



**UNIVERSIDAD DE LA REPÚBLICA
FACULTAD DE INGENIERÍA**

**Tesis para optar al título de
Magister en Ingeniería de Celulosa y Papel**

**PRE-EXTRACCIÓN ALCALINA DE MADERA DE ABEDUL
PREVIO AL PULPEO ALCALINO**

**Alkaline Pre-extraction of Birch Wood Prior to Alkaline
Pulping**

Autor / Author: Ing. Quím. Luciana Costabel

**Director de Tesis / Thesis Supervisor: Professor Dr. Herbert Sixta
Head of Biorefineries Research Group
Department of Forest Products Technology
Aalto University School of Chemical Technology**

**Instructor: Dr. Kyösti Ruuttunen
Teaching Researcher
Department of Forest Products Technology
Aalto University School of Chemical Technology**

**Montevideo, Uruguay
2013**

RESUMEN

Las fábricas de pasta química de celulosa existentes ofrecen un punto de partida único para la implementación de las futuras biorrefinerías. Para la industria de la celulosa, el proceso de biorrefinería puede ser concebido como la extracción y el uso de material que no contribuye a los productos celulosa y papel, y en particular del material que normalmente se disuelve en el licor negro y es quemado en la caldera de recuperación. En este sentido, la recuperación de las hemicelulosas disueltas en una etapa separada previa al pulpeo de la madera, para la generación de productos de valor agregado, puede potencialmente mejorar la economía global de una fábrica de pasta química de celulosa.

La extracción alcalina de hemicelulosas previo al pulpeo alcalino de la madera proporciona un camino adicional a los métodos de prehidrólisis ácida y autohidrólisis, ampliamente investigados en la actualidad, para aislar carbohidratos con un rendimiento razonablemente alto. Adicionalmente, el uso de una solución acuosa de hidróxido de sodio en el proceso de pre-extracción es compatible con los procesos de pulpeo kraft o soda-antraquinona. En particular, para la celulosa destinada a la producción de papel, el proceso de pre-extracción alcalina es una alternativa más conveniente para la preservación de las propiedades de resistencia de la fibra, que una prehidrólisis seguida del pulpeo alcalino.

Este trabajo tuvo como objetivo la recuperación de hemicelulosas de alto peso molecular, fundamentalmente xilanos, a través de una extracción alcalina. Simultáneamente, se buscó minimizar la cantidad de lignina co-extraída. Para la optimización de las condiciones de pre-extracción se utilizaron astillas de madera de abedul. Además de la incidencia de la temperatura y de la concentración de hidróxido de sodio, se estudió el efecto del espesor de las astillas de madera.

Las condiciones encontradas para la óptima extracción fueron: concentración de NaOH 2,5 M y temperatura de 95 °C. Para los ensayos de pre-extracción realizados en estas condiciones se calcularon balances de masa de lignina y de carbohidratos. Aproximadamente el 6% de la madera seca original se midió como polímeros de xilano en el licor extraído y el 1% como lignina co-extraída. El xilano selectivamente precipitado reveló un peso molecular promedio en peso (M_w) de 20 kDa, determinado por cromatografía de exclusión por tamaño.

Para una mejor purificación del xilano extraído, la solución extraída fue concentrada en un factor de 8 mediante filtración con membrana impulsada por presión. Este proceso de separación permite la recuperación de una gran parte del hidróxido de sodio en la corriente de permeado y hace a una precipitación posterior del xilano por acidificación más económica. La corriente de permeado que contiene el hidróxido de sodio recuperado puede ser reciclada hacia la preparación del licor de

cocción. Pruebas preliminares confirmaron que el xilano puede ser aislado con una mayor pureza cuando el pH se mantiene en un nivel más alto durante la etapa de precipitación, ya que la lignina permanece más soluble bajo esas condiciones.

Palabras clave: pre-extracción alcalina, pulpeo alcalino, biorefinerías, madera de abedul, hemicelulosas, filtración por membrana, xilano.

ABSTRACT

The existing chemical pulp mills offer a unique starting point for the implementation of future multi-product biorefineries. For the pulp industry, the biorefining process may be envisaged as the removal and use of material that does not contribute to paper and cellulose products, particularly the material which is normally dissolved in the black liquor and combusted in the recovery boiler. In that sense, the recovery of dissolved hemicelluloses in a separate stage prior to pulping for the production of added-value products may potentially improve the overall economy of a chemical pulp mill.

The alkaline extraction of hemicelluloses prior to alkaline pulping provides an additional possibility to isolate carbohydrates from wood in reasonably high yields, besides the currently widely investigated acid- and auto-catalyzed prehydrolysis. Furthermore, the use of aqueous sodium hydroxide solution in a pre-extraction process is compatible with kraft or soda-anthraquinone pulping processes, and particularly for the production of paper grade pulp, this process is more likely to preserve fibre strength properties than prehydrolysis followed by alkaline pulping.

The objective of this work was the recovery of high molecular weight hemicelluloses, mainly xylan, through alkaline extraction. At the same time, the amount of co-extracted lignin was to be minimized. Birch wood

chips were used for the optimization of the pre-extraction conditions. In addition to temperature and sodium hydroxide concentration, the effect of chip thickness was studied.

The optimized extraction conditions were found to be NaOH concentration of 2.5 M at 95 °C. Lignin and carbohydrate mass balances were calculated for pre-extraction trials performed at these conditions. Approximately 6% of the original dry wood material was measured in the extracted liquor as polymeric xylan and 1% as co-extracted lignin. The selectively precipitated xylan revealed a weight average molecular weight (Mw) of 20 kDa as determined by size exclusion chromatography.

For further purifying the extracted xylan, the diluted solution was concentrated by a factor of 8 by means of pressure-driven membrane filtration. This separation process allows the recovery of a large part of the sodium hydroxide in the permeate stream and makes a subsequent xylan precipitation via acidification more economical. The permeate stream containing the recovered sodium hydroxide may be recycled to the cooking liquor preparation. Preliminary tests confirmed that xylan can be isolated in higher purity when the pH is maintained at a higher level during the precipitation step since lignin remains more soluble under these conditions.

Key words: alkaline pre-extraction, alkaline pulping, biorefineries, birch wood, hemicelluloses, membrane filtration, xylan.