica é complexa. Junta-se a isto a dificuldade de se ter uma pasta padrão para sua calibração, devido a celulose ser um produto extraído de vegetais e estar sujeita às variações de produtos naturais, além das variáveis dos processos de sua obtenção. Entretanto, é importante para um laboratório conhecer o desempenho de seu refinador perante outros e verificar se, quando este refina uma pasta para um dado grau de refinação, ela apresentará as mesmas propriedades de resistência, do que quando processada em outros refinadores para o mesmo grau de refinação.

Para atender a necessidade dos laboratórios, o IPT desenvolveu um programa interlaboratorial específico, cujos detalhes necessários para o entendimento do Programa serão apresentados a seguir.

2 METODOLOGIA

O programa desenvolvido pelo IPT é anual; constitui-se de três rodadas, sendo que em cada uma delas o participante recebe duas amostras de pasta celulósica, acondicionadas em sacos plásticos, denominadas A e B. Junto com as pastas seguem instruções para refiná-las em três graus de refinação pré-definidos.

O participante determina nas amostras não refinadas e refinadas os graus de refinação por meio da medida da drenabilidade de uma suspensão aquosa das fibras, empregando para tal o aparelho Schopper-Riegler e expressando o resultado como grau Schopper-Riegler (°SR). Quanto maior a quantidade de tratamento mecânico fornecido à pasta celulósica, maior o °SR.

O participante encaminha ao IPT os respectivos números de rotações utilizados pelo Refinador PFI para atingir os graus de refinações estipulados e também folhas de 60g/m², formadas em laboratório para cada uma das pastas, não refinadas e refinadas. Nestas folhas, o IPT realiza o ensaio de resistência à tração e gramatura, para determinar o índice de tração (resistência à tração/gramatura).

A **Tabela 1** apresenta as normas empregadas para as operações e ensaios do Programa, o qual segue as recomendações da ABNT ISO/IEC Guia 43.

Para cada amostra, o IPT construiu uma curva de refinação com quatro pontos: o ponto zero e mais três graus de refino, sendo eles, aproximadamente, 30°SR, 40°SR e 50°SR. Para a construção desta curva, o laboratório participante submeteu as amostras a diferentes tempos de refinação (ou números de rotação do rotor), obtendo os graus de refino sugeridos.

Para cada participante, os resultados obtidos para o grau Schopper-Riegler são colocados em gráfico em relação ao número de revoluções e ao índice de tração, sendo

interpolado valores para 38°SR utilizando equações obtidas através de análise de regressão.

O valor de 38°SR foi escolhido por ser um valor típico de grau de refinação para pastas celulósicas provenientes da indústria, para fins de produção de papéis para imprimir e escrever, que correspondem a cerca de 30% da produção brasileira total de papel.

Tabela 1 – Normas empregadas pelo IPT

Ensaio	Norma
Pasta celulósica - Refinação em laboratório - Método PFI	NBR 14345:2004
Pasta celulósica - Determinação da resistência à drenagem pelo aparelho Schopper-Riegler	NBR 14031:2004
Pasta celulósica - Preparação de folhas em laboratório para ensaios físicos - Método do formador de folhas convencional	NBR 14479:2002
Pasta celulósica - Determinação das propriedades físicas em folhas formadas em laboratório	NBR 14527:2002

3 ITENS DE ENSAIO

As amostras encaminhadas aos participantes são extraídas de produtos fabricados industrialmente, deste modo sua preparação constitui um ponto determinante para o sucesso do programa. Alguns cuidados são essenciais, como:

- o material usado para gerar as amostras deve ser o mais homogêneo possível;
- as amostras encaminhadas aos participantes, em cada rodada, devem apresentar a mesma variabilidade, para que a diferença de resultados entre participantes não seja devido a variações na amostra; e
- as amostras devem ser estáveis durante o período de uso.

Para este programa, são utilizadas amostras de pasta celulósica procedentes da madeira eucalipto. Estas amostras são desagregadas e secas, na forma de flocos. Na preparação das amostras a serem enviadas, é utilizado o processo de quarteamento para garantir que estas apresentem a mesma variabilidade.

4 RESULTADOS

Como exemplo, são apresentados os resultados obtidos para o ensaio de refinação em uma das rodadas do ano 2004, tendo 10 laboratórios participantes.

As **Tabelas 2 e 3** apresentam os resultados obtidos pelos laboratórios e as **Figuras 3, 4, 5 e 6** as curvas de refinação.

Tabela 2 – Avaliação de refinação – Refinador PFI

Laboratório	Amostra A		Amostra B	
	Número de revoluções	°SR	Número de revoluções	°SR
100	0	17,0	0	17,0
	3300	31,5	3300	30,0
	4600	40,0	4600	42,0
	6400	52,0	6400	53,0
109	0	21,0	0	21,0
	1200	28,0	1200	29,0
	2900	40,0	3100	42,0
	4200	52,0	3900	49,0
113	0	22,0	0	21,0
	2300	31,0	1800	31,0
	3700	41,0	3500	40,0
	5000	51,0	5000	50,0
138	0	22,0	0	22,5
	1350	30,0	1350	30,0
	3000	40,0	2900	40,0
	4000	50,5	4000	50,0
146	0	21,0	0	20,1
	1500	28,8	1500	29,1
	3000	40,0	3000	39,8
	4500	49,8	4500	51,0
148	0	19,0	0	17,0
	1200	28,0	1500	30,0
	2100	38,0	2300	40,0
	2900	48,0	3200	52,0
162	0	21,0	0	22,0
	1150	30,0	1150	30,0
	2750	41,0	2650	40,0
	3700	51,0	3600	50,0
164	0	21,5	0	22,0
	1250	30,5	1250	30,0
	2800	40,0	2800	40,0
	3900	49,5	3900	48,0
172	0	20,3	0	20,2
	1700	29,6	1700	29,8
	3200	38,8	3200	38,9
	5000	51,0	5000	52,3
178	0	25,0	0	21,0
	1500	33,0	1000	31,0
	2000	39,0	1500	39,0
	2800	49,0	2500	47,0

Tabela 3 – Avaliação de refinação – Refinador PFI – Resultados para o índice de tração

Laboratório	Amostra A		Amostra B	
	°SR	Índice de tração (N.m/g)	°SR	Índice de tração (N.m/g)
100	17,0	14,41	17,0	19,47
	31,5	72,45	30,0	71,47
	40,0	78,38	42,0	79,34
	52,0	76,74	53,0	88,85
109	21,0	16,40	21,0	16,98
	28,0	46,20	29,0	45,47
	40,0	65,72	42,0	62,85
	52,0	73,93	49,0	70,85
113	22,0	16,55	21,0	18,53
	31,0	60,11	31,0	53,23
	41,0	67,70	40,0	69,87
	51,0	72,99	50,0	74,75
138	22,0	16,05	22,5	21,30
	30,0	36,64	30,0	56,71
	40,0	79,99	40,0	72,67
	50,5	82,82	50,0	78,89
146	21,0	12,80	20,1	13,36
	28,8	41,19	29,1	42,31
	40,0	57,48	39,8	62,43
	49,8	67,64	51,0	70,25
148	19,0	16,93	17,0	17,52
	28,0	63,57	30,0	56,28
	38,0	76,42	40,0	69,55
	48,0	84,38	52,0	78,80
162	21,0	16,40	22,0	17,21
	30,0	46,60	30,0	47,64
	41,0	72,51	40,0	63,63
	51,0	72,29	50,0	72,71
164	21,5	20,28	22,0	19,87
	30,5	51,76	30,0	51,73
	40,0	67,03	40,0	68,85
	49,5	74,90	48,0	73,92
172	20,3	14,31	20,2	14,48
	29,6	50,44	29,8	47,72
	38,8	64,87	38,9	62,44
	51,0	73,25	52,3	77,54
178	25,0	14,59	21,0	17,26
	33,0	51,98	31,0	49,69
	39,0	59,80	39,0	56,65
	49,0	71,75	47,0	71,86

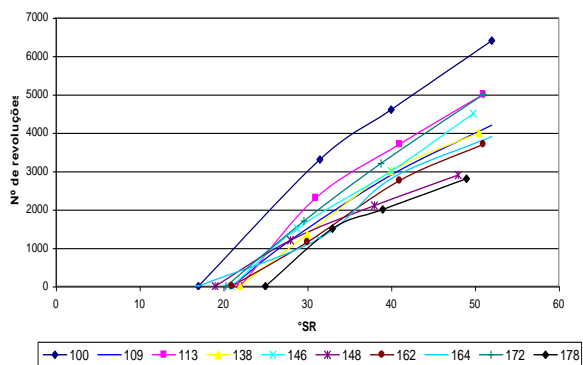


Figura 3: Curva de refinação – Amostra A

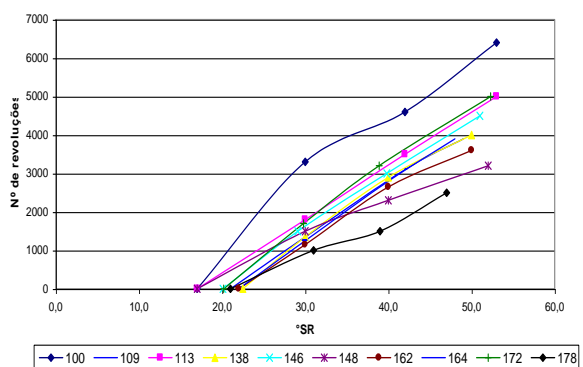


Figura 4: Curva de refinação – Amostra B

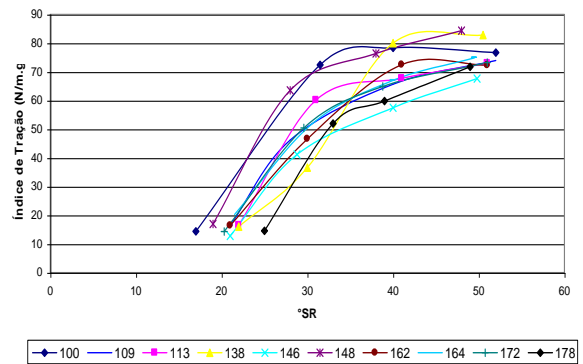


Figura 5: °SR em relação ao índ. de tração – Amostra A

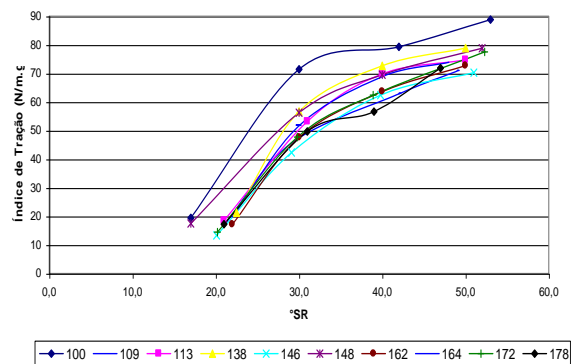


Figura 6: °SR em relação ao índ. de tração – Amostra B

A Tabela 4 apresenta os resultados para o índice de tração e as Figuras 7 e 8, os índices de tração obtidos para cada grau de refinação.

Tabela 4 – Resultados interpolados para 38°SR

Laboratório	Amostra A		Amostra B	
	Nº de revoluções	Índice de tração (N.m/g)	Nº de revoluções	Índice de tração (N.m/g)
100	4376	78,05	4199	78,33
109	2446	58,90	2527	60,94
113	3343	67,58	2929	67,48
138	2425	63,76	2408	65,14
146	2724	53,34	2780	60,00
148	2149	81,42	2045	64,95
162	2183	59,62	2176	57,98
164	2450	64,81	2485	62,28
172	3076	64,13	3044	61,40
178	1934	59,07	1426	55,80

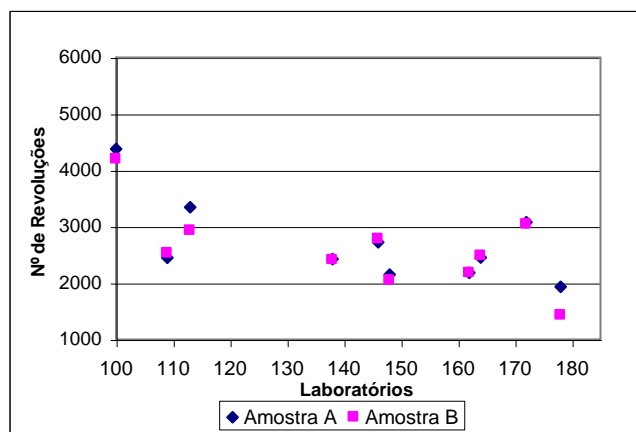


Figura 7: Número de revoluções - Resultados interpolados para 38°SR

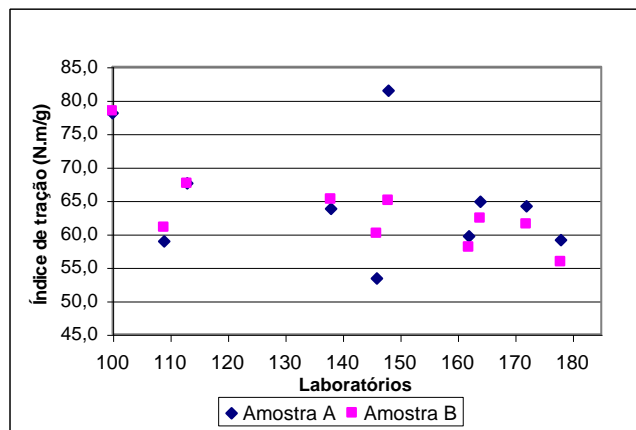


Figura 8: Índice de tração - Resultados interpolados para 38°SR

5 COMENTÁRIOS

Através dos dados e gráficos apresentados, é possível perceber diferenças significativas entre as curvas de refinação dos diversos laboratórios. Para um mesmo número de revoluções do refinador PFI, os laboratórios obtêm diferentes valores de resistência à drenagem, significando que a pasta celulósica obtida apresenta características diferentes.

Por exemplo, se quisermos obter uma pasta celulósica com 40°SR, o laboratório 100 deve submeter a amostra a cerca de 4.500 rotações, enquanto que o laboratório 178 precisa de apenas cerca de 1.500 rotações. Isto significa que o laboratório 100 está gastando mais energia para refinar a sua amostra do que o laboratório 178.

O ideal é gastar o mínimo de energia possível para chegar a um certo grau de refinação. Embora, para um laboratório, mais importante do que saber sua posição em relação ao gasto de energia é conhecer o perfil de resistência de sua pasta celulósica, pois as amostras refinadas no mesmo grau de refinação (°SR) podem não apresentar fibras com as mesmas características físicas. Isto ocorre porque o °SR é uma medida da resistência à drenagem, ou seja, da resistência que uma camada de fibras exerce sobre a passagem de água. Se esta camada possuir muitas fibras cortadas, a resistência será maior, devido ao preenchimento dos espaços vazios. O mesmo acontecerá se a refinação levar a uma absorção maior de água pelas fibras, aumentando seu diâmetro.

Pelo exposto, apenas os valores de °SR não são suficientes para analisar o processo de refinação. O estudo deve ser complementado com algum ensaio de resistência, mesmo sabendo que para tal se introduz uma nova operação, a de formação de folha, que certamente tem sua influência nos resultados do parâmetro físico escolhido.

Dentre os parâmetros físicos normalmente utilizado para determinar a resistência de folhas formadas em laboratório, optou-se pelo índice de tração, por ser este o parâmetro mais utilizado na determinação da resistência de um papel.

Quando se analisam os dados da **Tabela 4**, o laboratório 100 possui um índice de tração maior que o laboratório 178, para um mesmo °SR. Estes valores confirmam que as fibras das amostras do laboratório 178 podem estar mais cortadas que as do laboratório 100, apresentando propriedades físicas de resistência inferiores.

Como na rodada em questão se utilizou o mesmo lote de pasta celulósica para gerar as amostras A e B, a diferença verificada no índice de tração delas para o laboratório 148 denota, provavelmente problemas operacionais. Os demais laboratórios apresentam valores similares para as amostras A e B.

6 CONCLUSÃO

No caso da rodada apresentada, as conclusões principais são:

- Os laboratórios mais discrepantes (100 e 178) apresentam refinadores com características diferentes. Provavelmente, o laboratório 100 tem as facas do refinador PFI pouco afiadas, produzindo fibras com maior capacidade de absorção de água, enquanto o laboratório 178 apresenta um refinador com facas afiadas, produzindo maior quantidade de fibras cortadas.
- Os laboratórios 100 e 178 devem verificar a afiação das facas do refinador.
- O laboratório 148 apresenta problemas operacionais e deve rever seus procedimentos.
- Os demais laboratórios apresentam refinadores que processam a amostra de modo semelhante.

O estudo em questão apresenta um exemplo de Programa Interlaboratorial que foge do modelo comumente aplicado. Traz informações valiosas a seus participantes e fornece a eles elementos para ajuste de seus refinadores.

7 REFERÊNCIAS

1. Glossário - Fabricação do papel (português-português). Disponível em: <<http://www.celuloseonline.com.br/pagina/pagina.asp?iditem=170#R>>. Acesso em 2/5/2005.
2. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 14345:2004 - Pasta Celulósica – Refinação em laboratório – Método PFI*.
3. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 14031:2004 - Pasta celulósica - Determinação da resistência à drenagem pelo aparelho Schopper-Riegler*.
4. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 14479:2002 - Pasta celulósica - Preparação de folhas em laboratório para ensaios físicos - Método do formador de folhas convencional*.
5. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 14527:2002 - Pasta celulósica - Determinação das propriedades físicas em folhas formadas em laboratório*.
6. D'Almeida, M.L.O. (Coord.). *Celulose e Papel - Tecnologia de fabricação do papel*. 2.ed. São Paulo : SENAI/IPT, 1988. v.2. (IPT - Publicação, 1777).
7. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR ISO/IEC 17025:2001 - Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração*.
8. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT ISO/IEC Guia 43-1 - Ensaio de proficiência por comparações interlaboratoriais Parte 1: Desenvolvimento e operação de programas de ensaios de proficiência*.
9. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT ISO/IEC Guia 43-2 - Ensaio de proficiência por*

- comparações interlaboratoriais. Parte 2: Seleção e uso de programas de ensaios de proficiência por organismos de credenciamento de laboratórios.
10. Instituto de Metrologia , Normalização e Qualidade Industrial - INMETRO. VIM - *Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia*. 2.ed. Brasília, 2000.
 11. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT ISO GUIA 30:2000*. Termos e Definições relacionados com materiais de referência.
 12. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT ISO GUIA 31:2000*. Conteúdo de certificados de materiais de referência.
 13. Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT ISO GUIA 32:2000*. Calibração em química analítica e uso de materiais de referência certificados.
 14. International Organization for Standardization. *ISO GUIDE 33:2000*. Uses of certified reference materials.
 15. International Organization for Standardization. *ISO GUIDE 34:2000*. General requirements for the competence of reference material producers.
 16. International Organization for Standardization. *ISO GUIDE 35:2000*. Certification of reference materials – General and statistical principles.
-