



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E ENGENHARIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FLORESTAIS

VANIELE BENTO DOS SANTOS

**IMPACTO DO GENÓTIPO, IDADE DE CORTE E CONDIÇÕES DE PRÉ-
HIDRÓLISE KRAFT NA MADEIRA DE EUCALIPTO PARA PRODUÇÃO DE
POLPA SOLÚVEL**

JERÔNIMO MONTEIRO - ES

2025

VANIELE BENTO DOS SANTOS

**IMPACTO DO GENÓTIPO, IDADE DE CORTE E CONDIÇÕES DE PRÉ-
HIDRÓLISE KRAFT NA MADEIRA DE EUCALIPTO PARA PRODUÇÃO DE
POLPA SOLÚVEL**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais do Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em Ciências Florestais, na Área de Concentração Ciências Florestais.

Orientadora: Graziela Baptista Vidaurre

Coorientadora: Maria Fernanda V. Rocha

Coorientador: Fernando José B. Gomes

JERÔNIMO MONTEIRO - ES

2025

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de
Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

D722i dos Santos, Vaniele Bento, 1995-
Impacto do genótipo, idade de corte e condições de pré-hidrólise
Kraft na madeira de eucalipto para produção de polpa solúvel /
Vaniele Bento dos Santos. - 2025.
89 f. : il.

Orientadora: Graziela Baptista Vidaurre.

Coorientadores: Maria Fernanda Vieira Rocha, Fernando
José Borges Gomes.

Tese (Doutorado em Ciências Florestais) - Universidade
Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias e
Engenharias.

1. Eucalipto. 2. Polpa de Madeira. 3. Hemicelulose. 4.
Celulose. 5. Viscosidade. I. Vidaurre, Graziela Baptista. II.
Rocha, Maria Fernanda Vieira. III. Gomes, Fernando José
Borges. IV. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de
Ciências Agrárias e Engenharias. V. Título

CDU: 630*38

**IMPACTO DO GENÓTIPO, IDADE DE CORTE E CONDIÇÕES DE PRÉ-
HIDRÓLISE KRAFT NA MADEIRA DE EUCALIPTO PARA PRODUÇÃO DE
POLPA SOLÚVEL**

VANIELE BENTO DOS SANTOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais do Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em Ciências Florestais, na Área de Concentração Ciências Florestais.

Aprovada em 20 de março de 2025.



Prof.ª Dr.ª Cristiane Pedrazzi
Curso de Engenharia Florestal - UFES
CNPq 307827/3

Prof.ª Dr.ª Cristiane Pedrazzi (Examinadora externa)
Universidade Federal de Santa Maria



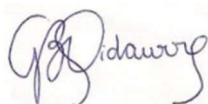
Prof. Dr. Jorge Gominho (Examinador externo)
Instituto Superior de Agronomia, Universidade de Lisboa



Prof. Dr. Dalton Longue Júnior (Examinador externo)
Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia



Prof. Dr. Jordão Cabral Moulin (Examinador interno)
Universidade Federal do Espírito Santo



Prof.ª Dr.ª Graziela Baptista Vidaurre Dambroz
(Orientadora) Universidade Federal do Espírito Santo

*Aos meus queridos pais,
Venceslau dos Santos e Marlene Bento,
que são meu alicerce e exemplo de dedicação e amor.*

Dedico

AGRADECIMENTOS

A Deus, minha eterna gratidão pela vida, saúde, pelas bênçãos concedidas e pela força que me sustentou em toda a minha trajetória.

À minha família, em especial aos meus pais, Venceslau dos Santos e Marlene Bento, por sempre acreditarem em mim, na minha capacidade e por me apoiarem, compreendendo minha ausência em momentos importantes. À Iara Carmona, minha companheira, pelo incentivo constante e por estar sempre ao meu lado. Seu carinho e apoio foram fundamentais para o nosso crescimento pessoal e profissional.

À Universidade Federal do Espírito Santo, ao Departamento de Ciências Florestais e da Madeira e ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais, por me proporcionarem qualificação profissional, oportunidades enriquecedoras e infraestrutura para a realização deste trabalho.

Ao apoio financeiro da Cooperação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) / Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Espírito Santo (FAPES), pela concessão da bolsa de doutorado. À FAPES, ainda, pelo suporte ao Estágio Técnico-Científico e ao Doutorado-Sanduíche no Exterior, e pelo incentivo à participação em eventos científicos.

À minha orientadora, prof.^a Graziela Vidaurre, minha profunda gratidão pelo apoio, confiança e direcionamento. Admiro sua trajetória e determinação. Foi — e continua sendo — um privilégio aprender e evoluir com você ao longo desses anos.

À Bracell Bahia Florestal e seus colaboradores, pela disponibilidade do material e apoio na pesquisa. A Nilton Peixe e equipe por toda contribuição na coleta. A João Filipe Guimarães por toda colaboração. E em especial, à Maria Fernanda Rocha, pela orientação, confiança e contribuições valiosas para a execução deste trabalho.

Ao prof. Fernando Gomes, pela orientação e suporte no desenvolvimento da pesquisa, assim como ao seu Laboratório de Biorrefinaria de Lignocelulósica (LBL/UFRRJ), pelo auxílio na realização das análises laboratoriais.

Aos membros da banca examinadora, prof.^a Cristiane Pedrazzi, prof. Dalton Longue Júnior, prof. Jordão Moulin e prof. Jorge Gominho, pela disponibilidade e pelas contribuições fundamentais para o aprimoramento deste trabalho.

Ao Centro de Estudos Florestais do Instituto Superior de Agronomia da Universidade de Lisboa (ISA/ULisboa), onde tive a oportunidade de realizar meu Estágio Técnico-Científico e Doutorado-Sanduíche no Exterior. Ao prof. Jorge Gominho, minha gratidão pelo acolhimento e pelos ensinamentos compartilhados. Ao

pesquisador Duarte Neiva, peça-chave no desenvolvimento desta pesquisa, obrigada por toda colaboração. À Solange Araújo, pelo carinho e amizade. E a todos os colegas do ForTec, Abílio Malengue, Ana Lourenço, Carolina Godinho, Helena Patrício, Tiago Falcão e Ricardo Costa.

Ao Laboratório de Celulose e Papel (LCP/UFV), onde pude realizar análises essenciais para esta tese. Minha gratidão à prof.^a Ana Márcia pela oportunidade e contribuição, e às queridas Verônica Barbosa e Maria Tereza, pelo auxílio.

Aos professores do Departamento de Ciências Florestais e da Madeira (DCFM), em especial ao prof. Jordão Moulin, pelas discussões enriquecedoras.

Aos técnicos e servidores do DCFM/UFES, Sr. Elecy Constantino, José Geraldo, Luciano Dias, Elizangela de Almeida, Calebe Pereira e Vanessa Firmino, pelo apoio e disponibilidade em auxiliar sempre que necessário.

A estagiária Paola Delatorre, pela dedicação e comprometimento na realização das análises laboratoriais da caracterização da madeira.

Ao Gustavo Jaske, pela parceria e dedicação como estagiário, e pela valiosa amizade. Obrigada por compartilhar comigo um caminho de crescimento e aprendizado.

Aos amigos e colegas do Núcleo de Pesquisa em Qualidade da Madeira (NUQMAD/UFES), pela parceria e apoio nos trabalhos. João Gabriel, Thyanne Neto, Udson Junior, Sttéfany Araújo, Sâmara Nunes, Érica Queiroz, Aguinaldo de Sousa, Natielly Medeiros, Anne Santos, Renata Guilherme, Luana Bento, Bruno Sangali e Gabriela Gimenez, obrigada pela troca de conhecimentos, pelas ideias compartilhadas e pelos momentos de descontração.

A Nauan Cirilo e Maria Naruna, pela amizade, aprendizados e contribuições ao longo desses anos. Foi um privilégio compartilhar essa caminhada com pessoas tão especiais como vocês.

A todos os amigos que a UFES me presenteou, em especial Paulo Roberto, João Ucella, Paulo Henrique, Jessica Sabrina, Fernanda Fonseca e Felipe Araújo, por tornarem essa jornada mais leve.

Às minhas amigas de vida, Lara Brenda, Ludmila Porto e Tath Lorena por estarem sempre presentes, independentemente da distância.

A cada um de vocês, minha eterna gratidão!

*"É justamente a possibilidade de realizar
um sonho que torna a vida interessante."*

Paulo Coelho

RESUMO GERAL

DOS SANTOS, Vaniele Bento. **Impacto do genótipo, idade de corte e condições de pré-hidrólise na madeira de eucalipto para produção de polpa solúvel**. 2025. Tese (Doutorado em Ciências Florestais) – Universidade Federal do Espírito Santo, Jerônimo Monteiro, ES. Orientadora: Prof^a. Dr^a. Graziela Baptista Vidaurre. Coorientadores: Prof. Dr. Fernando José Borges Gomes e Dr^a. Maria Fernanda Vieira.

A produção de polpa solúvel a partir da madeira de eucalipto requer um conhecimento aprofundado das propriedades da matéria-prima e das condições de processamento. Entre os principais fatores que influenciam a qualidade da polpa, destacam-se o genótipo da planta, a idade de corte da floresta e as condições do processo de pré-hidrólise, etapa fundamental para a remoção de hemiceluloses da madeira. Nesse contexto, este estudo teve como objetivo avaliar a influência dessas variáveis na madeira jovem de clones comerciais de eucalipto e na polpa não branqueada obtida pelo processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK). Para isso, foram analisadas cinco árvores de dois clones, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B), com idades de 3 e 5 anos, provenientes de plantações localizadas no estado da Bahia, Brasil. No primeiro capítulo, investigou-se o impacto do genótipo e da idade de corte na qualidade da madeira, considerando suas características químicas, físicas e anatômicas. Os resultados evidenciaram que a idade influenciou a formação de cerne, os teores de extrativos, cinzas e hemiceluloses, além do diâmetro e da frequência dos vasos. O genótipo, por sua vez, afetou principalmente a composição química da madeira, especialmente os teores de lignina e hemiceluloses. O clone A aos 5 anos, demonstrou maior potencial para a produção de polpa solúvel, apresentando densidade básica superior (450 kg.m^{-3}), maior teor de celulose (48%) e menores teores de hemiceluloses (23%), lignina (26%) e cinzas (0,49%). O segundo capítulo abordou a influência da severidade da pré-hidrólise na remoção de hemiceluloses. Foram aplicados pré-tratamentos hidrotérmicos em cavacos de madeira sob diferentes combinações de tempo e temperatura, avaliando-se o fator-P como parâmetro de severidade. Os resultados demonstraram que a solubilização das hemiceluloses atingiu até 90% dentro das condições experimentais, com um ponto otimizado identificado para um fator-P de 873, garantindo a remoção eficiente de hemiceluloses sem comprometer a fração celulósica. Além disso, modelos de regressão foram desenvolvidos para prever o rendimento do processo e a remoção de componentes lignocelulósicos, fornecendo subsídios para a otimização industrial da pré-hidrólise. No terceiro capítulo, avaliou-se o impacto da severidade da pré-

hidrólise na qualidade da polpa não branqueada obtida pelo processo PHK. O aumento da severidade reduziu significativamente o número Kappa e o teor de pentosanas, além de proporcionar melhorias de até 8,6% na alvura e 7,2% no índice de cristalinidade. No entanto, esses ganhos foram acompanhados por uma redução no rendimento e na viscosidade da polpa, além do aumento no consumo específico de madeira. O fator-P de 432 apresentou-se como uma alternativa viável para equilibrar a eficiência e a sustentabilidade na produção de polpa solúvel. Desta forma, os resultados deste estudo forneceram informações estratégicas para a indústria de polpa solúvel, auxiliando na seleção de materiais genéticos, na definição da idade de corte e na otimização das condições de pré-hidrólise.

Palavras-chave: Qualidade da madeira; Fator de severidade; Pré-hidrólise Kraft (PHK); Hemicelulose; Celulose; Número Kappa.

GENERAL ABSTRACT

DOS SANTOS, Vaniele Bento. **Impact of genotype, age, and pre-hydrolysis conditions on eucalyptus wood for dissolving pulp production.** 2025. Thesis (Doctorate in Forest Sciences) – Federal University of Espírito Santo, Jerônimo Monteiro, ES. Advisor (a): Prof^a. Dr^a. Graziela Baptista Vidaurre. Co-advisors: Prof. Dr. Fernando José Borges Gomes e Dra. Maria Fernanda Vieira.

The production of dissolving pulp from eucalyptus wood requires a thorough understanding of the raw material properties and processing conditions. Among the main factors influencing pulp quality, genotype, harvest age, and pre-hydrolysis process conditions stand out, with pre-hydrolysis being a critical step for hemicellulose removal. In this context, this study aimed to evaluate the influence of these variables on the young wood of commercial eucalyptus clones and the unbleached pulp obtained through the Pre-hydrolysis Kraft (PHK) process. For this purpose, five trees from two clones, *Eucalyptus urophylla* (A) and *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B), aged 3 and 5 years, were analyzed from plantations in the state of Bahia, Brazil. In the first chapter, the impact of genotype and harvest age on wood quality was investigated, considering its chemical, physical, and anatomical characteristics. The results showed that age influenced heartwood formation, the contents of extractives, ash, and hemicelluloses, as well as vessel diameter and frequency. Genotype, in turn, primarily affected the wood's chemical composition, particularly the lignin and hemicellulose contents. Clone A at 5 years demonstrated greater potential for dissolving pulp production, exhibiting higher basic density (450 kg.m^{-3}), a higher cellulose content (48%), and lower hemicellulose (23%), lignin (26%), and ash (0.49%) contents. The second chapter addressed the effect of pre-hydrolysis severity on hemicellulose removal. Hydrothermal pre-treatments were applied to wood chips under different time and temperature combinations, with the P-factor used as a severity parameter. The results showed that hemicellulose solubilization reached up to 90% under the experimental conditions, with an optimized point identified at a P-factor of 873, ensuring effective hemicellulose removal without compromising the cellulose fraction. Additionally, regression models were developed to predict process yield and lignocellulosic component removal, providing insights for the industrial optimization of pre-hydrolysis. In the third chapter, the impact of pre-hydrolysis severity on the quality of unbleached pulp obtained via the PHK process was evaluated. Increased severity significantly reduced the Kappa number and pentosan content, while leading to improvements of up to 8.6% in brightness and 7.2% in pulp crystallinity index. However, these

advantages were accompanied by a reduction in yield and pulp viscosity, as well as an increase in specific wood consumption. A P-factor of 432 emerged as a viable alternative to balance efficiency and sustainability in dissolving pulp production. Thus, the findings of this study provide strategic insights for the dissolving pulp industry, supporting the selection of genetic materials, the determination of harvest age, and the optimization of pre-hydrolysis conditions.

Keywords: Wood quality; Severity factor; Pre-hydrolysis Kraft (PHK); Hemicellulose; Cellulose; Kappa number.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO GERAL	15
1.1	OBJETIVOS	16
1.1.1	Objetivo geral	16
1.1.2	Objetivo específicos.....	16
1.2	ESTRUTURA DA TESE.....	17
	REFERÊNCIAS.....	17
2	CAPÍTULO I	19
	IMPACTO DO GENÓTIPO E DA IDADE NA QUALIDADE DA MADEIRA DE EUCALIPTO PARA POLPA SOLÚVEL¹	19
2.1	INTRODUÇÃO	20
2.2	MATERIAL E MÉTODOS	21
2.2.1	Caracterização da área de estudo e amostragem.....	21
2.2.2	Porcentagem de cerne e casca	23
2.2.3	Densidade básica da madeira	23
2.2.4	Caracterização química	24
2.2.5	Análise anatômica	25
2.2.6	Análise estatística.....	25
2.3	RESULTADOS	26
2.3.1	Cerne, casca e densidade básica da madeira	26
2.3.2	Composição química da madeira.....	28
2.3.3	Anatomia da madeira.....	30
2.3.4	Análise de componentes principais (PCA)	32
2.4	DISCUSSÃO	33
2.4.1	Cerne, casca e densidade básica da madeira	33
2.4.2	Composição química da madeira.....	34
2.4.3	Análise anatômica	36
2.5	CONCLUSÃO	38
	REFERÊNCIAS.....	38
3	CAPÍTULO II	45
	EFEITO DO FATOR-P NO PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE DA MADEIRA DE EUCALIPTO VISANDO A PRODUÇÃO DE POLPA SOLÚVEL²	45
3.1	INTRODUÇÃO	46
3.2	MATERIAL E MÉTODOS	48
3.2.1	Caracterização da área de estudo e amostragem.....	48
3.2.2	Tratamento de pré-hidrólise da madeira	49
3.2.3	Caracterização da madeira.....	51
3.2.4	Análise estatística.....	51

3.3	RESULTADOS	52
3.4	DISCUSSÃO	57
3.5	CONCLUSÃO	60
	REFERÊNCIAS.....	61
4	CAPÍTULO III	66
	OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE KRAFT (PHK) EM CLONES DE EUCALIPTO PARA PRODUÇÃO DE POLPA SOLÚVEL.....	66
4.1	INTRODUÇÃO	67
4.2	MATERIAL E MÉTODOS	69
4.2.1	Caracterização da área de estudo e amostragem.....	69
4.2.2	Tratamento de pré-hidrólise da madeira	70
4.2.3	Processo de polpação Kraft.....	72
4.2.4	Caracterização da polpa marrom.....	72
4.2.5	Análise estatística.....	73
4.3	RESULTADOS	73
4.4	DISCUSSÃO	80
4.5	CONCLUSÃO	84
	REFERÊNCIAS.....	84
5	CONCLUSÕES GERAIS.....	88

1 INTRODUÇÃO GERAL

As plantações de eucalipto desempenham um papel estratégico na indústria florestal brasileira, ocupando uma área de 7,8 milhões de hectares, o que representa 76% dos plantios florestais no país (IBÁ, 2024). Esse amplo cultivo reflete a alta produtividade e adaptabilidade do gênero, impulsionadas por avanços no melhoramento genético e no manejo florestal. No setor de celulose, o eucalipto se destaca como a principal matéria-prima, sendo essencial não apenas para a produção de polpa celulósica, mas também para a fabricação de polpa solúvel, um produto de alto valor agregado e crescente relevância global.

A polpa solúvel é uma celulose de alta pureza amplamente utilizada nos setores hospitalar, automotivo e alimentício, além de servir como a principal matéria-prima para a produção de tecidos de viscose na indústria têxtil (IBÁ, 2023), configurando-se como uma alternativa sustentável ao poliéster de origem fóssil. Esse material exige padrões rigorosos de qualidade, incluindo elevada alvura, alta concentração de α -celulose e baixos teores de hemiceluloses, lignina e extrativos (Sayyed, Deshmukh e Pinjari, 2019; Quintana, Valls e Roncero, 2024). Nesse contexto, as características da madeira influenciam diretamente a eficiência industrial e a qualidade da polpa, sendo a composição química e a densidade básica fatores determinantes no desempenho do processo.

Dentre os fatores que impactam as propriedades da madeira, destacam-se o genótipo das plantas e a idade de corte das florestas. A madeira jovem, por exemplo, apresenta diferenças estruturais e químicas em relação à madeira adulta, afetando diretamente as etapas de processamento e polpação (Trugilho, Lima e Mendes, 1996; Morais, 2008). A densidade da madeira, um dos principais parâmetros que influenciam a produtividade na polpação, embora seja uma característica herdável, tende a aumentar com a idade da árvore (Santos et al., 2021; Li et al., 2024). Desta forma, a seleção de genótipos e a definição do momento ideal de colheita, tornam-se estratégias fundamentais para otimizar o processo de polpação, especialmente diante da falta de madeira no mercado, e conseqüentemente, crescente necessidade de utilizar árvores cada vez mais jovens na indústria.

Além da escolha do material genético e da idade de corte, outro fator essencial na produção de polpa solúvel é a pré-hidrólise da madeira. Essa etapa tem como principal função a remoção de hemiceluloses, melhorando a reatividade da celulose e reduzindo o consumo de reagentes químicos nos processos subsequentes (Resende,

Colodette e Andrade, 2019). O grau de severidade da pré-hidrólise é controlado por parâmetros como o fator-P, que integra o tempo e a temperatura da reação (Dong et al., 2020). Métodos como o pré-tratamento hidrotérmico, que utiliza apenas água quente, vêm sendo amplamente adotados pela indústria devido à sua eficiência e menor impacto ambiental (Leschinsk, Sixta e Patt, 2009; Aditiya et al., 2016).

Assim, o processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK) se consolidou como a principal alternativa industrial para a produção de polpa solúvel, combinando uma etapa ácida (pré-hidrólise) para a remoção de hemiceluloses, seguida pelo cozimento alcalino (Kraft) e pelo branqueamento, visando atingir os elevados padrões de pureza exigidos para esse tipo de polpa (Sixta, 2006). Atualmente, os principais desafios nesse setor incluem a maximização da remoção de hemiceluloses, o aumento da reatividade da celulose e o controle preciso da viscosidade da polpa (Quintana, Valls e Roncero, 2024), fatores essenciais para a obtenção de produtos com alto desempenho.

A otimização das condições de pré-hidrólise para diferentes materiais genéticos e idades de corte da madeira de eucalipto representa um desafio crítico para a produção sustentável de polpa solúvel de alta qualidade. Nesse contexto, o presente estudo teve como objetivo avaliar o impacto dessas variáveis na composição química da madeira jovem de dois clones comerciais de eucalipto e nas características da polpa PHK obtida sob diferentes condições de pré-hidrólise. Os resultados visam fornecer subsídios para aprimorar a seleção da matéria-prima e estabelecer parâmetros otimizados para a produção eficiente de polpa solúvel.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar o impacto do genótipo, da idade de corte e das condições de pré-hidrólise Kraft (PHK) na madeira de eucalipto para produção de polpa solúvel.

1.1.2 Objetivo específicos

- a) Avaliar o impacto do genótipo e da idade de corte na qualidade da madeira de clones comerciais de eucalipto, considerando características químicas, físicas e anatômicas.

- b) Investigar o efeito das condições da pré-hidrólise na remoção de hemiceluloses da madeira, utilizando diferentes combinações de tempo e temperatura (fator-P).
- c) Desenvolver modelos de regressão para prever o rendimento do processo e a remoção de componentes lignocelulósicos, a partir das diferentes condições de pré-hidrólise.
- d) Analisar o impacto da severidade da Pré-hidrólise Kraft (PHK) na qualidade da polpa não branqueada, considerando parâmetros como número Kappa, teor de pentosanas, alvura, índice de cristalinidade, rendimento e viscosidade da polpa.
- e) Fornecer diretrizes para a indústria de polpa solúvel, auxiliando na seleção de materiais genéticos, na definição da idade de corte e na otimização das condições de pré-hidrólise para melhorar a eficiência do processo.

1.2 ESTRUTURA DA TESE

Para atingir aos objetivos, o estudo foi dividido em três capítulos, cujos temas são:

Capítulo I: Impacto do genótipo e da idade na qualidade da madeira de eucalipto para polpa solúvel.

Capítulo II: Efeito do fator-P no processo de pré-hidrólise da madeira de eucalipto visando a produção de polpa solúvel.

Capítulo III: Otimização do processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK) em clones de eucalipto para produção de polpa solúvel.

REFERÊNCIAS

ADITIYA, H. B.; MAHLIA, T. M. I.; CHONG, W. T.; NUR, H.; SEBAYANG, A. H. Second generation bioethanol production: a critical review. **Renew. Sustain. Energy Rev.** 2016.

DONG, Y.; JI, H.; DONG, C.; ZHU, W.; LONG, Z.; PANG, Z. Preparation of high-grade dissolving pulp from radiata pine. **Ind Crops Prod.** 2020.

IBÁ – Indústria Brasileira De Árvores. **Relatório 2023: Ano base 2022.** São Paulo, SP. 2023.

IBÁ – Indústria Brasileira De Árvores. **Relatório 2024: Ano base 2023.** São Paulo, SP. 2024.

LESCHINSKY, M.; SIXTA, H.; PATT, R. Detailed mass balances of the autohydrolysis of *Eucalyptus globulus* at 170 °C. **BioResources**, 2009.

LI, C.; TIAN, K.; LONG SU, X.; LI, Y.; DU, G.; ZHAN, H.; WANG, C.; WAN, H. Anatomical, chemical, physical and mechanical properties of *E. urophylla* x *grandis* and *E. globulus* at different ages and heights in Yunnan of China. **PREPRINT available at Research Square.** 2024.

MORAIS, P. H. D. **Efeito da idade da madeira de eucalipto na sua química e polpabilidade, e branqueabilidade e propriedades físicas da polpa.** 2008. Dissertação (Mestrado). Univerisade Federal de Viçosa, 2008.

QUINTANA, E.; VALLS, C.; RONCERO, M.B. Dissolving-grade pulp: a sustainable source for fiber production. **Wood Science and Technology.** 58: 23-85. 2024.

RESENDE, J. DE O.; COLODETTE, J. L.; ANDRADE, M. F. Estudo de localização da extração alcalina a frio (CCE) numa sequência de branqueamento de polpa solúvel de eucalipto. **Scientia Forestalis**, 47: 326-335. 2019.

SANTOS, L. M. H.; ALMEIDA, M.N.F.; SILVA, J. G. M.; VIDAURRE, G. B.; HEIN, P. R. G.; SILVA, G. F.; ZANUNCIO, A. J. V., et al. Variations in heartwood formation and wood density as a function of age and plant spacing in a fast-growing eucalyptus plantation. **Holzforschung**, 2021.

SAYYED, A. J; DESHMUKH, N. A.; PINJARI, D. V. A critical review of manufacturing processes used in regenerated cellulosic fibres: viscose, cellulose acetate, cuprammonium, LiCl/ DMAc, ionic liquids, and NMMO based lyocell. **Cellulose**, 2019.

SIXTA, H. **Handbook of pulp**, vol 1. Wiley-VCH, Weinheim. 2006.

TRUGILHO, P. F.; LIMA, J. T.; MENDES, L. M. Influência da idade nas características físico-químicas e anatômicas da madeira de *Eucalyptus saligna*. **Cerne**, Lavras, v. 2, n. 1, p. 94-111, 1996.

2 CAPÍTULO I

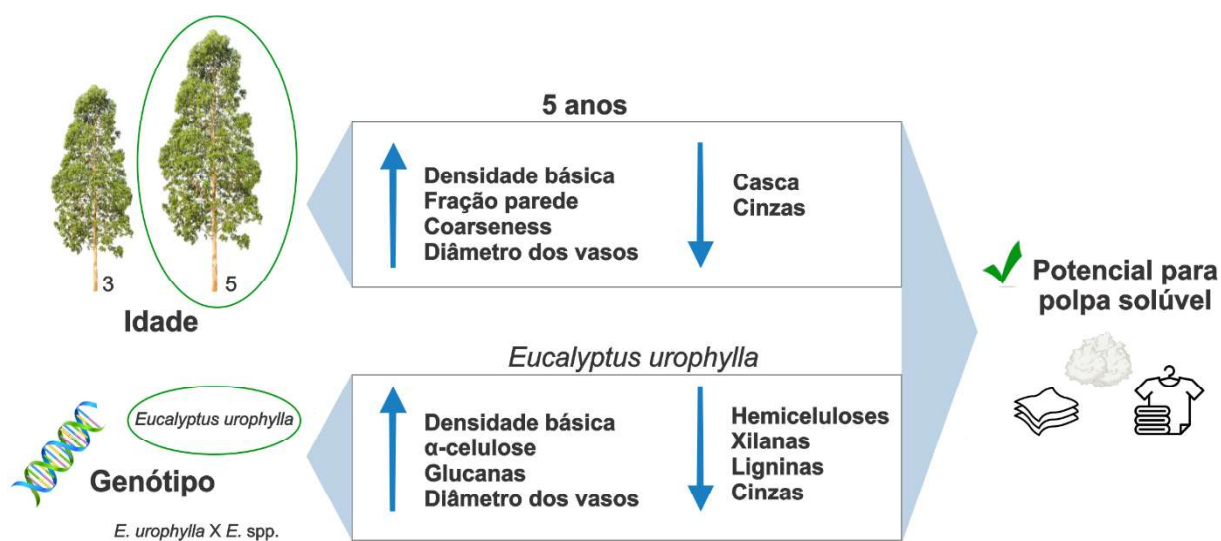
IMPACTO DO GENÓTIPO E DA IDADE NA QUALIDADE DA MADEIRA DE EUCALIPTO PARA POLPA SOLÚVEL¹

Resumo: As propriedades da madeira para a produção de polpa solúvel ainda são pouco exploradas em pesquisas sobre qualidade da madeira, especialmente em árvores de eucalipto. Diante disso, o presente estudo teve como objetivo avaliar o impacto do material genético e da idade de corte na qualidade da madeira jovem de clones comerciais de eucalipto destinados à produção de polpa solúvel. Foram avaliadas 05 árvores de dois clones, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B), com idades de 3 e 5 anos, provenientes de plantações localizadas em Itanagra e Alagoinhas, Bahia, Brasil. De cada árvore, foram coletados 03 discos em diferentes posições ao longo do fuste, a 0%, DAP (Diâmetro à Altura do Peito), 25%, 50%, 75% e 100% da altura comercial. As análises contemplaram a caracterização macroscópica e a determinação de propriedades químicas, físicas e anatômicas da madeira. Os resultados indicaram que a idade influenciou a formação de cerne e de cascas das árvores, além de impactar os teores de extrativos, cinzas, xilanas, galactanas e arabinanas, assim como o diâmetro e a frequência dos vasos. Os genótipos, por sua vez, afetaram os teores de extrativos, cinzas, lignina, hemiceluloses, xilanas e galactanas. Assim, a composição química da madeira foi a propriedade mais influenciada pelos fatores 'idade' e 'genótipo'. Além disso, o clone de *E. urophylla*, com 5 anos de idade, foi o que apresentou maior potencial para produção de polpa solúvel, com base nas seguintes descobertas: maior densidade básica (450 kg.m^{-3}), maior taxa de glucanas (48%) e menor concentração de hemicelulose (23%), lignina (26%) e cinzas (0,49%).

Palavras-chave: Densidade básica da madeira; Composição química da madeira; Celulose solúvel; Material genético.

¹ Esse trabalho foi publicado na revista Industrial Crops & Products 218 (2024) 118930.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.118930>

Resumo gráfico:



2.1 INTRODUÇÃO

As plantações de eucalipto no Brasil abrangem 7,8 milhões de hectares, o que corresponde a 76% de toda a área de florestas plantadas no país (IBÁ, 2024). Essa ampla extensão está diretamente relacionada à alta produtividade e adaptabilidade desse gênero, favorecidas por sua plasticidade fenotípica de desenvolvimento e pelas características intrínsecas da madeira, além dos avanços proporcionados por intensas pesquisas em melhoramento e manejo florestal no Brasil. Esse contexto reforça o rápido crescimento inicial do eucalipto após o plantio, permitindo que as árvores se estabeleçam no campo antes dos três anos de idade (Poersch et al., 2017).

A madeira de eucalipto é a principal matéria-prima para a produção de celulose no Brasil. O país mantém sua posição como o segundo maior produtor mundial de celulose, com um foco crescente na produção de polpa solúvel (IBÁ, 2024). A polpa para dissolução ou celulose solúvel são polpas especiais, que se caracterizam como um material de alto grau de pureza (Sixta, 2006). Atualmente, tem sido utilizada nos setores hospitalar, alimentício e automotivo, além de servir como principal matéria-prima para a fabricação de tecidos de viscose na indústria têxtil (IBÁ, 2023), configurando-se como uma alternativa sustentável ao poliéster de origem fóssil.

No contexto da produção de polpa solúvel, a madeira influencia diretamente tanto o processo industrial quanto a qualidade final do produto, especialmente em relação à densidade básica e à composição química. Isso se deve ao alto padrão e valor

agregado desse tipo de polpa, que requer elevada alvura, alta concentração de α -celulose, níveis consistentes de polimerização, forte reatividade e baixos teores de hemiceluloses, lignina, extrativos e cinzas (Sayyed, Deshmukh e Pinjari, 2019; Quintana, Valls, e Roncero, 2024).

A variabilidade da madeira de eucalipto, dentro e entre espécies/genótipos, exerce um papel significativo no processo de polpação, estando diretamente relacionada à idade da árvore (Trugilho, Lima e Mendes, 1996). As propriedades químicas da madeira apresentam variações iniciais entre o lenho juvenil e o adulto, mas tendem a se estabilizar com o amadurecimento da árvore (Trugilho, Lima e Mendes, 1996; Morais, 2008). Embora a densidade básica seja uma característica altamente herdável, essa propriedade aumenta progressivamente com a idade da árvore (Santos et al., 2021; Li et al., 2024).

Diante disso, o impacto do material genético e da idade das árvores na composição química da madeira e nas variáveis do processo de polpação representa uma questão relevante para a indústria. Esse fator é particularmente crítico no caso de espécies de rápido crescimento e ciclos de rotação curtos, como o eucalipto, cuja colheita no Brasil ocorre entre 5 e 7 anos após o plantio. O conhecimento dessas variações é essencial para determinar o momento ideal de colheita, considerando, inclusive, a viabilidade de cortes mais precoces para a produção de celulose (Morais, 2008; Brito et al., 2020).

Nesse contexto, a adoção de parâmetros de qualidade da madeira para seleção precoce surge como uma abordagem sustentável e eficiente para a produção de polpa solúvel, especialmente diante da escassez de matéria-prima e da utilização de árvores mais jovens nos processos industriais. Assim, o presente estudo teve como objetivo avaliar o impacto do material genético e da idade de corte na qualidade da madeira jovem de clones de eucalipto destinados à produção de polpa solúvel.

2.2 MATERIAL E MÉTODOS

2.2.1 Caracterização da área de estudo e amostragem

Os materiais deste estudo foram provenientes de plantios comerciais, situados no município de Itanagra e Alagoinhas, Bahia, Brasil. Foram selecionadas 5 árvores de dois clones de eucalipto, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B), com idades de 3 e 5 anos. As parcelas do clone A (3 e 5 anos) e do clone B (3

anos) possuíam uma área útil de 9 m², enquanto a do clone B (5 anos) apresentava 8 m².

As regiões estudadas possuem clima tropical, caracterizado por uma estação seca e um verão chuvoso, sendo classificadas como Aw segundo Köppen (Alvares et al., 2013). Os solos predominantes na área são o amarelo franco distrófico e o vermelho-amarelo franco distrófico. A fertilização das árvores ocorreu no primeiro ano após o plantio (1^o, 3^o e 12^o mês) para suprir eventuais deficiências nutricionais.

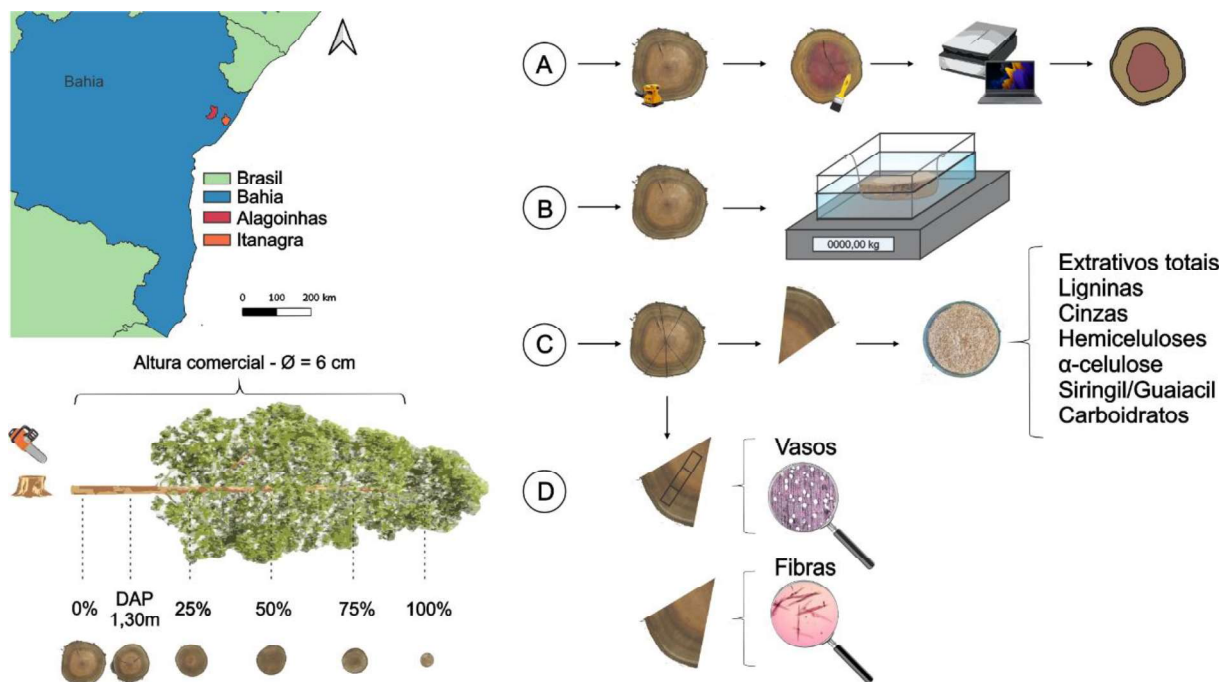
As árvores de cada clone e idade foram colhidas de acordo com o diâmetro médio dos talhões, considerando 5% de desvio da média, definido pelo último inventário florestal. A seleção das árvores considerou critérios como saúde, formato do fuste e ausência de defeitos ou anomalias. A cubagem rigorosa foi conduzida pelo método de Smalian (Soares, Paula Neto e Souza, 2011), e a altura comercial foi estabelecida a partir de um diâmetro mínimo de 6 cm, incluindo a casca (Tabela 1). Para análise da madeira, foram retirados três discos de 3 cm de espessura em seis posições ao longo do tronco, correspondentes a 0%, DAP, 25%, 50%, 75% e 100% da altura comercial (Figura 1).

Tabela 1 – Valores médios dos parâmetros dendrométricos das árvores dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B).

Clone	Idade (anos)	DAP (cm)	Altura total (m)	Altura comercial (m)	Volume (m ³)	IMA (m ³ .ha ⁻¹ .ano ⁻¹)
A	3	12,18	20,70	14,80	125,23	41,74
	5	14,44	25,06	20,48	223,85	44,77
B	3	11,77	19,14	13,26	101,15	34,38
	5	13,73	22,88	17,60	175,16	35,03

Em que: DAP = Diâmetro à altura do peito (1,30 m do solo); IMA = Incremento médio anual.

Figura 1 – Esquema metodológico da amostragem.



Em que: A = Caracterização macroscópica (cerne e casca); B = Densidade básica; C = Composição química; D = Caracterização anatômica.

2.2.2 Porcentagem de cerne e casca

A variação da porcentagem de cerne e casca ao longo do tronco, da base ao topo, foi determinada nas seis posições das árvores e calculada pela metodologia de volume ponderado de Smalian (Santos et al., 2021). Os discos foram polidos com lixas de grãos 50 e 80 para melhorar a visualização da superfície, e, aplicou-se a solução de *Dimethyl yellow* (0,2% em etanol) para diferenciação da coloração do lenho (Castro, 2014). Posteriormente, foram escaneados (Scanner Epson Perfection v750 pro/600 dpi) e a delimitação da área total do disco, lenho e cerne foi realizada utilizando um sistema de análise de imagem (Image Pro-plus 6.2), (Almeida et al., 2022a).

2.2.3 Densidade básica da madeira

A densidade básica da madeira foi determinada em disco pelo método de balança hidrostática, a partir das seis posições ao longo do tronco. O procedimento consistiu na relação entre a massa seca da madeira e o volume saturado, conforme a norma NBR 11941 (ABNT, 2003). A saturação dos discos, sem aplicação de vácuo, foi alcançada após 70 dias de imersão em água.

2.2.4 Caracterização química

Para a análise da composição química da madeira, utilizaram-se amostras compostas de serragem das seis posições das árvores, classificadas em peneiras (40/60 mesh) e determinadas o teor absolutamente seco (a.s.) (TAPPI 264 om-88, 1997). A quantidade de cinzas foi obtida por incineração de 1 g (a.s.) de serragem em mufla a 600 °C por 4 horas, de acordo com a NBR 8112 (ABNT, 1986).

O teor de extrativos totais foi determinado em 2 g (a.s.) de serragem. A extração sequencial envolveu a combinação de álcool e tolueno (1:2) por 5 horas, seguida de extração com álcool 96° GL por 4 horas em aparelho Soxhlet completo. Posteriormente, a amostra foi submetida à extração em banho-maria a 100 °C por 1 hora, conforme TAPPI T204 cm-97 (1997).

A lignina Klason foi determinada segundo TAPPI T222 om-97 (1997), com adaptações de Gomide e Demuner (1986). A amostra livre de extrativos (0,3 g) foi tratada com 3 mL de ácido sulfúrico a 72% por 1 hora em banho-maria a 30 °C. Em seguida, a solução foi diluída em 84 mL de água destilada e autoclavada por 1 hora a 120 °C. O material resultante foi filtrado a vácuo, seco e pesado. A lignina solúvel, que ficou no filtrado da hidrólise, foi analisada em espectrofotômetro UV-Vis (Varian Cary 50 Probe) a 205 nm. A lignina total foi calculada pela soma da lignina Klason e da lignina solúvel.

Os carboidratos estruturais da madeira (glucanos, xilanos, galactanos, mananos e arabinanos) foram quantificados por cromatografia líquida de alta eficiência. O filtrado da hidrólise ácida foi diluído para 250 mL, e 2,5 mL dessa solução foram misturados com 1,0 mL de solução de fucose (1000 ppm) em frasco de 10 mL. Após filtração em membrana de 0,45 µm, a análise foi realizada em cromatógrafo de íons Metrohm (940 Professional IC Vario) equipado com coluna CarboPac PA1 (4 mm x 250 mm). A fase móvel consistiu em água de osmose, 0,3 mol/L de hidróxido de sódio e 0,15 mol/L de acetato de sódio, com vazão de 1 mL/min (SCAN-CM 71:09, 2009).

Por via úmida, o teor de holocelulose foi determinado pelo método de deslignificação ácida (Wise, Murphy e Daddieco, 1946). Foram utilizadas 2 g (a.s.) de amostra livre de extrativos em uma solução de 80 mL de água destilada quente, 1 mL de ácido acético, 4 g de clorito de sódio e 2 g de acetato de sódio, por duas horas em banho-maria a 70°C. Em seguida, foram adicionados mais 4 g de clorito de sódio e 2

g de acetato de sódio, totalizando 4 horas de reação. A amostra foi então lavada em 1000 mL de água destilada quente, seca e pesada.

A α -celulose foi quantificada conforme TAPPI T203 cm-09 (2009). Foi utilizada 1 g (a.s.) da amostra de holocelulose e 15 mL de peróxido de hidrogênio em um almofariz com pistilo. O conjunto reagiu por 2 minutos, e em seguida a amostra foi triturada por 8 minutos. Posteriormente, foi lavada com 1000 mL de água destilada, seca e quantificada. A fração de hemiceluloses foi obtida pela subtração do teor de α -celulose da holocelulose.

A relação siringil/guaiacil foi determinada por cromatografia líquida após oxidação de 0,2 g de amostra livre de extrativos em 7 mL de solução aquosa de NaOH e 0,5 mL de nitrobenzeno (Lin e Dence, 1992). Os produtos de oxidação foram separados em coluna LC-18. A fase móvel consistiu em acetonitrila e água (1:6 v/v), ajustada para pH 2,6 com tampão de ácido trifluoroacético (TFA). A detecção foi realizada a 280 nm, com temperatura de 40 °C, fluxo de 1 mL/min, injeção de 20 μ l e pressão de 160 kgf/cm². Os compostos utilizados como padrão cromatográfico foram vanilina para guaiacil e siringaldeído para siringil.

2.2.5 Análise anatômica

As dimensões dos vasos foram determinadas por meio de cortes histológicos, obtidos com um micrótomo. Amostras de 2 x 2 x 3 cm foram retiradas do disco à altura do DAP de cada árvore, em três regiões distintas: cerne, alburno e zona de transição entre cerne e alburno. A média geral do diâmetro e frequência de vasos de cada árvore foi calculada a partir dessas medições.

Para a análise das fibras, utilizou-se a amostra composta do DAP, submetida à técnica de maceração de Nicholls e Dadswell, conforme descrito por Ramalho (1987). Os valores de coarseness e a quantidade de fibras por grama (milhões) foram determinados no analisador de imagens Valmet Fiber Image Analyzer (VALMET FS5). A partir das dimensões das fibras, calculou-se a fração da parede das fibras, conforme Foelkel et al. (1978).

2.2.6 Análise estatística

Os testes de Shapiro-Wilk e Bartlett foram aplicados ao nível de significância de 5% para verificar a normalidade dos resíduos das médias e a homogeneidade da

variância. A análise fatorial foi utilizada para avaliar os efeitos da idade e do genótipo sobre as propriedades da madeira de eucalipto. O experimento incluiu duas idades e dois genótipos, totalizando quatro tratamentos e cinco repetições, em um delineamento inteiramente casualizado. Para as propriedades da madeira em que a interação não foi significativa ($P < 0,05$), os fatores idade e genótipo foram analisados separadamente por meio da análise de variância (ANOVA) pelo teste F ao nível de significância de 5%.

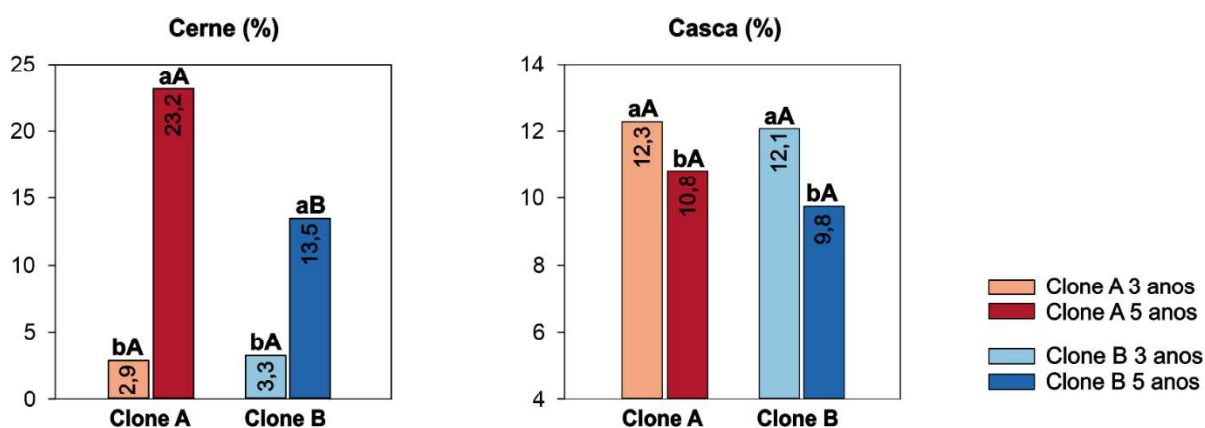
A análise de componentes principais (PCA) foi utilizada para ordenar os dados que apresentaram interação significativa ($P < 0,05$), a fim de identificar quais variáveis apresentaram maior peso para os fatores idade e genótipo. Todas as análises foram processadas no *software* R Studio versão 4.0.2 (R Core Team, 2020).

2.3 RESULTADOS

2.3.1 Cerne, casca e densidade básica da madeira

A interação entre os fatores idade e genótipo influenciou significativamente a porcentagem de cerne e casca das árvores. Aos 3 anos de idade, as árvores já apresentavam cerne, com valores estatisticamente semelhantes entre os clones A (*Eucalyptus urophylla*) e B (*E. urophylla* x *Eucalyptus spp.*). No entanto, aos 5 anos, observaram-se diferenças estatísticas entre os genótipos, sendo que o clone A apresentou maior produção de cerne. Para a porcentagem de casca, apenas a idade do material influenciou significativamente, com as árvores de 3 anos apresentando a maior quantidade (Figura 2).

Figura 2 – Porcentagem de cerne e casca dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B) aos 3 e 5 anos de idade.

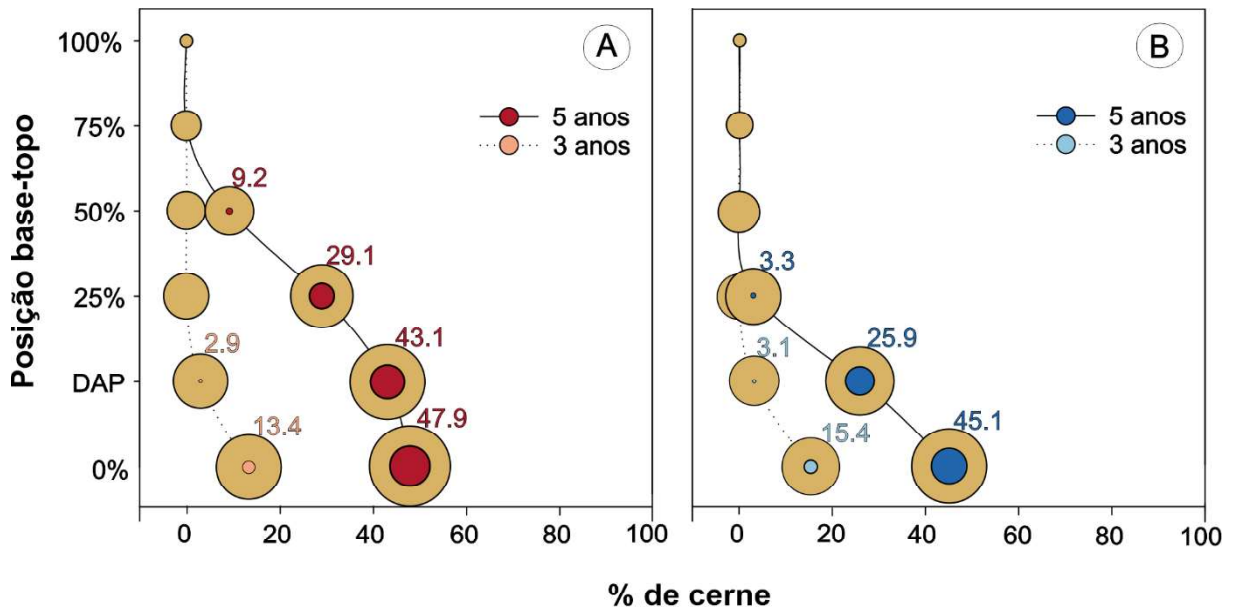


Em que: Médias seguidas da mesma letra, minúsculas entre as idades de cada clone e maiúsculas entre clones de cada idade, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

A produção de cerne aumentou com a idade das árvores. No clone A, aos 5 anos, a produção de cerne foi 8,1 vezes maior em comparação às árvores de 3 anos, enquanto no clone B esse aumento foi de 4,2 vezes. Ambos os genótipos apresentaram uma taxa de produção de casca aproximadamente 1,2 vezes maior aos 3 anos.

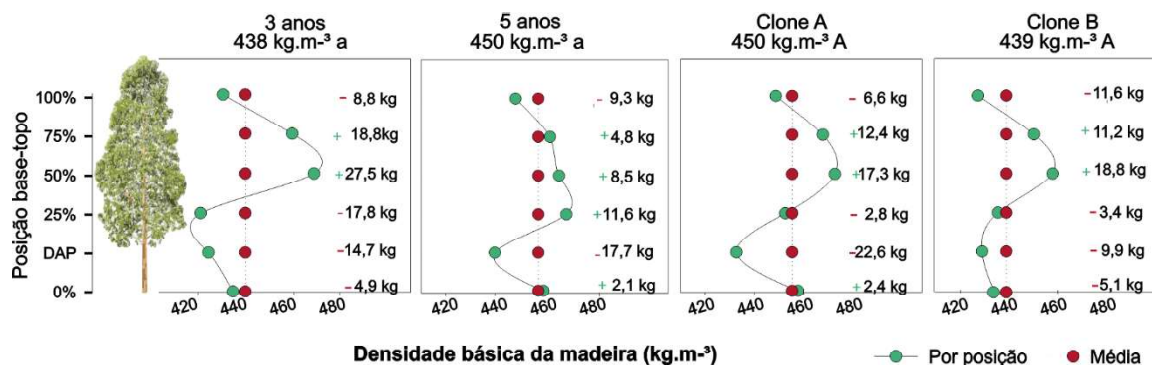
A porcentagem de cerne diminuiu da base para o topo das árvores. Aos 3 anos, ambas as árvores apresentavam cerne até o DAP. No clone A, aos 5 anos, verificou a presença de cerne até 50% da altura comercial, com produção 1,7 vezes maior do que no clone B, que apresentava cerne até 25% da altura comercial (Figura 3).

Figura 3 – Variabilidade base-topo da porcentagem de cerne dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B) aos 3 e 5 anos de idade.



Não houve interação entre idade e genótipo para a densidade básica da madeira. Assim, como esses fatores são independentes, foram analisados separadamente. Não foram observadas diferenças estatísticas entre idades e genótipos. No entanto, as árvores de 5 anos apresentaram 12 kg a mais em comparação às de 3 anos. Em relação aos genótipos, o clone A foi 11 kg mais denso que o clone B (Figura 4).

Figura 4 – Variabilidade base-topo da densidade básica da madeira dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B) aos 3 e 5 anos de idade.



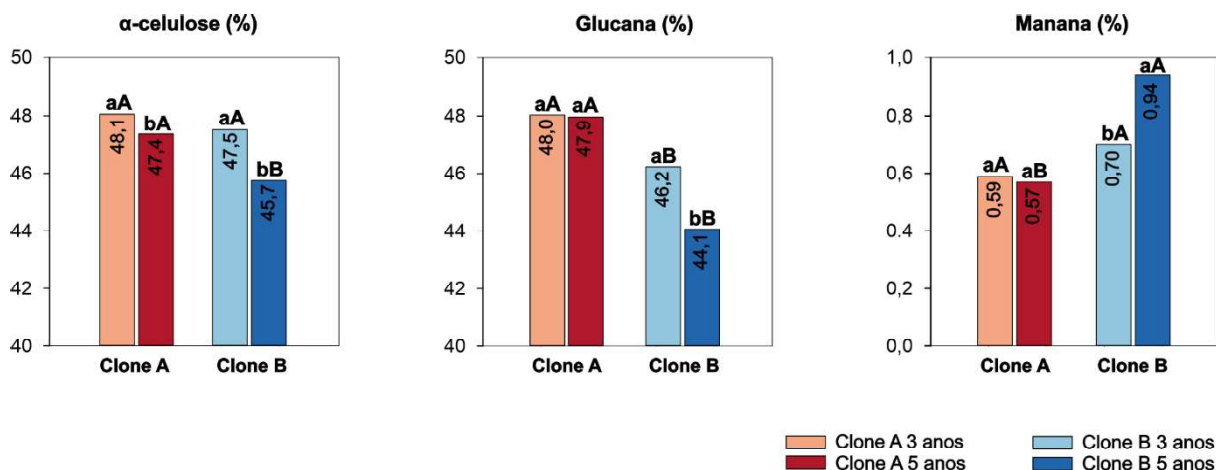
Em que: Médias seguidas pela mesma letra, minúscula para idade e maiúscula para clone, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

Os materiais apresentaram a mesma tendência de variação base-topo na densidade básica da madeira. A densidade diminuiu da base até a altura do DAP, aumentando ao longo do fuste e voltando a diminuir próximo à copa. No entanto, o perfil da densidade básica em relação à média da árvore variou conforme a idade. Aos 3 anos, houve maior variação ao longo do fuste, sendo que apenas a posição da base se aproximou da densidade média da árvore. Entre os genótipos, as posições que mais se aproximaram da média foram a base e 25% da altura comercial.

2.3.2 Composição química da madeira

A interação entre idade e genótipo influenciou significativamente os teores de α -celulose, glucanas e mananas. Aos 3 anos, observou-se maiores teores de α -celulose. Em relação aos genótipos, o clone A apresentou o maior teor de α -celulose, glucanas, enquanto o clone B, aos 5 anos, exibiu maior teor de mananas (Figura 5).

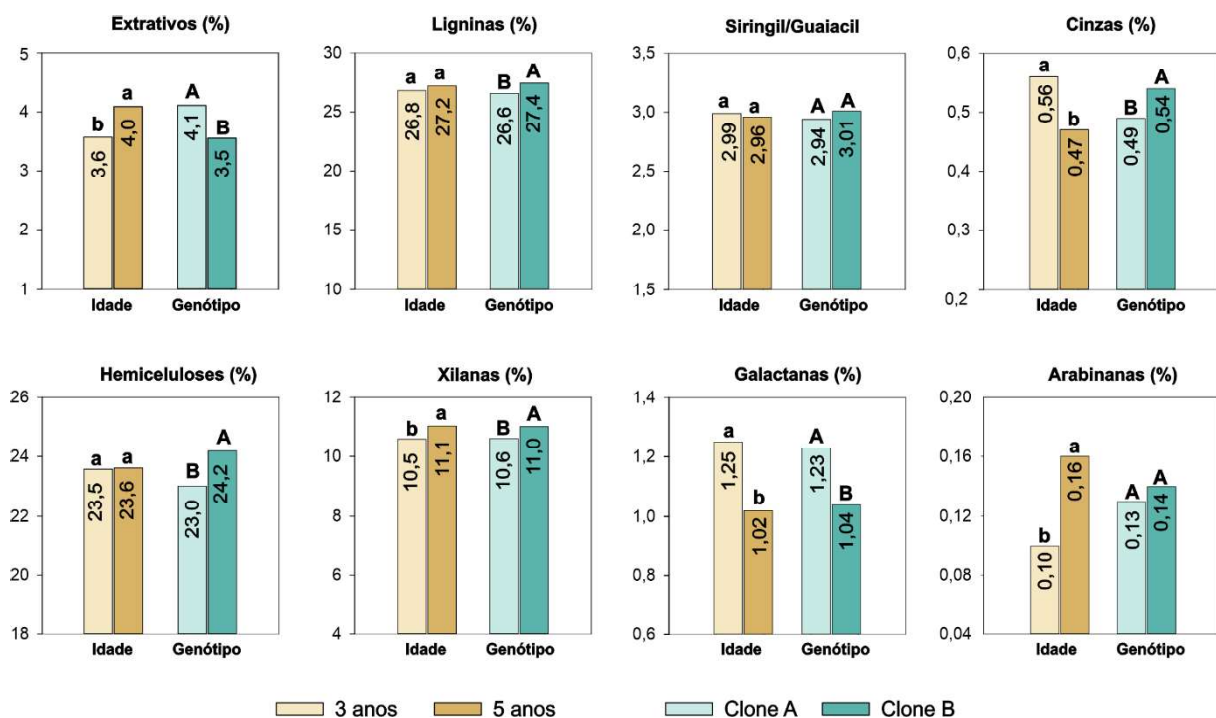
Figura 5 – Teor de α -celulose, glucanas e mananas da madeira dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B) aos 3 e 5 anos de idade.



Em que: Médias seguidas da mesma letra, minúsculas entre as idades de cada clone e maiúsculas entre clones de cada idade, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

Não houve interação entre idade e genótipo para as demais propriedades químicas da madeira, portanto, esses fatores foram analisados separadamente. Os teores de extrativos, cinzas, xilanas e galactanas apresentaram diferenças estatísticas em função da idade e do genótipo dos materiais. Os teores de arabinanas só apresentaram diferenças estatística para idade, enquanto que lignina e hemiceluloses só apresentaram diferenças para o genótipo (Figura 6).

Figura 6 – Composição química (%) da madeira dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B) aos 3 e 5 anos de idade.



Em que: Médias seguidas pela mesma letra, minúscula para idade e maiúscula para clone, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

A relação siringil/guaiacil não variou significativamente entre idades e genótipos. No entanto, as estruturas de siringil foram mais frequentes, chegando a ser três vezes mais do que as estruturas de guaiacil.

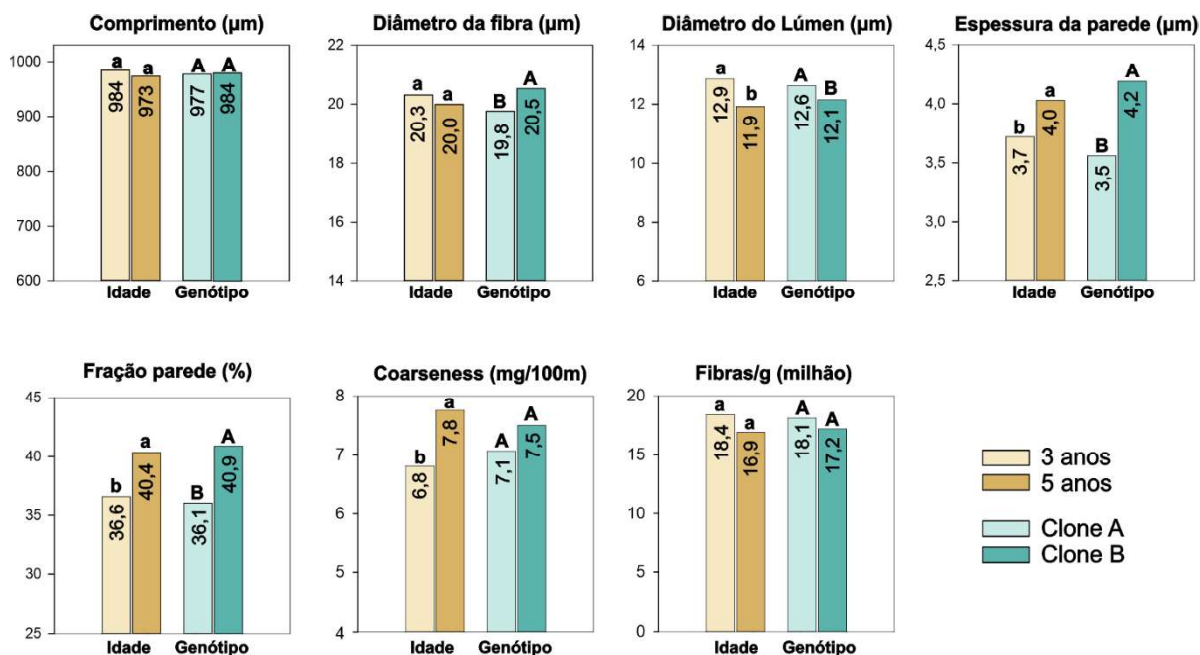
Os clones aos 5 anos de idade apresentaram, em média, teores 1,3 vezes superiores de extrativos, xilanas e arabinanas, além de teores 1,2 vezes inferiores de cinzas e galactanas, quando comparados aos materiais com 3 anos. Na comparação entre genótipos, o clone A apresentou teores 1,2 vezes superiores de extrativos e galactanas, enquanto o clone B exibiu teores 1,1 vezes maiores de lignina, cinzas, hemiceluloses e xilanas.

Quase metade da composição química da madeira foi representada por glucanas, que corresponderam, em média, 46,6% da massa da madeira. As xilanas foram a fração predominante das hemiceluloses, representando, em média, 10,8% dessa fração. Outros carboidratos, como galactanas e mananas, corresponderam a menos de 1,2% da massa da madeira, enquanto que arabinanas representaram a menor fração, com média de 0,13%.

2.3.3 Anatomia da madeira

As dimensões das fibras da madeira foram analisadas separadamente para as variáveis idade e genótipo, uma vez que não houve interação entre elas. Observou-se diferenças estatísticas no diâmetro das fibras em função da idade e na largura das fibras em função do genótipo. Além disso, ambas as variáveis apresentaram diferenças estatísticas no diâmetro do lúmen, na espessura da parede celular e na fração de parede. No entanto, não houve diferenças significativas no comprimento das fibras e na quantidade de fibras por grama (milhões) (Figura 7).

Figura 7 – Dimensão e índice qualitativo de fibras da madeira dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B) aos 3 e 5 anos de idade.

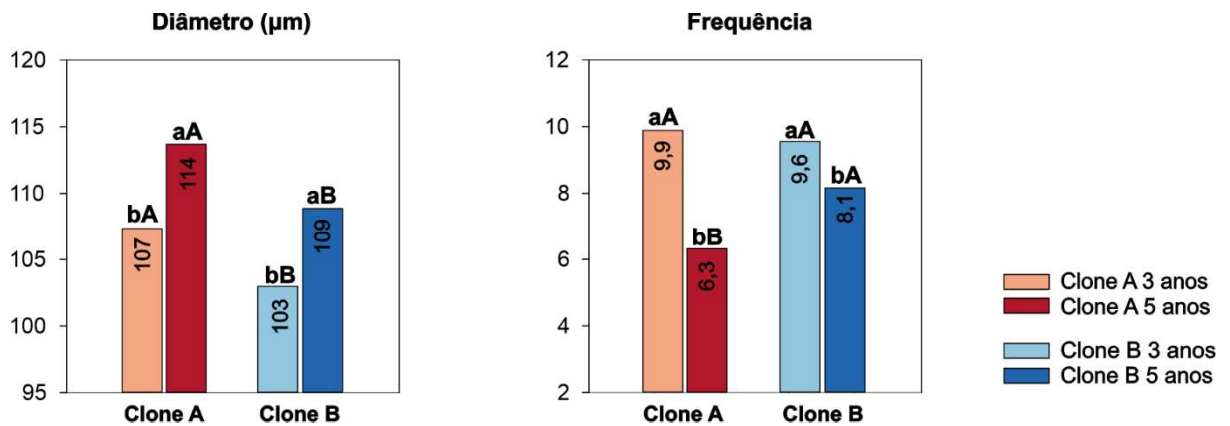


Em que: Médias seguidas pela mesma letra, minúscula para idade e maiúscula para clone, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

Aos 5 anos, os materiais apresentaram fibras mais espessas, cerca de 7,5% maior que os materiais com 3 anos. Além disso, os valores da fração de parede e de Coarseness aumentaram com a idade das árvores. Na comparação entre genótipos, o clone B apresentou fibras mais espessas, cerca de 16,7%, além de um valor médio da fração de parede 1,2 vezes maior do que o clone A.

Para o diâmetro médio e a frequência dos vasos da madeira houve interação entre idade e genótipo. Aos 3 anos, os genótipos apresentaram frequência de vasos estatisticamente semelhante. No entanto, em ambos os genótipos, as árvores apresentaram vasos de maior diâmetro e menor frequência aos 5 anos de idade (Figura 8).

Figura 8 – Dimensão e frequência de vasos da madeira dos clones *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B) aos 3 e 5 anos de idade.

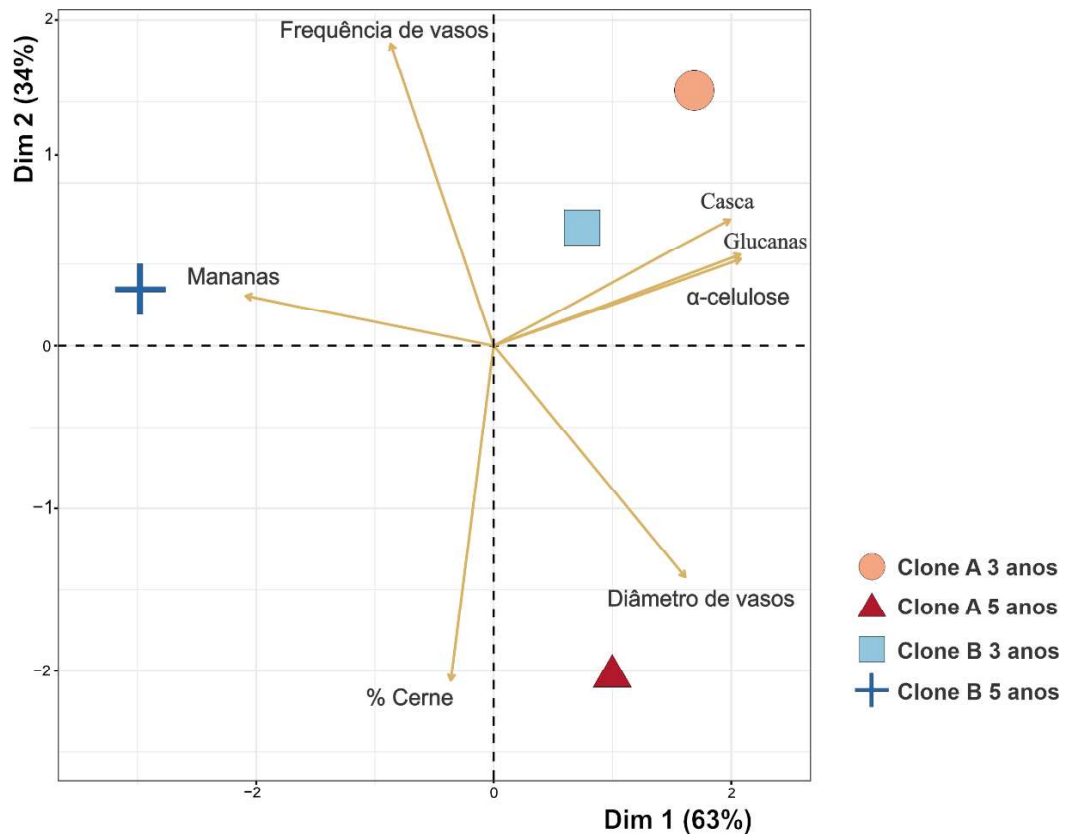


Em que: Médias seguidas da mesma letra, minúsculas entre as idades de cada clone e maiúsculas entre clones de cada idade, não diferem entre si a 5% de significância usando o teste F.

2.3.4 Análise de componentes principais (PCA)

A madeira dos clones com 3 e 5 anos de idade apresentou comportamentos distintos na interação idade/genótipo. A primeira componente da análise de componentes principais (PCA) explicou 63% da variabilidade dos dados, enquanto a segunda componente explicou 34% (Figura 9).

Figura 9 – Distribuição das variáveis da madeira que apresentaram interação significativas na análise de componentes principais (PCA) por idade e genótipo avaliado.



Aos 3 anos, as principais variáveis associadas a ambos os clones foram a porcentagem de casca e os teores de α -celulose e glucanas. Aos 5 anos, a porcentagem de cerne e o diâmetro dos vasos foram as principais variáveis para o clone A, enquanto o clone B apresentou maior influência dos teores de mananas e da frequência dos vasos.

2.4 DISCUSSÃO

2.4.1 Cerne, casca e densidade básica da madeira

As camadas recém-formadas de madeira aumentam gradualmente da base para o topo do tronco, em que, a proporção da área de cerne na base corresponde à madeira mais antiga. Assim, à medida que a árvore envelhece, espera-se que a quantidade de cerne no fuste aumente (Canal et al., 2020; Santos, Garcia e Geraldi, 2004). O percentual de cerne formado nos materiais avaliados acompanhou tanto o aumento do diâmetro das árvores quanto o avanço da idade, além de apresentar variabilidade ao longo do tronco. Este resultado foi similar ao observado em madeiras jovens de clones de *Eucalyptus* plantados no Brasil com idades entre 2 e 6 anos (Brito et al., 2019; Santos et al., 2021).

O cerne começa a se formar em árvores jovens de eucalipto cultivadas no Brasil a partir dos 2 anos de idade (Santos et al., 2021), um fenômeno associado ao rápido crescimento desse gênero no país, onde as árvores se estabelecem no campo antes dos 3 anos (Poersch et al., 2017). Além disso, vale ressaltar que a produção de madeira e a formação de cerne estão diretamente relacionadas tanto ao controle genético quanto às condições climáticas favoráveis ao plantio (Taylor, Gartner e Morrell, 2002; Almeida et al., 2020).

Árvores mais jovens tendem a apresentar maior porcentagem de casca (Rios e Mori, 2012). No entanto, a pequena diferença de idade entre os materiais analisados não foi suficiente para alterar esse parâmetro. As análises laboratoriais indicaram maior facilidade na remoção da casca da madeira seca do Clone A. Esse fator é essencial para a otimização operacional durante a colheita, pois resíduos de casca nos cavacos impactam diretamente o rendimento e a alvura da celulose (Souza et al., 2011).

A densidade da madeira além de apresentar alta herdabilidade genética, tende a aumentar com a idade da árvore (Meneses et al., 2015; Santos et al., 2021). Este processo é resultante das mudanças no meristema cambial, caracterizadas pelo

aumento da espessura da parede das fibras e pela redução na frequência e no número de vasos (Sette et al., 2012). Resultados semelhantes foram observados para os clones de eucalipto analisados aos 3 e 5 anos de idade.

A variabilidade da densidade básica da madeira, tanto dentro da árvore quanto entre espécies e clones, representa um desafio para o setor de celulose, que busca materiais mais homogêneos para assegurar uma maior uniformidade dos cavacos durante o cozimento da polpa celulósica. No entanto, conforme observado neste estudo e na literatura, a variabilidade da densidade básica da madeira de eucalipto ao longo do tronco segue diferentes padrões (Ramalho et al., 2019; Boschetti, Vidaurre e Silva, 2020; Nörnberg et al., 2023). Essas variações evidenciam a complexidade e a heterogeneidade intrínseca do lenho, bem como a variabilidade da densidade em madeira jovem.

A densidade da madeira está diretamente relacionada ao rendimento da polpa celulósica e à maior produtividade nas fábricas, uma vez que a produção de celulose depende do volume do digestor (Mokfienski, 2004). Devido à variabilidade da madeira de eucalipto, a indústria de celulose utiliza materiais com densidade entre 400 e 550 kg.m⁻³ (Boschetti, Vidaurre e Silva, 2020). Isso ocorre porque madeiras de baixa densidade aumentam o consumo específico, enquanto madeiras de alta densidade podem gerar problemas nos picadores industriais e demandar condições mais drásticas de cozimento (Gomide et al., 2005; Boschetti, Vidaurre e Silva, 2020).

Dessa forma, os materiais genéticos analisados apresentaram densidade dentro da faixa requerida para a produção de polpa solúvel em ambas as idades, com destaque para o Clone A aos 5 anos, que registrou a maior densidade. Os dados obtidos foram semelhantes aos descritos na literatura para clones de *Eucalyptus urophylla* plantados no Brasil com idades entre 4 e 6 anos (Meneses et al., 2015).

2.4.2 Composição química da madeira

A idade exerce um papel fundamental na composição química da madeira. Os teores de extrativos e celulose tendem a aumentar com o avançar da idade das árvores, enquanto os teores de hemicelulose e cinzas apresentam redução (Morais, 2008; Soares et al., 2015). Contudo, há estudos com madeira de eucalipto que retratam que o teor de celulose pode diminuir com a idade da árvore (Li et al., 2024). Resultado semelhante foi observado nos clones de eucalipto analisados aos 3 e 5

anos. Portanto, mesmo com uma diferença de apenas dois anos entre as árvores, foram constatadas alterações na composição química da madeira.

Os extrativos e as cinzas são componentes químicos indesejáveis no processo de polpação para a produção de polpa solúvel, pois não fazem parte das fibras da madeira e não são convertidos em polpa celulósica (Vieira et al., 2021). Além disso, dificultam a penetração dos reagentes, reduzem o rendimento da polpação, elevam os custos de branqueamento, promovem a impregnação de equipamentos e diminuem a qualidade da polpa (Jardim et al., 2017; Viana e Pontes, 2021).

O maior teor de extrativos totais nos clones de 5 anos pode estar relacionado à maior proporção de cerne. No entanto, é importante destacar que a natureza dos extrativos exerce influência direta sobre o processo de polpação. O ideal é quantificar extrativos específicos, como os ácidos graxos, que são os principais responsáveis pela formação de pitch na polpa celulósica (Sitholé, Shirin e Ambayec, 2010; Gominho et al., 2020). Os clones avaliados apresentaram teores de extrativos e cinzas dentro da faixa registrada para madeira jovem de clones *Eucalyptus* plantados no Brasil, de 2–6% e 0,3–0,7%, respectivamente (Hsing, Paula e Paula, 2016; Vieira et al., 2021).

Teores mais baixos de lignina também são desejáveis no processo de polpação, uma vez que essa substância contém grande parte dos grupos cromóforos que precisam ser removidos para aumentar a alvura da polpa celulósica (Uddin et al., 2019; Liang et al., 2020). A remoção desses compostos representa uma parte significativa dos custos de produção, devido ao maior consumo de reagentes, à redução do rendimento e ao aumento do consumo de água e da geração de efluentes (Silva et al., 2007). Além disso, um maior índice siringil/guaiacil é preferível, pois a lignina siringil apresenta maior facilidade de remoção durante o cozimento Kraft (Gomide et al., 2005).

Os materiais analisados apresentaram um índice de siringil/guaiacil elevado e dentro da faixa recomendada para polpação, entre 2,61 a 3,12 (Gomes et al., 2008). Além disso, também apresentaram teores de lignina dentro do padrão para clones de *Eucalyptus urophylla* plantados no Brasil, entre 26% e 31% (Oliveira, Abreu e Pereira, 2009; Almeida et al., 2022b).

A pré-hidrólise da madeira é uma das etapas fundamentais na produção de polpa solúvel, pois promove a remoção das hemiceluloses (Resende, Colodette e Andrade, 2019). Esses constituintes afetam negativamente a viscosidade, a filtrabilidade, a reatividade, a estabilidade térmica, a cor e a turbidez dos produtos derivados (Wilson

e Tabke, 1974; Yang et al., 2019). Assim, o teor de pentosanas é um fator relevante quando a madeira é utilizada na produção de polpa solúvel.

As xilanas, principais hemiceluloses do eucalipto, desempenham um papel significativo tanto na pré-hidrólise da madeira quanto na produção de polpa solúvel. Este constituinte eleva o consumo de álcali durante o cozimento Kraft e favorece a formação de ácidos hexenurônicos, que são indesejáveis nos processos de branqueamento da polpa (Gomide et al., 2005). Outros componentes minoritários das hemiceluloses, mas igualmente importantes no processo de pré-hidrólise, incluem as mananas, galactanas e arabinanas. Os materiais avaliados apresentaram valores médios compatíveis com aqueles registrados para árvores jovens de *Eucalyptus* plantadas no Brasil para fins de polpação (Gomide et al., 2005; Zanuncio et al., 2013).

Como a celulose é o principal componente da polpa solúvel, o teor de α -celulose da madeira é um fator essencial nesse processo e se refere à fração não degradável da celulose. Quanto maior o teor de celulose na polpa, melhor o rendimento e a qualidade do produto final (Resende, Colodette e Andrade, 2019). Os valores médios de α -celulose e hemiceluloses observados nos materiais avaliados estão de acordo com os dados da literatura para madeira jovem de clones de *Eucalyptus* plantados no Brasil para polpação, de 46–50% e 22–27%, respectivamente (Hsing, Paula e Paula, 2016).

Dessa forma, a composição química da madeira exerce um papel crucial na produção de polpa solúvel. O Clone A, aos 5 anos, destacou-se por apresentar altos teores de α -celulose e baixos teores de hemiceluloses, xilanas, ligninas e cinzas. Além disso, é importante ressaltar que os materiais genéticos apresentaram comportamentos distintos conforme o envelhecimento das árvores, evidenciando que o genótipo também é um fator determinante na composição química da madeira.

2.4.3 Análise anatômica

A morfologia das fibras permite estimar índices qualitativos da madeira e realizar sua classificação preliminar (dos Santos et al., 2022). Com o avanço da idade, as árvores tendem a apresentar fibras mais longas, paredes celulares mais espessas e maior acúmulo de substâncias extrativas no lúmen e nas paredes celulares (Zobel; Van Buijtenen, 1989). Esses fatores contribuem para o aumento da densidade da madeira de eucalipto e, conseqüentemente, influenciam o rendimento da polpa celulósica (Downes et al., 1997).

Os dados de comprimento e largura das fibras foram semelhantes aos descritos na literatura para madeira jovem de clones de *Eucalyptus* plantados no Brasil para fins de polpação (Zanuncio et al., 2016; Baldin et al., 2017). No entanto, Feuchard (2015) e Li et al. (2024) também não observaram diferenças significativas entre árvores com pequena variação de idade.

A espessura da parede celular é um indicador da flexibilidade da fibra e está diretamente relacionada ao índice de fração de parede. Geralmente, madeiras com paredes mais espessas apresentam maior teor relativo de celulose e maior densidade (Gonzalez et al., 2014; Pereira et al., 2016), sendo esses dois fatores fundamentais para a produção de polpa solúvel. Os materiais avaliados apresentaram índice de fração de parede da fibra dentro do recomendado por Foelkel (2007) para fins de polpação, próximo a 40%, além de parede de espessura média e rigidez moderada.

A população de fibras e o valor de coarseness estão associadas ao tamanho celular e refletem o comportamento potencial da polpa celulósica (Foelkel, 2007). Os materiais avaliados foram classificados como adequados para polpação, com valores médios de espessura e população fibrosa dentro do padrão estabelecido para fibras de eucalipto, de 4,5–11 mg/100 m e 12–30 milhões de fibras/grama, respectivamente (Foelkel, 2007).

As dimensões e a frequência dos vasos variam em função da idade e do genótipo. Árvores mais velhas tendem a apresentar vasos de maior diâmetro e em menor quantidade (Silva et al., 2017). Resultados semelhantes foram observados nos clones de eucalipto avaliados aos 3 e 5 anos. Madeiras com elementos de vaso mais largos, como o clone A, são recomendadas para polpação, pois facilitam a impregnação dos cavacos. Esse processo contribui para a fase de deslignificação, permitindo maior rendimento e menor geração de resíduos nas fábricas de celulose (Foelkel, 2009).

A indústria de celulose busca materiais mais uniformes para reduzir a variabilidade na produção da polpa. Fibras de madeira muito jovens não são ideais, pois apresentam menor resistência, podendo impactar o cozimento, o refino e o rendimento do processo. A caracterização dos clones de eucalipto com 3 anos de idade poderá contribuir para a seleção genômica e o aprimoramento dos clones comerciais, além da identificação de árvores jovens com potencial para a produção de polpa solúvel. Assim, os resultados ressaltam a importância de análises detalhadas desses materiais, que podem apresentar potencial e qualidade para uma produção sustentável.

2.5 CONCLUSÃO

O material genético e a idade de corte da árvore exerceram papel importante nas características da madeira. A interação entre esses dois fatores teve um impacto substancial na porcentagem de cerne, nos teores de extrativos, cinzas, celulose e hemiceluloses, além das dimensões das fibras e dos vasos.

Parâmetros que não foram influenciados por esses fatores, como a densidade básica, evidencia a complexidade e a heterogeneidade intrínseca da madeira jovem de eucalipto. Aspectos estes que devem ser considerados para otimizar futuros processos de beneficiamento da madeira.

O *Eucalyptus urophylla* (Clone A) demonstrou-se particularmente promissor aos 5 anos de idade, com elevado potencial para a produção de polpa solúvel, adequando-se assim a idade de corte normalmente utilizada pelo setor. Isto devido à sua maior densidade básica, maior teor de celulose e diâmetro dos vasos, e menores concentrações de hemiceluloses, ligninas e cinzas.

Dessa forma, os resultados desse estudo evidenciam a possibilidade de seleção precoce de clones de eucalipto. Além disso, fornecem informações valiosas para otimizar estratégias futuras de produção de polpa solúvel e direcionar o setor de celulose para um futuro mais eficiente e sustentável, considerando ciclos cada vez menores de corte.

REFERÊNCIAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 11941: Madeira: Determinação da densidade básica da madeira**. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 8112: Carvão vegetal – Análise imediata**. Rio de Janeiro, 1986. 13p.

ALMEIDA, M. N. F.; PICOLI, E. A. T.; MOULIN, J. C.; GUIMARÃES, L. M. S.; ZAUZA, E. A. V.; LOOS, R. A.; HALL, K. B.; GOMES, D. E.; CONCEIÇÃO, G. J.; RODRIGUES, P. D.; VIDAURRE, G. B. Propriedades da madeira como potenciais biomarcadores de tolerância a distúrbios fisiológicos: comparação de genótipos de eucalipto divergentes. **Scientia Forestalis**, 50, e3864, 2022a.

ALMEIDA, M. N. F.; VIDAURRE, G. B.; LOUZADA, J. L. P. C.; PEZZOPANE, J. E. M.; OLIVEIRA, J. C. L.; CÂMARA, A. P.; SILVA, M. E. C. M.; et al. Differences in wood anatomy and chemistry of a *Eucalyptus urophylla* clone explained by site climate conditions. **Canadian Journal of Forest Research**, 52: 834-844. 2022b.

- ALMEIDA, M. N. F.; VIDAURRE, G. B.; PEZZOPANE, J. E. M.; LOUSADA, J. L. P. C.; SILVA, M. E. C. M.; CÂMARA, A. P.; ROCHA, S. M. G.; OLIVEIRA, J. C. L.; CAMPOE, O. C.; CARNEIRO, R. L.; et al. Heartwood formation and wood density as a function of age and plant spacing *Eucalyptus urophylla* is influenced by climatic conditions. **For. Ecol. Manag.** 458: 117743. 2020.
- ALVARES, C. A.; STAPE J. L.; SENTELHAS, P. C. M.; GONÇALVES, J. L.; SPAROVEK, G. Köppen's climate classification map for Brazil. **Meteorol**, 6:711–728. 2013
- BALDIN, T.; MARCHIORI, J. N. C.; NISGOSKI, S.; TALGATTI, M.; DENARDI, L. Anatomia da madeira e potencial de produção de celulose e papel de quatro espécies jovens de *Eucalyptus* L'Hér. **Ciência da Madeira**, p. 114-126. 2017.
- BOSCHETTI, W. T. N.; VIDAURRE, G. B.; SILVA, J. G. M. Densidade e sua variação na madeira de eucalipto. In: VIDAURRE, G. B.; SILVA, J. G. M.; MOULIN, J. C.; CARNEIRO, A. C. O. Qualidade da madeira de eucalipto proveniente de plantações no Brasil. Vitória: EDUFES. 2020.
- BRITO, A. S., SILVA, J. G. M.; VIDAURRE, G. B.; TRUGILHO, P. F. Influência da idade nas propriedades da madeira de eucalipto. In: VIDAURRE, G. B.; SILVA, J. G. M.; MOULIN, J. C.; CARNEIRO, A. C. O. Qualidade da madeira de eucalipto proveniente de plantações no Brasil. Vitória: EDUFES. 2020.
- BRITO, A.S.; VIDAURRE, G. B.; OLIVEIRA, J. T. S; DA SILVA, J. G. M.; RODRIGUES, B. R.; CARNEIRO, A. C. O. Effect of planting spacing in production and permeability of heartwood and sapwood of *Eucalyptus* wood. **Floresta Ambient**, 26: e20180378. 2019.
- CANAL, W. D.; CARVALHO, A. M. M. L.; CARNEIRO, A. C. O.; VIDAURRE, G. B.; FREITAS, F. P.; MAGALHÃES, M. A. Effect of age on heartwood/sapwood relationship, extractive content, and permeability of teak wood. **Floresta**, Curitiba, , v. 50, n. 4, p. 1698 - 1706, 2020.
- CASTRO, V. R. **Efeito do potássio, sódio e da disponibilidade hídrica no crescimento e qualidade do lenho de árvores de *Eucalyptus grandis* Hill ex Maiden** (tese). Piracicaba: Universidade de São Paulo, Escola Superior de Agricultura “Luiz Queiroz”; 2014.
- DOS SANTOS, V. B.; BARAÚNA, E. E. P.; COLEN, F.; BALDIN, T.; MONTEIRO, T. C.; ARANTES, M. D. C.; SILVA, P. C.; et al. Fiber quality and wood basic density of species of the Savannah for productive purposes. **Research, Society and Development**, 11: e42711930873-e42711930873. 2022.
- DOWNES, G.; HUDSON, I. L.; RAYMOND, C. A.; DEAN, G. H.; MICHELL, A. J.; SCHIMLECK, R.; EVANS, R.; MUNERI, A. Sampling plantation eucalyptus: for wood and fibre properties. CSIRO, **Melbourne**. 1997.
- FEUCHARD, L. D. **Influência do espaçamento de plantio e idade de colheita na qualidade da madeira de eucalipto para celulose**. 2015. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Espírito Santo, 2015.

FOELKEL, C. E. B.; ZVINAKEVICIUS, C.; ANDRADE, J.; MEDEIROS, S. J. Eucaliptos tropicais na produção de celulose Kraft. Belo Oriente, **Cenibra**, n. 68, p. 31. 1978.

FOELKEL, C. **Elementos de vaso e celuloses de eucalipto**. *Eucalyptus Online Book*, 2007.

FOELKEL, C. **Propriedades papelarias das árvores, madeiras e fibras celulósicas dos eucaliptos**. *Eucalyptus Online Book & Newsletter*, 1 -111p., 2009.

GOMES, F. J. B.; COLODETTE, J. L.; GOUVÊA, A. F. G.; TRUGILHO, P. F.; GOMES, C. M.; MACEDO, A. M. L. O impacto da relação siringil/guaiacil na polpação kraft de *Eucalyptus*. **Revista Árvore**, 32(2), 345-353. 2008.

GOMIDE, J. L.; DEMUNER, B. J. Determinação em material do teor de lignina lenhoso. **O Papel**, 1986.

GOMIDE, J.L.; COLODETTE, J.L.; DE OLIVEIRA, R.C.; SILVA, C.M. Caracterização tecnológica, para produção de celulose, da nova geração de clones de *Eucalyptus* do Brasil. **Rev. Árvore**, 2005.

GOMINHO, J.; LOURENÇO, A.; MARQUES, A.V.; PEREIRA, H. An extensive study on the chemical diversity of lipophilic extractives from *Eucalyptus globulus* wood. **Phytochemistry**, 2020.

GONCALEZ, J. C.; SANTOS, G. L. D.; SILVA JÚNIOR, F. G. D.; MARTINS, I. S. M.; COSTA, J. D. A. Relações entre dimensões de fibras e de densidade da madeira ao longo do tronco de *Eucalyptus urograndis*. **Scientia Forestalis**, 42(101), 81-89. 2014.

HSING, T.Y.; PAULA, N.F.; PAULA, R.C. Características dendrométricas, químicas e densidade básica da madeira de híbridos de *Eucalyptus grandis* x *Eucalyptus urophylla*. **Ciência Florestal**, 2016.

IBÁ – Indústria Brasileira De Árvores. **Relatório 2023: Ano base 2022**. São Paulo, SP. 2023.

IBÁ – Indústria Brasileira De Árvores. **Relatório 2024: Ano base 2023**. São Paulo, SP. 2024.

JARDIM, J.M.; GOMES, J.B.F.; COLODETTE, J.L.; BRAHIM, B.P. Avaliação da qualidade e desempenho de clones de eucalipto na produção de celulose. **Revista O PAPEL**, 2017.

LI, C.; TIAN, K.; LONG SU, X.; LI, Y.; DU, G.; ZHAN, H.; WANG, C.; WAN, H. Anatomical, chemical, physical and mechanical properties of *E. urophylla* x *grandis* and *E. globulus* at different ages and heights in Yunnan of China. **PREPRINT available at Research Square**. 2024.

LIANG, L.; WEI, L.; FANG, G.; XU, F.; DENG, Y.; SHEN, K.; TIAN, Q.; WU, T.; ZHU, B. Prediction of holocellulose and lignin content of pulp wood feedstock using near

infrared spectroscopy and variable selection. *Spectrochim. Acta Part A Mol. Biomol. Spectrosc*, 2020.

LIN, S.Y.; DENCE, C.W. **Methods in lignin chemistry**. Berlin: Springer Verlag. 578 p. 1992.

MOKFIENSKI, A. **Importância relativa da densidade básica e da constituição química de madeira de *Eucalyptus spp.* no rendimento, branqueabilidade e qualidade da polpa Kraft**. 2004. 153 f. Tese (Doutorado em Ciência Florestal) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2004.

MORAIS, P. H. D. **Efeito da idade da madeira de eucalipto na sua química e polpabilidade, e branqueabilidade e propriedades físicas da polpa**. 2008. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Viçosa, 2008.

NÖRNBERG, L. V.; CARDOSO, G. V.; FERNANDES, M. A. M.; SANTOS, O. P.; PIMENTEL, N. Otimização de pontos amostrais ao longo do fuste para determinação da densidade básica da madeira de *Eucalyptus saligna*. **Nativa**, Sinop, 2023.

OLIVEIRA, M. B.; ABREU, H. S.; PEREIRA, R. B. W. Teor de Lignina em Plantas de *Eucalyptus urophylla* S. T. Blake tratadas com fitorreguladores. **Silva Lusitana**, 17: 51-57. 2009.

PEREIRA, B. L. C.; CARVALHO, A. M. M. L.; OLIVEIRA, A. C.; SANTOS, L. C.; CARNEIRO, A. D. C. O.; MAGALHÃES, M. A. D. Efeito da carbonização da madeira na estrutura anatômica e densidade do carvão vegetal de *Eucalyptus*. **Ciência Florestal**, 26(02), 545-557. 2016.

POERSCH, N. L.; FRANÇA FILHO, L. R.; MIGUEL, E. P.; CRUZ, G. H.; FRANCISQUETTE, K. L.; CAVALHEIRO, S. B. Influência das variáveis climáticas no crescimento inicial de *Corymbia citriodora* e diferentes espécies de eucalipto. **Biosci. J.** 33: 1452-1464. 2017.

QUINTANA, E.; VALLS, C.; RONCERO, M.B. Dissolving-grade pulp: a sustainable source for fiber production. **Wood Science and Technology**. 58: 23-85. 2024.

R CORE TEAM. **“R: A language and environment for statistical computing.”** R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2020.

RAMALHO, F. M. G.; PIMENTA, E. M.; GOULART, C. P.; ALMEIDA, M. N. F.; VIDAURRE, G. B.; HEIN, P. R. G. Effect of stand density on longitudinal variation of wood and bark growth in fast-growing *Eucalyptus* plantations. **IForest**, 2019.

RAMALHO, R. S. **O uso de macerado no estudo anatômico de madeiras**. Viçosa, MG: Universidade Federal de Viçosa, 1987.

RESENDE, J. DE O.; COLODETTE, J. L.; ANDRADE, M. F. Estudo de localização da extração alcalina a frio (CCE) numa sequência de branqueamento de polpa solúvel de eucalipto. **Scientia Forestalis**, 47: 326-335. 2019.

- RIOS, P. D.; MORI, F. A. Estimativa de idade das árvores, massa específica e cubagem da casca de *Kielmeyera coriacea* Mart. **Scientia Forestalis**, 40: 85-93. 2012.
- SANTOS, L. M. H.; ALMEIDA, M.N.F.; SILVA, J. G. M.; VIDAURRE, G. B.; HEIN, P. R. G.; SILVA, G. F.; ZANUNCIO, A. J. V., et al. Variations in heartwood formation and wood density as a function of age and plant spacing in a fast-growing eucalyptus plantation. **Holzforschung**, 2021.
- SANTOS, P.E.T., GARCIA, J.N., GERALDI, I.O. Posição da tora na árvore e sua relação com a qualidade da madeira serrada de *Eucalyptus grandis*. **Scientia Forestalis**, 2: 142-151. 2004.
- SAYYED, A. J; DESHMUKH, N. A.; PINJARI, D. V. A critical review of manufacturing processes used in regenerated cellulosic fibres: viscose, cellulose acetate, cuprammonium, LiCl/ DMAc, ionic liquids, and NMMO based lyocell. **Cellulose**, 2019.
- SCAN – Scandinavian Pulp, Paper, and Board. **Carbohydrate composition Scan-CM 71:09**. Carbohydrate composition. Stockholm. 2009.
- SETTE JÚNIOR, C. R.; DE OLIVEIRA, I. R.; TOMAZELLO FILHO, M.; YAMAJI, F. M.; LACLAU, J. P. Efeito da idade e posição de amostragem na densidade e características anatômicas da madeira de *Eucalyptus grandis*. **Revista Árvore**, Viçosa, v.36, n.6, p.1183-1190, 2012.
- SILVA, J. C.; TOMAZELLO FILHO, M.; OLIVEIRA, J. T. S.; CASTRO, V. R. Influência da idade e da posição radial nas dimensões das fibras e dos vasos da madeira de *Eucalyptus grandis* Hill ex. Maiden1. **Revista Árvore**, Viçosa-MG, v.31, n.6, p.1081-1090, 2007.
- SILVA, V. L.; JAMEEL, H.; GOMES, F. J. B.; BATALHA, L. A. R.; RIBEIRO COURA, M.; COLODETTE, J. L. Effect of Lignin Carbohydrate Complexes of Hardwood Hybrids on the Kraft Pulping Process. **Journal of Wood Chemistry and Technology**, 37: 52–61. 2017.
- SITHOLÉ, B.; SHIRIN, S.; AMBAYEC, B. Analysis and Fate of Lipophilic Extractives in Sulphite Pulps. **J. Wood Chem. Technol.** 2010.
- Sixta, H. **Handbook of pulp**, vol 1. Wiley-VCH, Weinheim. 2006.
- SOARES, C. P. B; PAULA NETO, F.; SOUZA, A. L. **Dendrometria e inventário florestal**. Editora UFV, Viçosa. 2011.
- SOARES, V. C.; BIANCHI, M. L.; TRUGILHO, P. F.; HÖFLER, J.; PEREIRA, A. J. Análise das propriedades da madeira e do carvão vegetal de híbridos de eucalipto em três idades. **Cerne**, 21: 191-197. 2015.
- SOUZA, D.; BASTIANI, I. M. L.; MAEISKI, J. L.; PACHOLAK, L. M.; PEREIRA, L. S.; SANTOS, M. R.; GALERA, R. F. Influência da casca no rendimento e nas propriedades físicas do papel para polpação kraft. **Eucalyptus**, 2011.

TAYLOR, A. M.; GARTNER, B. L.; MORRELL, J. J. Heartwood formation and natural durability – a review. *Wood Fiber Sci.* 34:587–611. 2002.

Technical Association of the Pulp and Paper Industry – **TAPPI. T 222om-97: Acid Insoluble Lignin in Wood and Pulp.** 1997.

Technical Association of the Pulp and Paper Industry – **TAPPI. TAPPI 203 cm-09: Alpha-, Beta-, and Gamma-Cellulose in Pulp.** 2009.

Technical Association of the Pulp and Paper Industry – **TAPPI. TAPPI 264 cm-97: Preparation of Wood for Chemical Analysis.** 1997.

Technical Association of the Pulp and Paper Industry – **TAPPI. TAPPI 204 cm-97: Solvent extractives of wood and pulp.** 1997.

TRUGILHO, P. F.; LIMA, J. T.; MENDES, L. M. Influência da idade nas características físico-químicas e anatômicas da madeira de *Eucalyptus saligna*. **Cerne**, Lavras, v. 2, n. 1, p. 94-111, 1996.

UDDIN, M. N.; AHMED, S.; RAY, S. K.; ISLAM, M. S.; QUADERY, A. H.; JAHAN, M. S. Method for predicting lignocellulose components in jute by transformed FT-NIR spectroscopic data and chemometrics. *Nord. Pulp Pap. Res. J.*, 2019.

VIANA, B. N.; PONTES, K. V. Virtual analyzer of extractive content in *Eucalyptus* wood based on hybrid modeling approach for the pulp and paper industry. **Wood Sci. Technol.**, 2021.

VIEIRA, T. A. S.; ARRIEL, T. G.; ZANUNCIO, A. J. V.; CARVALHO, A. G.; BRANCO-VIEIRA, M.; CARABINEIRO, S. A. C.; TRUGILHO, P. F. Determination of the chemical composition of *Eucalyptus spp.* for cellulosic pulp production. **Forests**, 2021.

WILSON, J. D.; TABKE, R. S. Influences of hemiceluloses on acetate processing in high catalyst systems. **Tappi**, v.57, n.8, p.77-80, 1974.

WISE, L. E.; MURPHY, M.; DADDIECO, A. A. Chlorite holocellulose, its fractionation and bearing on summative wood analysis and on studies on the hemiceluloses, 1946.

YANG, S.; YANG, B.; DUAN, C.; FULLER, D. A.; WANG, X.; CHOWDHURY, S. P.; STAVIK, J.; ZHANG, H.; NI, Y. Applications of enzymatic technologies to the production of high-quality dissolving pulp: A review. **Bioresour Technol**, 281:440–448. 2019.

ZANUNCIO, A. J. V. CARVALHO, A. G.; DAMÁSIO, R. A. P.; OLIVEIRA, B. S.; CARNEIRO, A. C.; COLODETTE, J. L. Relationship between the anatomy and drying in *Eucalyptus grandis* x *Eucalyptus urophylla* wood. **Revista Árvore**, v.40, n.4, p.723-729, 2016.

ZANUNCIO, A. J. V.; COLODETTE, J. L.; GOMES, J. B.; CARNEIRO, A. C. O.; VITAL, B. R. Composição química da madeira de eucalipto com diferentes níveis de desbaste. **Ciênc. Florest**, 2013.

ZOBEL, B. J.; VAN BUIJTENEN, J. P. **Wood variation: its causes and control.**
Springer-Verlag, Berlin. 1989.

3 CAPÍTULO II

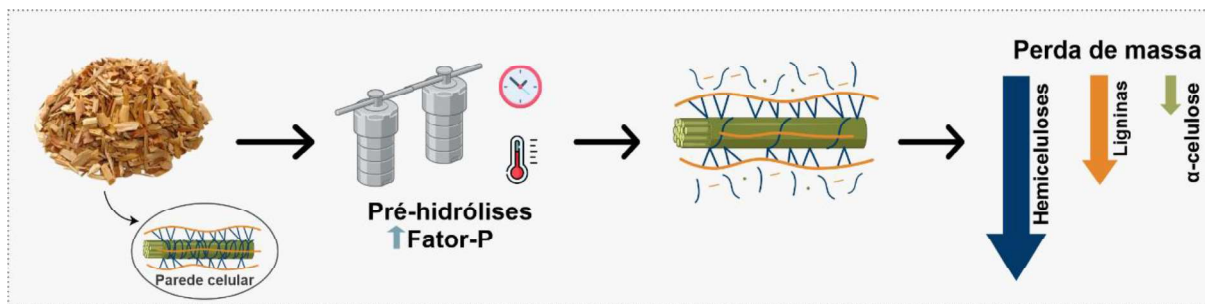
EFEITO DO FATOR-P NO PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE DA MADEIRA DE EUCALIPTO VISANDO A PRODUÇÃO DE POLPA SOLÚVEL²

Resumo: O processo de pré-hidrólise da madeira é a etapa mais crítica na produção de polpa solúvel, pois tem como objetivo remover as hemiceluloses antes do cozimento da madeira, uma vez que essas estruturas comprometem a reatividade da celulose no processo de derivatização da polpa. O desempenho e a extensão desse processo podem ser controlados principalmente pelo tempo de retenção e pelas condições de temperatura, sendo o fator-P o parâmetro de severidade utilizado para correlacionar ambas as variáveis. Desta forma, este estudo teve como objetivo avaliar o efeito do fator-P no processo de pré-hidrólise da madeira de clones de eucalipto destinados à produção de polpa solúvel, além de desenvolver modelos de regressão para auxiliar na tomada de decisão e na otimização desse processo. Foram avaliadas 5 árvores de dois clones, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B), com idades de 3 e 5 anos, provenientes de plantios localizados no estado da Bahia, Brasil. Foram aplicados pré-tratamentos hidrotérmicos em cavacos de madeira sob diferentes condições de tempo e temperatura (fator-P). Posteriormente, avaliou-se o rendimento do processo e o percentual de lignina e carboidratos da madeira tratada. Constatou-se que o delineamento experimental permitiu uma análise abrangente dos efeitos do fator de severidade sobre cada macrocomponente da madeira, identificando o limite no qual a remoção necessária de hemiceluloses ocorre sem comprometer a fração celulósica. A solubilização e remoção das hemiceluloses atingiram até 90% dentro das condições experimentais, com o ponto otimizado observado em um fator-P de 873. Os modelos de regressão desenvolvidos apresentaram um bom ajuste para o rendimento do processo, bem como para a remoção de hemiceluloses e lignina.

Palavras-chave: Pré-tratamento hidrotérmico; Remoção de hemiceluloses; Celulose; Modelo de regressão.

² Esse trabalho foi publicado na revista European Journal of Wood and Wood Products (2025) 83:38. <https://doi.org/10.1007/s00107-024-02173-0>

Resumo gráfico:



3.1 INTRODUÇÃO

A demanda global por polpa solúvel aumentou na última década, principalmente em países em desenvolvimento (Chen et al., 2019). Esse crescimento se deve ao aumento dos preços do algodão e à sua substituição por fibras de viscose, produzidas a partir de polpa solúvel grau viscose (Resende, Colodette e Andrade, 2019; Cunha e Simões 2023). A China é a principal consumidora da polpa solúvel brasileira e a maior produtora de viscose na região Ásia-Pacífico, sendo responsável por 80% da produção global de viscose (Vallejos et al., 2022; IndexBox, 2023). Assim, a polpa solúvel obtida da madeira de eucalipto vem se consolidando cada vez mais como uma opção sustentável para o mercado têxtil. Além disso, pode ser utilizada nos setores alimentício, automotivo, hospitalar, entre outros (IBÁ, 2023).

A polpa solúvel é caracterizada por sua alta pureza e valor agregado. Os principais requisitos para sua produção incluem alto teor de celulose, elevado alvura, grau de polimerização da celulose altamente uniforme e boa reatividade, além de baixos teores de hemiceluloses, lignina, extrativos e cinzas (Sayyed, Deshmukh e Pinjari, 2019; Quintana, Valls, e Roncero, 2024). Os parâmetros de qualidade da polpa solúvel variam conforme sua aplicação final. A polpa de grau viscose, por exemplo, requer um teor residual de hemiceluloses entre 4% e 6% e um teor de celulose entre 90% e 92% (Resende, Colodette e Andrade, 2019).

Uma das principais etapas da produção de polpa solúvel é a pré-hidrólise da madeira para remoção das hemiceluloses, pois estas reduzem a reatividade da celulose nos processos de derivatização da polpa (Resende, Colodette e Andrade, 2019). A celulose passa por derivatização para romper as ligações de hidrogênio que estabilizam sua estrutura cristalina, tornando-a solúvel em solventes apropriados (Lindman, Karlström, e Stigsson, 2010). A produção de viscose ocorre por meio da reação entre a celulose e o dissulfeto de carbono, conhecida como xantação da

celulose (Strunk, 2012). No entanto, as hemiceluloses bloqueiam as cadeias de celulose, dificultando a penetração dos reagentes durante as reações de derivatização e, conseqüentemente, aumentam o consumo de reagentes durante o processo (Resende, Colodette e Andrade, 2019).

O processo de pré-hidrólise reduz o teor de hemiceluloses da madeira por meio de tratamento com água, extrações alcalinas ou ácidos minerais diluídos (Garrote, Domínguez, e Parajó, 2001; Wollboldt et al. 2010; Santos, Caraschi e Ventorim, 2013). O pré-tratamento hidrotérmico aplicado à madeira antes do cozimento Kraft é o mais utilizado na indústria de polpa solúvel (Leschinsk, Sixta e Patt, 2009). Esse pré-tratamento utiliza apenas água quente, sendo uma alternativa econômica e ambientalmente sustentável, pois reduz os efeitos corrosivos e os custos operacionais em comparação a outros tratamentos químicos (Gírio et al. 2010; Abdullah, Ueda e Saka, 2014; Aditiya et al., 2016). O tempo e a temperatura normalmente variam entre 23 e 480 minutos e entre 150 e 200 °C, respectivamente (Bergrath et al., 2023). Assim, a severidade da pré-hidrólise determina o grau de remoção das hemiceluloses e os parâmetros de qualidade da polpa produzida.

O fator-P descreve a intensidade da pré-hidrólise. Esse parâmetro é determinado pelo valor resultante da integração da taxa de reação, considerando a temperatura ao longo do tempo de pré-tratamento (Dong et al., 2020). Brasch e Free (1964) foram os primeiros a propor um fator de pré-hidrólise para controlar o pré-tratamento hidrotérmico, combinando os efeitos do tempo e da temperatura em um único parâmetro. Posteriormente, Lin (1979) determinou a energia de ativação necessária para a clivagem das ligações glicosídicas da madeira e definiu o termo fator-P para o processo de pré-hidrólise. O estabelecimento de relações entre as alterações nos componentes químicos da madeira e as variáveis do processo, como temperatura e tempo, fornece informações essenciais sobre as condições ideais para a pré-hidrólise na produção da polpa solúvel desejada.

Dessa forma, a identificação do fator-P ideal para a madeira jovem de eucalipto na produção de polpa solúvel, considerando a remoção e solubilização das hemiceluloses, é fundamental para a otimização do processo de pré-hidrólise da madeira. Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito do fator-P no processo de pré-hidrólise aplicado a dois clones de eucalipto, além de desenvolver modelos de regressão para aprimorar a tomada de decisão e otimizar os processos de produção de polpa solúvel.

3.2 MATERIAL E MÉTODOS

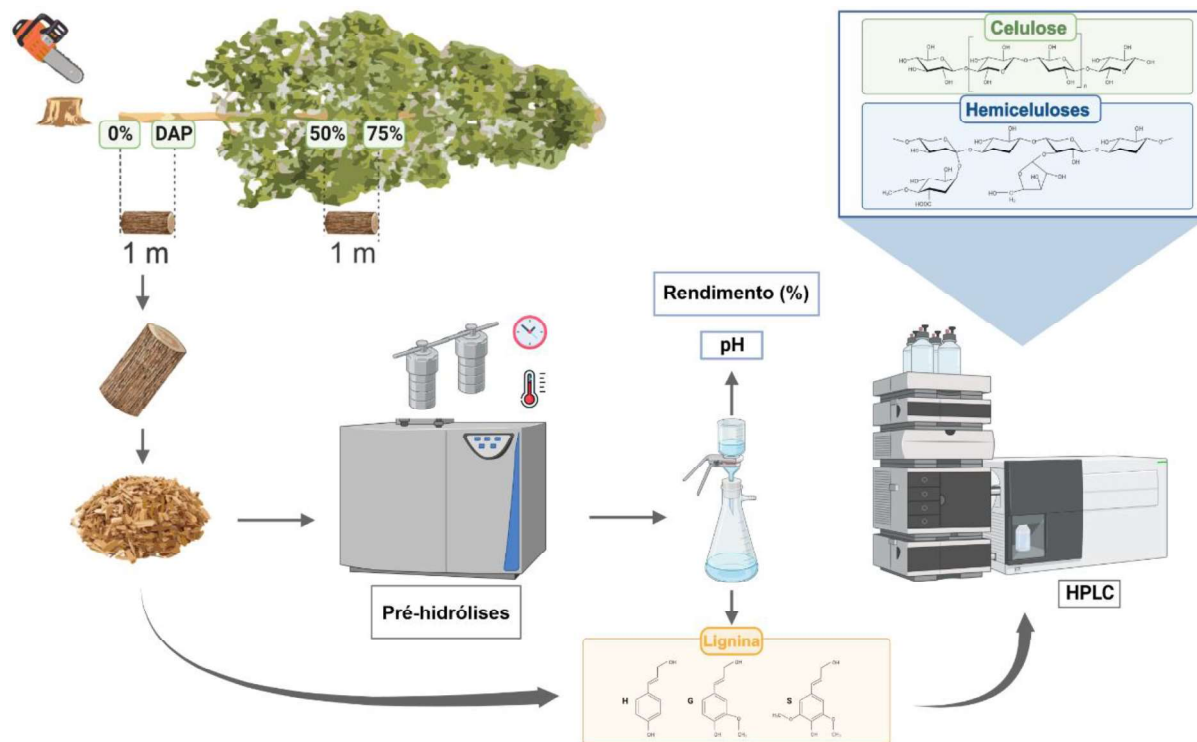
3.2.1 Caracterização da área de estudo e amostragem

Os materiais analisados foram coletados nos municípios de Itanagra e Alagoinhas, no estado da Bahia, Brasil. Foram amostradas 5 árvores de dois clones de eucalipto, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B), com idades de 3 e 5 anos. As regiões avaliadas possuem clima tropical com estação seca e verão chuvoso, classificadas como Aw segundo a classificação de Köppen (Alvares et al. 2013). Os solos predominantes na região são o argissolo amarelo distrófico e o argissolo vermelho-amarelo distrófico. No primeiro ano após o plantio, as árvores receberam fertilização para prevenir e corrigir possíveis deficiências nutricionais, com aplicações no 1º, 3º e 12º mês.

A coleta das árvores considerou o diâmetro médio dos talhões, admitindo um desvio de 5% em relação à média, conforme estabelecido no último inventário florestal. Os critérios de seleção incluíram sanidade das árvores, formato do fuste e ausência de defeitos ou anomalias. A cubagem rigorosa foi realizada pelo método de Smalian (Soares, Paula Neto e Souza, 2011), e a altura comercial foi estabelecida a partir de um diâmetro mínimo de 6 cm, incluindo a casca.

Para a amostragem, foram retirados dois toretes de 1 metro de comprimento, um da base e outro entre 50% e 75% da altura comercial. As amostras foram transformadas em cavacos de madeira, classificados em peneira de 10 x 10 mm e homogeneizados para os tratamentos de pré-hidrólise (Figura 1).

Figura 1 – Esquema metodológico da amostragem.



3.2.2 Tratamento de pré-hidrólise da madeira

Os cavacos de madeira de eucalipto foram submetidos a pré-tratamento hidrotérmico em diferentes condições de temperatura e tempo de retenção, variando de 151 a 190 °C e de 25 a 180 minutos, respectivamente. O domínio da pré-hidrólise e as condições escolhidas de temperatura e tempo foram estabelecidos acima de 150 °C e 25 minutos para garantir alterações químicas mínimas no material. Os limites superiores foram fixados em um máximo de 3 horas (tempo isotérmico) e 190 °C, dentro dos valores típicos utilizados para esse tipo de pré-tratamento.

O fator-P correspondente às diferentes condições de pré-tratamento foi calculado (Equação 1) conforme Sixta (2006), utilizando parâmetros combinatórios de tempo e temperatura. Os valores de temperatura e tempo empregados nos pré-tratamentos (Tabela 1) corresponderam aos pontos fatoriais de um planejamento fatorial com ponto central (fator P de 440; 165 °C e 66 minutos), de acordo com Lundstedt et al. (1998). Essas condições foram selecionadas para abranger uma ampla faixa de severidade, de moderada a intensa (fator P entre 89 e 2575).

$$Fator - P = \text{Exp} \left(40,48 - \frac{15106}{T} \right) * t \quad (\text{Equação 1})$$

Em que: T é a temperatura (Kelvin) e t é o tempo da pré-hidrólise (horas).

Tabela 1 – Condições de pré-hidrólises (fator-P) utilizadas nos pré-tratamentos hidrotérmicos da madeira de eucalipto.

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Fator-P
155	30	89
151	45	96
165	25	160
155	60	179
165	45	300
175	30	432
165	66	440
175	60	864
179	45	873
165	180	1200
179	80	1552
179	120	2328
190	60	2575

Os pré-tratamentos hidrotérmicos foram realizados em reatores de aço fabricados em torno mecânico, considerados como micro-digestores, com capacidade de 100 mL e dimensões de 8 cm de altura, 4 cm de diâmetro interno e 1 cm de espessura de parede. Os tratamentos foram conduzidos com uma razão líquido/sólido de 10:1, utilizando 50 mL de água destilada e 5 g de cavacos de madeira. Os recipientes foram colocados no reator à temperatura estabelecida e girados em banho de óleo até atingir o tempo definido para cada pré-tratamento (Neiva et al., 2020). A reação foi considerada isotérmica para cada condição de pré-hidrólise estabelecida, iniciando após 5 minutos, tempo necessário para atingir a temperatura do banho.

Após os pré-tratamentos, os digestores foram resfriados em banho de gelo até a temperatura ambiente (aproximadamente 10 minutos). O sólido pré-tratado foi lavado com água destilada e separado do licor por filtração a vácuo para posterior caracterização química. O pH de cada reação foi medido antes e depois dos pré-tratamentos. O rendimento (Equação 2) e a perda total de massa (Equação 3) do processo de pré-hidrólise da madeira foram calculados com base no material seco em estufa.

$$\text{Rendimento do processo (\%)} = \left(\frac{\text{massa seca depois do processo}}{\text{massa seca antes do processo}} \right) * 100 \quad (\text{Equação 2})$$

$$\text{Perda total de massa (\%)} = \left(\frac{100 - \text{rendimento do processo}}{100} \right) * 100 \quad (\text{Equação 3})$$

3.2.3 Caracterização da madeira

Foi determinada a composição química da madeira não tratada e da madeira pré-hidrolisada. Esses materiais foram transformados em serragem, classificados em peneiras (malha 40/60) e tiveram seu teor absolutamente seco determinado (TAPPI 264cm-97, 1997a). O teor total de lignina foi calculado pela soma dos valores de lignina Klason e lignina solúvel. O teor de lignina Klason foi determinado de acordo com a norma TAPPI 222 om-97 (1997b), enquanto a lignina solúvel foi quantificada no filtrado da hidrólise por espectrofotometria a 205 nm de absorbância.

Os teores de hemiceluloses e celulose foram determinados a partir do hidrolisado da lignina Klason por cromatografia de troca iônica de alta pressão, utilizando um sistema Dionex ICS-3000 equipado com detector PAD e uma coluna CarboPac PA10 (4 x 250 mm), além de um Aminotrap e eluente NaOH + CH₃COONa, com vazão de 1 mL/min, a 25 °C.

Para verificar a eficiência do processo de pré-hidrólise, a perda de massa (Equação 4) foi calculada para cada componente químico da madeira avaliado (lignina, hemiceluloses e celulose).

$$\text{Perda de massa (\%)} = \left(\frac{\% \text{ antes do tratamento} - \% \text{ depois do tratamento}}{\% \text{ antes do tratamento}} \right) * 100 \quad (\text{Equação 4})$$

3.2.4 Análise estatística

Modelos de regressão para as variáveis analisadas (rendimento do processo, ligninas, hemiceluloses e celulose) foram gerados com base nos fatores-P aplicados à perda de massa da madeira não tratada em cada pré-tratamento. Em seguida, a significância dos modelos foi determinada por meio do teste F ao nível de significância de 5%.

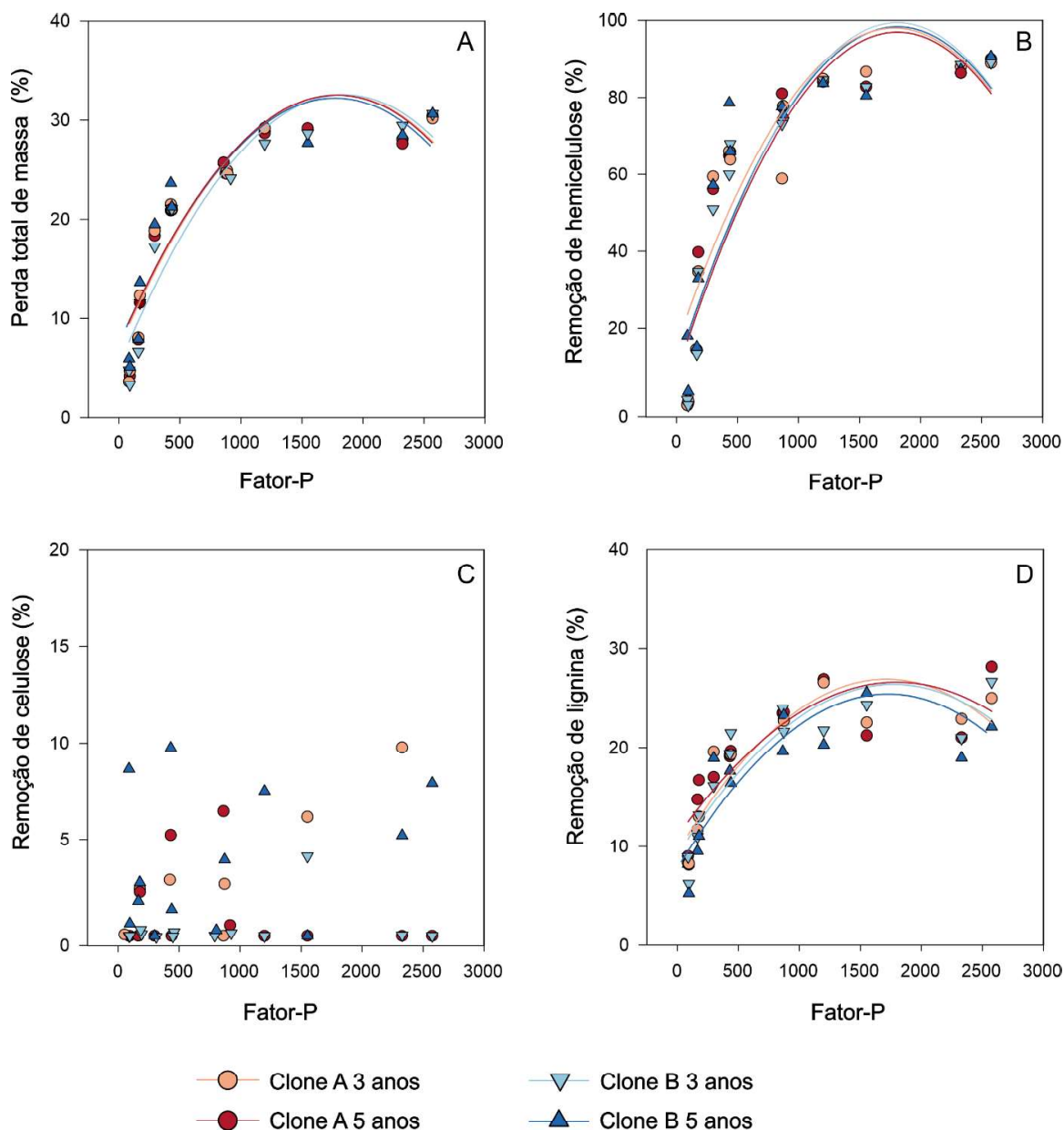
A análise de variância (ANOVA) foi conduzida utilizando o teste F e, quando necessário, o teste de Scott–Knott (Scott e Knott, 1974), ambos ao nível de significância de 5%, para investigar o comportamento da pré-hidrólise da madeira de eucalipto nas variáveis analisadas. Todas as análises foram realizadas nos *softwares* SigmaPlot, versão 13.0, e R Studio, versão 4.0.2 (R Core Team, 2020).

3.3 RESULTADOS

Os materiais analisados neste estudo, clones de *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (B) aos 3 e 5 anos de idade, apresentaram perfis semelhantes para os pré-tratamentos hidrotérmicos da madeira. Especificamente, a solubilização dos componentes lignocelulósicos e a perda total de massa aumentaram com a intensidade do fator-P. Portanto, a idade e o genótipo não impactaram significativamente nas diferentes condições do processo de pré-hidrólise da madeira.

As hemiceluloses apresentaram a maior perda de massa, variando de 0,45% a 89,68% em relação as amostras de madeira não tratada. A remoção de lignina e a perda de massa total variaram de 5,23% a 28,03% e de 4,07% a 31,08%, respectivamente. Em contraste, a remoção de celulose em relação a madeira não tratada, apresentou menor variação na perda de massa, variando entre 0,16% e 9,78%, sem seguir uma tendência linear com o aumento do fator-P (Figura 2).

Figura 2 – Perda de massa dos componentes lignocelulósicos da madeira de eucalipto para diferentes fatores-P em relação à madeira não tratada.



Em que: As curvas são identificadas nos modelos de regressão apresentados na Tabela 2.

Modelos de regressão foram gerados para cada variável investigada com base na perda de massa dos componentes lignocelulósicos da madeira de eucalipto e nos fatores-P dos pré-tratamentos adotados. Os valores de R^2 ajustado observados para a perda de massa total, remoção de hemiceluloses e remoção de lignina foram significativos e próximos de 1, indicando que os modelos explicaram efetivamente a variação dos dados. Em contraste, o valor de R^2 ajustado para a remoção de celulose não foi significativo, demonstrando que essa variável não apresentou forte associação entre perda de massa e aumento do P-fator na pré-hidrólise da madeira (Tabela 2).

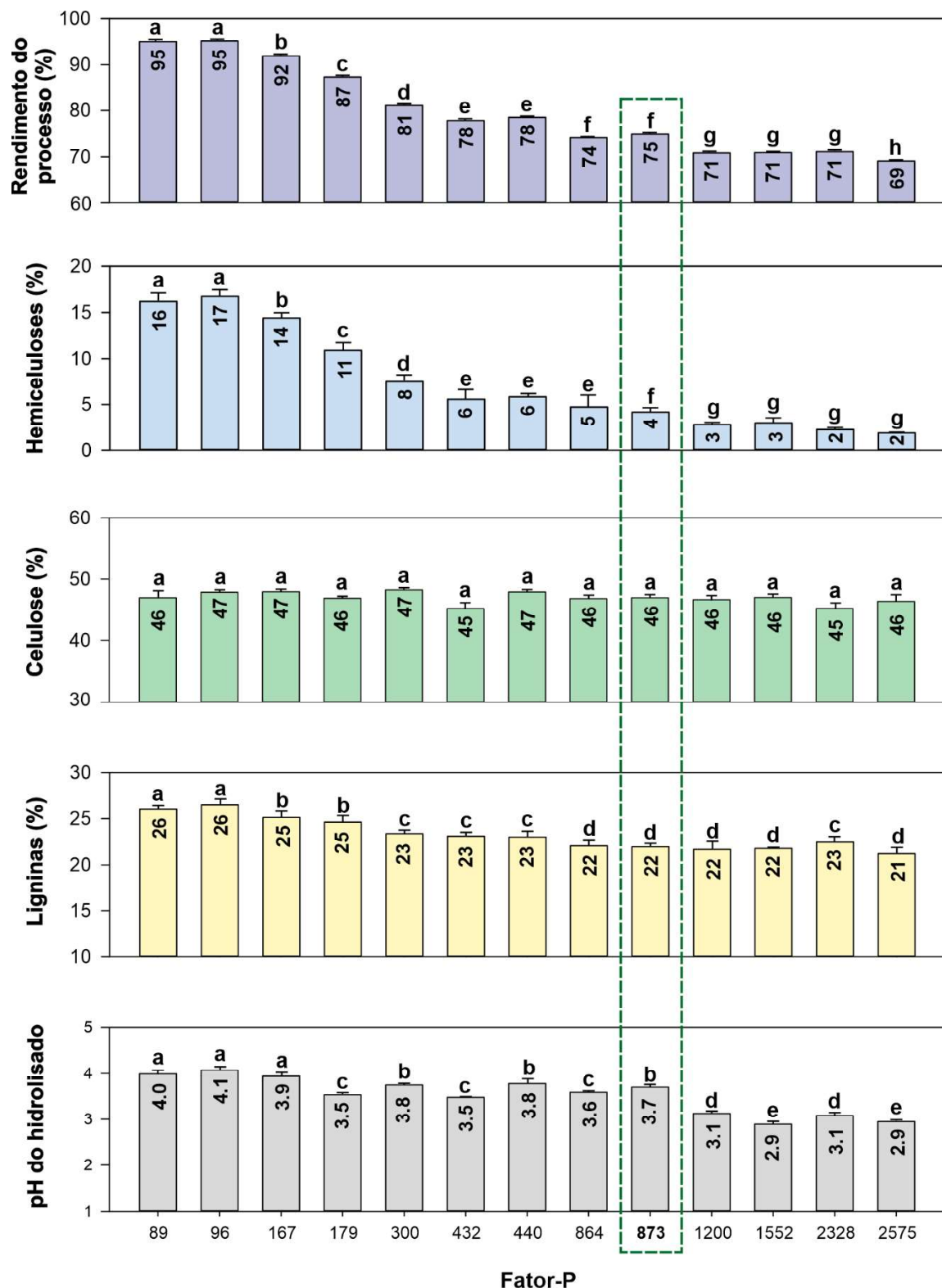
Tabela 2 – Modelos de regressão gerados para perda de massa da madeira de eucalipto levando em consideração os fatores-P de cada pré-tratamento.

Clone	Idade (anos)	Perda total de massa		Hemiceluloses		Celulose		Lignina	
		Modelo	Adj. R ²	Modelo	Adj. R ²	Modelo	Adj. R ²	Modelo	Adj. R ²
A	3	-0,00001x ²	0,89	-0,00003x ²	0,82	-0,000001x ²	0,28 ^{ns}	-0,00001x ²	0,73
		+0,0308x +5,57		+0,1026x +9,30		+0,0036x -0,2498		+0,0173x 10,95	
	5	-0,00001x ²	0,89	-0,00003x ²	0,81	-0,000001x ²	0,10 ^{ns}	-0,00001x ²	0,83
		+0,0303x +6,03		+0,0971x +9,32		+0,0022x +0,6271		+0,0203x +9,40	
B	3	-0,00001x ²	0,90	-0,00003x ²	0,85	-0,000001x ²	0,21 ^{ns}	-0,00001x ²	0,79
		+0,0298x +5,49		+0,1003x +7,68		+0,0023x -0,5477		+0,0195x +9,05	
	5	-0,00001x ²	0,82	-0,00003x ²	0,79	0,000002x ²	0,15 ^{ns}	-0,00001x ²	0,80
		+0,0284x +7,44		+0,0917x +15,55		-0,0035x 4,20		+0,0212x +7,45	

Em que: ns = o modelo não é significativo ao nível de significância de 5%.

Com base nos valores médios das variáveis em estudo, foi possível observar que o aumento do fator-P nos pré-tratamentos hidrotérmicos resultou em uma redução significativa nos valores de rendimento do processo, teores de hemiceluloses e lignina da madeira, e no pH do hidrolisado (Figura 3). Em contraste, não houve redução significativa do teor de celulose. Assim, as diferentes condições de tempo e temperatura aplicadas no processo de pré-hidrólise da madeira não afetaram significativamente a composição sólida da celulose.

Figura 3 – Valores médios para o rendimento, conteúdo residual de componentes químicos da madeira e pH do hidrolisado após os tratamentos de pré-hidrólise adotados.



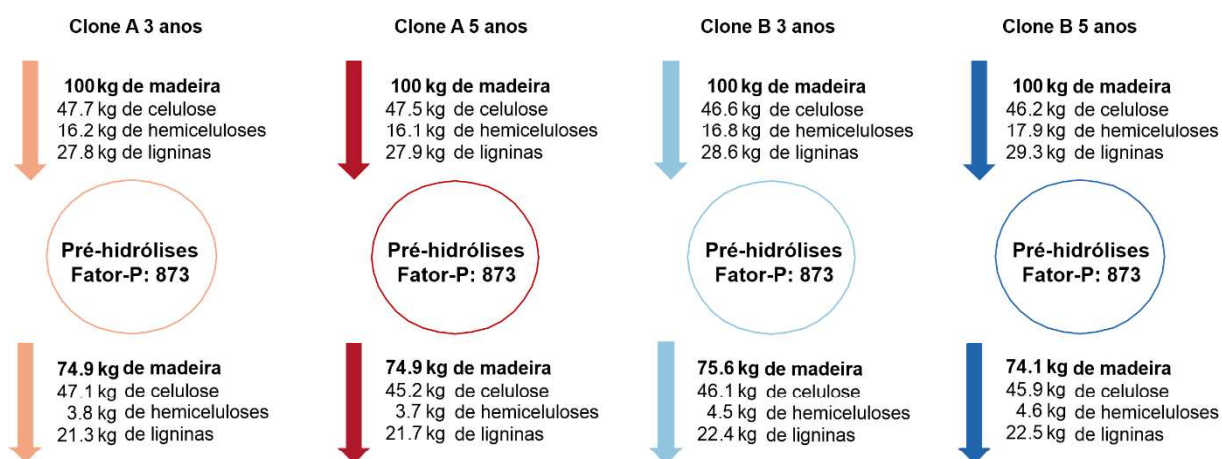
Em que: Médias seguidas pela mesma letra não diferiram significativamente entre si no teste Scott-Knott a um nível de significância de 5%. O retângulo verde indica possível condição de pré-hidrólise da madeira para produção de polpa solúvel.

Valores de fator-P de até 873 levaram a uma redução estatisticamente significativa na variabilidade do conteúdo residual dos componentes químicos da

madeira. Acima desse valor, o aumento do P-fator deixou de ser eficiente para a produção de polpa solúvel, pois não houve redução significativa nos teores de hemiceluloses e lignina. Além disso, um fator-P elevado reduz o rendimento do processo e exige tempos mais longos e/ou temperaturas mais altas na pré-hidrólise da madeira, tornando-o economicamente inviável para a produção de polpa solúvel.

Considerando um fator-P de 873 como um possível ponto de pré-hidrólise para a produção de polpa solúvel, e levando em consideração a composição química percentual da madeira de eucalipto não tratada, foi realizada uma simulação para avaliar a perda de massa a partir de 100 kg de madeira para os quatro materiais investigados (clones e idades). O fracionamento dos compostos lignocelulósicos (lignina, hemiceluloses e celulose) e o rendimento do processo foram analisados (Figura 4).

Figura 4 – Simulação do balanço de perda de massa para os componentes lignocelulósicos de 100 kg de madeira de eucalipto com base em um valor de fator-P de 873.



Os materiais investigados (clones e idades) apresentaram perfis semelhantes na simulação do balanço de perda de massa dos componentes lignocelulósicos. Houve uma redução média significativa de 12,6 kg em hemiceluloses, 6,4 kg em lignina e 25,1 kg no rendimento do processo, mas apenas 0,89 kg no teor de celulose após o pré-tratamento hidrotérmico. Esse resultado é eficiente para processos de produção de polpa solúvel, pois gera um resíduo sólido com baixo teor de hemiceluloses e alta concentração de celulose. Contudo, para avaliar a real eficiência do fator-P de 873, ressalta-se a importância de analisar a qualidade da polpa e o rendimento final do processo após a realização da polpação Kraft e branqueamento da polpa solúvel.

3.4 DISCUSSÃO

O pré-tratamento hidrotérmico aplicado à madeira e o conjunto de valores de fatores-P no processo de produção de polpa solúvel fornecem informações essenciais sobre os mecanismos utilizados para superar a recalcitrância da matriz lignocelulósica. Durante a degradação das hemiceluloses, observam-se altos valores de solubilização e perda contínua de massa, principalmente por meio de reações catalisadas por íons hidrônio, seguidas por valores significativos de lignina (Batista et al. 2019; Dong et al., 2020). Esse resultado foi consistente com o presente estudo, que demonstrou que o aumento do fator-P resultou em maior perda de massa de hemiceluloses e lignina e, conseqüentemente, no rendimento do processo de pré-hidrólise.

A redução do teor de lignina com o aumento do fator-P está associada à clivagem de algumas ligações instáveis entre a lignina e os polissacarídeos, no qual, o pré-tratamento hidrotérmico pode causar fragmentação e realocação da lignina na superfície do material lignocelulósico, além de contribuir para a dissolução das hemiceluloses (DeMartini et al., 2011; Ruiz et al., 2013; Kučerová et al. 2016). Além disso, o aumento da severidade do processo de pré-hidrólise da madeira resulta na remoção de monômeros de lignina menos condensados, como éteres aril-alquílicos (Cunha e Simões 2023), na redução de estruturas β -O-4 (Leschinsky et al., 2008) e na diminuição da massa molecular da lignina (Leschinsk, Sixta e Patt, 2009). Essa redução no teor de lignina na madeira pré-tratada, juntamente com uma matriz lignocelulósica mais acessível, pode permitir condições mais brandas de polpação Kraft.

O pré-tratamento hidrotérmico mais severo também pode aumentar a área superficial disponível na biomassa pré-tratada, tornando as cadeias de celulose mais acessíveis e reativas (Kumar et al., 2009). Esse efeito é vantajoso para a produção de polpa solúvel, pois a maior reatividade da celulose facilita a penetração de reagentes durante o processo de derivatização. Além de fornecer celulose altamente estável e cristalina, esse tratamento resulta na perda de componentes amorfos, como as hemiceluloses (Lancha et al., 2021).

Assim, a diferença observada na solubilização das hemiceluloses e da celulose durante a pré-hidrólise está associada às suas estruturas. A celulose é um homopolímero de cadeia linear com diferentes graus de polimerização, formando ligações de hidrogênio intra e intermoleculares em estruturas cristalinas que a tornam

mais resistente à degradação química e térmica. Em contraste, as hemiceluloses são heteroglicanos mistos compostos por pentoses e hexoses interligadas, geralmente com ramificações e grupos de substituição (Cao et al., 2012). Com um menor grau de polimerização e uma estrutura ramificada e não cristalina, as hemiceluloses são mais facilmente hidrolisadas (Walker 1993; Kučerová et al., 2016). Valores mais elevados de fator-P removem as hemiceluloses da madeira de eucalipto de maneira mais eficaz, conforme observado no presente estudo (~90%).

A madeira de folhosas apresenta degradação mínima da celulose durante a autohidrólise, mas sofre dissolução substancial das hemiceluloses quando os valores de fator-P ultrapassam 200. Sob condições mais intensas, as xilanas se dissolvem em oligossacarídeos até um fator-P de aproximadamente 200 e, posteriormente, se degrada em xilose monomérica (Tunc e Heiningen 2009). Sixta (2006) e Tunc e Heiningen (2009) também observaram que, para madeira de folhosas, a maior solubilização das hemiceluloses ocorre em um fator-P próximo de 800.

Pérez et al. (2023) e Utami et al. (2023) verificaram que a madeira de eucalipto apresentou maior solubilização e redução do teor de hemiceluloses com o aumento da temperatura da pré-hidrólise. No entanto, não identificaram um padrão linear de perda de massa para a composição sólida da celulose. Esse resultado é vantajoso para a produção de polpa solúvel, pois o principal objetivo desse processo é reduzir os teores de hemiceluloses e lignina sem comprometer significativamente a composição sólida e a cristalinidade da celulose.

As hemiceluloses das folhosas são compostas principalmente por glucuronoxilanas, e apresentam altas taxas de substituição acetil nos carbonos C2 e C3 do xilano (Fengel e Wegener, 1983). A degradação hidrotérmica dessas hemiceluloses libera grupos acetil, no qual, acidifica a solução e atua como autocatalisador, contribuindo assim para a diminuição do pH do hidrolisado (Dong et al., 2020). Este fato foi observado no presente estudo com o aumento do fator-P, provavelmente devido à concentração de ácido acético gerado pela desacetilação das hemiceluloses.

A hidrólise dos polissacarídeos ocorre mais facilmente em meio ácido, tornando a formação de ácido acético a partir da degradação das hemiceluloses uma reação autocatalisada, o que favorece a despolimerização. Além disso, o baixo pH facilita a remoção da lignina, uma vez que as condições ácidas promovem sua condensação, resultando em uma lignina menos reativa (Tunc et al. 2014; Ruiz, Thomsen e Trajano,

2017). Assim, o pH do hidrolisado pode indicar a solubilização dos componentes lignocelulósicos durante o processo de pré-hidrólise da madeira de eucalipto.

O aumento do fator-P também provocou um escurecimento notável nos cavacos de madeira. Um dos motivos para esse efeito pode estar associado à formação de produtos de degradação dos carboidratos por catálise ácida (Nitsos et al. 2016), ou ainda à recondensação de pseudo-ligninas aromáticas policondensadas na superfície da celulose residual (Cheng et al., 2018). Nos quais são compostos não-lignínicos que, durante o pré-tratamento, se rearranjam e condensam, formando estruturas semelhantes à lignina (Hu e Ragauskas).

Os modelos de regressão gerados a partir da perda de massa dos componentes lignocelulósicos da madeira de eucalipto sob diferentes condições de pré-hidrólise apresentaram bom ajuste e concordância com os resultados experimentais. Essa tendência também foi observada por Lin et al. (2017), que definiram valores superiores a 80% como indicativos de um bom ajuste para um determinado modelo, uma vez que o coeficiente de determinação (R^2) é a medida de correlação utilizada para avaliar a qualidade da equação de regressão (Yemis e Mazza, 2011).

Em relação à composição sólida da celulose e à solubilização das hemiceluloses, dados da literatura também sugerem um grau ideal de severidade para o processo de pré-hidrólise (Batista et al., 2019). Assim, é essencial considerar o binômio temperatura/tempo para esse processo. Temperaturas mais baixas e tempos de pré-tratamento mais curtos resultam em baixa remoção de hemiceluloses, enquanto temperaturas mais elevadas e tempos mais longos aumentam os custos operacionais e de equipamentos, além de elevar as taxas de degradação e perda de celulose (Santos-Rocha et al., 2018; Batista et al., 2019).

A polpa solúvel é um produto de alta qualidade e valor agregado. O tipo de madeira utilizada como matéria-prima impacta significativamente o processo de produção da polpa celulósica e sua qualidade, especialmente em termos de densidade básica da madeira e composição química (dos Santos et al., 2024). Portanto, além do teor de celulose na polpa, é necessário considerar sua qualidade, incluindo o grau de polimerização e a cristalinidade, ao avaliar tanto a matéria-prima quanto a qualidade da polpa solúvel produzida (Sayyed, Deshmukh e Pinjari, 2019; Quintana, Valls, e Roncero, 2024).

Nesse contexto, o teor residual de hemiceluloses é um parâmetro essencial nos processos de produção de polpa solúvel. Valores de fator-P superiores a 873 não apresentam vantagens para madeira jovem de eucalipto submetida à pré-hidrólise,

uma vez que o rendimento mais eficiente foi observado para esse processo com o binômio temperatura/tempo de 179 °C e 45 min. Esses resultados estão de acordo com os limites estabelecidos para os teores residuais de hemiceluloses na polpa solúvel grau viscoso, que variam de 4 a 6% (Resende, Colodette e Andrade, 2019). Dessa forma, com a eficiência do processo de pré-hidrólise da madeira, a tendência nos estágios subsequentes da produção de polpa solúvel (cozimento Kraft e branqueamento) é uma maior redução do teor de hemiceluloses da polpa e, conseqüentemente, uma menor necessidade de reagentes para a remoção da lignina, contribuindo para a sustentabilidade de todo o processo de produção.

Além disso, um fator-P elevado também exigiria tempos de pré-hidrólise mais longos e/ou temperaturas mais altas, tornando a produção de polpa solúvel economicamente menos viável. Considerando que o processo de polpação também reduz os teores de hemiceluloses, estudos adicionais da qualidade da polpa produzida pelo processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK) deve ser realizada para verificar se o fator-P 873 adotado pode ser ainda mais reduzido, possibilitando condições mais brandas e menores custos no pré-tratamento.

3.5 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos não indicaram um impacto significativo da idade e do genótipo das árvores de eucalipto sob as diferentes condições de pré-hidrólise da madeira. Os materiais apresentaram perfis semelhantes para a solubilização dos componentes lignocelulósicos e rendimento do processo.

O pré-tratamento hidrotérmico removeu eficientemente as hemiceluloses da madeira, especialmente sob condições de fator-P mais elevadas, sem comprometer a composição sólida da celulose. Além disso, os modelos de regressão empregados apresentaram um bom ajuste para a perda de massa do material, bem como para os teores de hemiceluloses e lignina, demonstrando-se ferramentas eficazes para a otimização do processo.

O fator-P de 873 demonstrou eficiência no processo de pré-hidrólise da madeira jovem de eucalipto destinada à produção de polpa solúvel. Esse fator-P garantiu uma solubilização eficaz das hemiceluloses e da lignina, com rendimentos dentro das expectativas. No entanto, estudos adicionais após o processo de cozimento Kraft são necessários para avaliar a possibilidade de reduzir ainda mais o fator-P, permitindo condições mais brandas e custos menores no pré-tratamento.

Dessa forma, destaca que os resultados sobre as diferentes condições de pré-hidrólise da madeira de eucalipto têm o potencial de melhorar significativamente a sustentabilidade das etapas subsequentes do processo (cozimento Kraft e branqueamento) na produção de polpa solúvel, oferecendo informações valiosas para a indústria e direcionando futuras pesquisas.

REFERÊNCIAS

- ABDULLAH, R.; UEDA, K.; SAKA, S. Hydrothermal decomposition of various crystalline celluloses as treated by semi-flow hot-compressed water. **J. Wood Sci.**, 2014.
- ADITIYA, H. B.; MAHLIA, T. M. I.; CHONG, W. T.; NUR, H.; SEBAYANG, A. H. Second generation bioethanol production: a critical review. **Renew. Sustain. Energy Rev.** 2016.
- ALVARES, C. A.; STAPE J. L.; SENTELHAS, P. C. M.; GONÇALVES, J. L.; SPAROVEK, G. Köppen's climate classification map for Brazil. **Meteorol**, 6:711–728. 2013
- BATISTA, G.; SOUZA, R. B. A.; PRATO, B.; DOS SANTOS-ROCHA, M. S. R.; CRUZA, A. J. G. Effect of severity factor on the hydrothermal pretreatment of sugarcane straw. **Bioresource Technology**, 2019.
- BERGRATH, J.; RUMPF, J.; BURGER, R.; TUNG DO, X.; WIRTZ, M.; SCHULZE, M. Beyond Yield Optimization: The Impact of Organosolv Process Parameters on Lignin Structure. **Macromol. Mater. Eng.**, 2023.
- BRASCH D. J.; FREE K. W. The chemistry of New Zealand grown *Pinus radiate*. III. Prehydrolysisulfate pulps. **Tappi** 47(4):186–189. 1964.
- CAO, S.; PU, Y.; STUDER, M.; WYMAN, C.; RAGAUSKAS, A.J. Chemical transformations of *Populus trichocarpa* during dilute acid pretreatment. **RSCAdv.** 2012.
- CHEN, Z.; ZHANG, H.; HE, Z.; ZHANG, L. Current and future markets of dissolving pulp in China and other countries. **BioResources**, 2019.
- CHENG, B.; WANG, X.; LIN, Q.; ZHANG, X.; MENG, L.; SUN, R.; XIN, F.; REN, J. New understandings of the relationship and initial formation mechanism for pseudolignin, humins, and acid-induced hydrothermal carbon. **J. Agric. Food Chem.** 2018.
- CUNHA, A. E. P.; SIMÕES, R. M. S. Dissolving Kraft Pulp Production and Xylooligosaccharide Coproduction: Effect of Pre-Hydrolysis Conditions. **American Chemical Society**, 2023.

DEMARTINI, J. D.; PATTATHIL, S.; AVCI, U.; SZEKALSKI, K.; MAZUMDER, K.; HAHN, M. G.; WYMAN, C. E. Application of monoclonal antibodies to investigate plantcell wall deconstruction for biofuels production. **Energy Environ. Sci.** 2011.

DONG, Y.; JI, H.; DONG, C.; ZHU, W.; LONG, Z.; PANG, Z. Preparation of high-grade dissolving pulp from radiata pine. **Ind Crops Prod.** 2020.

DOS SANTOS V. B.; DA CONCEIÇÃO, G. J.; RODRIGUES, P. D.; CIRILO, N. R. M.; ALMEIDA, M. N. F.; ROCHA, M. F. V.; GUIMARÃES, J. F. R.; CARVALHO, A. M. M. L.; GOMES, F. J. B.; MARCELINO, P. R. C. et al. Impact of age and genotype on the quality of eucalyptus wood for dissolving pulp. **Ind Crops Prod.** 218:118930. 2024

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood. Chemistry, ultrastructure, reactions.** Walter de Gruyter, Berlin. 1983.

GARROTE, G.; DOMÍNGUEZ, H.; PARAJÓ, J. C. Study on the deacetylation of hemicelluloses during the hydrothermal processing of *Eucalyptus* wood. **Holz Roh-Werkst.** 2001.

GÍRIO, F. M.; FONSECA, C.; CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L. C.; MARQUES, S.; BOGELŁUKASIK, R. Hemicelluloses for fuel ethanol: A review. **Bioresource Technology**, 2010.

HU., F.; RAGAUSKAS, A. J. Pretreatment and lignocellulosic chemistry. **BioEnergy Research**, 5, 1043–1066. 2012.

IBÁ – Indústria Brasileira De Árvores. **Relatório 2023: Ano base 2022.** São Paulo, SP. 2023.

INDEXBOX US. – Brazil: Chemical Wood Pulp (Dissolving Grades) - **Market Analysis, Forecast, Size, Trends and Insights Please mention the Source**, 2023. <<https://www.indexbox.io/store/brazil-dissolving-wood-pulp-market-report-analysis-and-forecast-to-2020-/>> Acesso em: 19 de fevereiro de 2025.

KUCEROVÁ, V.; VÝBOHOVÁ, E.; CANOVÁ, I.; DURKOVICB, J. The effects of both insoluble lignin and the macromolecular traits of cellulose on the content of saccharides within solids during hydrothermal pretreatment of hybrid poplar wood. **Industrial Crops and Products**, 2016.

KUMAR, P.; BARRETT, D. M.; DELWICHE, M. J.; STROEVE, P. Methods forpretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuelproduction. **Ind. Eng. Chem. Res.** 2009.

LANCHA, J. P.; PERRÉ, P.; COLIN, J.; Lv, P.; RUSCASSIER, N. Multiscale investigation on the chemical and anatomical changes of lignocellulosic biomass for different severities of hydrothermal treatment. **Scientific Reports**, 2021.

LESCHINSKY, M.; ZUCKERSTÄTTER, G.; WEBER, H.; PATT, R.; SIXTA, H. Effect of autohydrolysis of *Eucalyptus globulus* wood on lignin structure. Part 2: influence of autohydrolysis intensity. **Holzforschung.** 2008.

LESCHINSKY, M.; SIXTA, H.; PATT, R. Detailed mass balances of the autohydrolysis of *Eucalyptus globulus* at 170 °C. **BioResources**, 2009.

LIN, C.K. **Prehydrolysis-alkaline pulping of sweetgum wood**. Department of Wood and Paper Science. North Carolina State University, Raleigh. 1979.

LIN, Q.; LI, H.; REN, J.; DENG, A.; LI, W.; LIU, C.; SUN, R. Production of xylooligosaccharides by microwave-induced, organic acid-catalyzed hydrolysis of different xylan-type hemicelluloses: Optimization by response surface methodology. **Carbohydrate Polymers**, 2017.

LINDMAN, B.; KARLSTRÖM, G.; STIGSSON, L. On the mechanism of dissolution of cellulose. **J Mol Liq.** 2010.

LUNDSTEDT, T.; SEIFERT, E.; ABRAMO, L.; THELIN, B.; NYSTROM, A.; PETTERSEN, J.; BERGMAN, R. Experimental design and optimization. **Chemom. Intell. Lab. Syst.** 42, 3–40, 1998.

NEIVA, D. M.; COSTA, R. A.; GOMINHO, J.; FERREIRA-DIAS, S.; PEREIRA, H. Fractionation and valorization of industrial bark residues by autohydrolysis and enzymatic saccharification. **Bioresource Technology Reports**, 2020.

NITSOS, C. K.; CHOLI-PAPADOPOULOU, T.; MATIS, K.A.; TRIANTAFYLLIDIS, K.S. Optimization of hydrothermal pretreatment of hardwood and softwood lignocellulosic residues for selective hemicellulose recovery and improved cellulose enzymatic hydrolysis. **ACS Sustain. Chem. Eng.** 2016.

PÉREZ, A. O.; RIGUAL, V.; DOMÍNGUEZ, J. C.; ALONSO, M. A.; OLIET, M.; RODRIGUEZ, F. Effect of autohydrolysis and ionosolv treatments on eucalyptus fractionation and recovered lignina properties. **RSC Adv.**, 2023.

QUINTANA, E.; VALLS, C.; RONCERO, M.B. Dissolving-grade pulp: a sustainable source for fiber production. **Wood Science and Technology**. 58: 23-85. 2024.

R Core Team. **R: a language and environment for statistical computing**. R Foundation for Statistical Computing, Vienna. 2020.

RESENDE, J. O.; COLODETTE, J. L.; ANDRADE, M. F. Estudo de localização da extração alcalina a frio (CCE) numa sequência de branqueamento de polpa solúvel de eucalipto. **Scientia Forestalis**, 2019.

RUIZ, H. A.; RODRÍGUEZ-JASSO, R. M.; FERNANDES, B. D.; VICENTE, A. A.; TEIXEIRA, J. A. Hydrothermal processing, as an alternative for upgrading agriculture residues and marine biomass according to the biorefinery concept. A review. **Renew. Sustain. Energy Rev.** 2013.

RUIZ, H. A.; THOMSEN, M. H.; TRAJANO, H. L. **Hydrothermal processing in biorefineries: production of bioethanol and high added-value compounds of second and third generation biomass**, 1st edn. Springer, Berlin. 2017.

SANTOS, R.; CARASCHI, J. C.; VENTORIM, G. Avaliação do Estágio ácido a alta temperatura no branqueamento de polpa kraft préhidrolisada. **In: The 46th ABTCP international pulp and paper congress**, October, 8–10. 2013, Sao Paulo Brazil. 2013.

SANTOS-ROCHA, M. S. R.; PRATTO, B.; CORRÊA, L. J.; BADINO, A. C.; ALMEIDA, R. M. R. G.; CRUZ, A. J. G. Assessment of different biomass feeding strategies for improving the enzymatic hydrolysis of sugarcane straw. **Ind. Crop.** 2018.

SAYYED, A. J.; DESHMUKH, N. A.; PINJARI, D. V. A critical review of manufacturing processes used in regenerated cellulosic fibres: viscose, cellulose acetate, cuprammonium, LiCl/ DMAc, ionic liquids, and NMMO based lyocell. **Cellulose**, 2019.

SCOTT, A. J.; KNOTT, M. A. A cluster analysis method for grouping means in the analysis of variance. **Biometrics**, Alexandria 30:507–512. 1974.

SHAPIRO, S. S.; WILK, M. B. An analysis of variance test for normality (complete samples). **Biometrika**. 52(3-4):591–611. 1965.

SIXTA, H. **Handbook of pulp**, vol 1. Wiley-VCH, Weinheim. 2006.

SOARES, C. P. B.; PAULA NETO, F.; SOUZA, A. L. **Dendrometria e inventário florestal**. Editora UFV, Viçosa. 2011.

SPEARMAN, C. The proof and measurement of association between two things. **Am J Psychol**. 15(1):72–101. 1904.

STRUNK, P. **Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers**. 2012. (Dissertação), Umeå Universitet. 2012.

TAPPI – Technical Association of the Pulp and Paper Industry. **T 222 om-97: Acid Insoluble Lignin in Wood and Pulp**. 1997a.

TAPPI – Technical Association of the Pulp and Paper Industry. **TAPPI 264 cm-97: Preparation of Wood for Chemical Analysis**. 1997b.

TUNC, M. S.; VAN HEININGEN, A. R. P. Autohydrolysis of mixed southern hardwoods: effect of P-factor. **Nord Pulp Pap Res J**. 2009.

TUNC, M. S.; CHHEDA, J.; VAN DER HEIDE, E.; MORRIS, J.; VAN HEININGEN, A. Pretreatment of hardwoodchips via autohydrolysis supported by acetic and formic acid. **Holzforschung** 68(4):401–409. 2014.

UTAMI, S. P.; SARI, E. O.; CHEM, M.; OHI, H.; EVELYN, N. I. Isolation of cellulose and lignin from *Acacia crassicarpa* and *Eucalyptus pellita* wood by prehydrolysis soda cooking with 2-methylantraquinone as a green additive. **Wood Sci Technol**. 57:253–273. 2023.

VALLEJOS, M. E.; OLMOS, G. V.; TALEB, M. C.; FELISSIA, F. E.; EHMAN, N. V.; PERESIN, M. S.; AREA, M. C.; MAXIMINO, M. G. Dissolving pulp from eucalyptus sawdust for regenerated cellulose products. **Cellulose**, 2022.

WALKER, J. G. F. **Primary Wood Processing: Principles and Practice**. Chapman & Hall, 1993.

WOLLBOLDT, R. P.; ZUCKERSTATTER, G.; WEBER, H. K.; LARSSON, P. T.; SIXTA, H. Accessibility, reactivity and supramolecular structure of *E. globulus* pulps with reduced xylan content. **Wood Sci Technol.** 44:533–546. 2010.

YEMIS, O.; MAZZA, G. Acid-catalyzed conversion of xylose, xylan and straw into furfural by microwave-assisted reaction. **Bioresource Technology**, 2011.

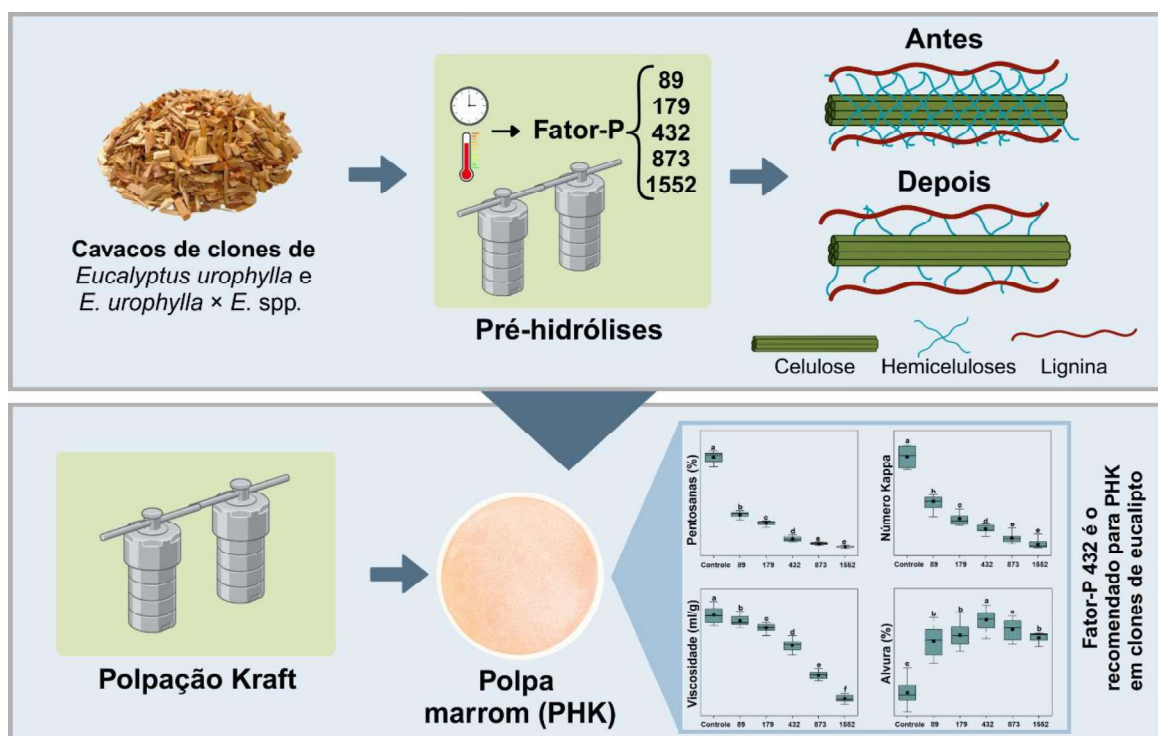
4 CAPÍTULO III

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE KRAFT (PHK) EM CLONES DE EUCALIPTO PARA PRODUÇÃO DE POLPA SOLÚVEL

Resumo: O processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK) é o mais utilizado industrialmente para a produção de polpa solúvel, tanto em cozimento contínuo quanto em batelada. A pré-hidrólise da madeira consiste na remoção das hemiceluloses antes da polpação Kraft, permitindo a obtenção de polpa solúvel de alta qualidade. O desempenho do processo pode ser controlado por meio do ajuste dos parâmetros de tempo e temperatura (fator-P). Desta forma, o presente estudo teve como objetivo avaliar o efeito da intensidade da pré-hidrólise da madeira na qualidade da polpa não branqueada de clones de eucalipto utilizados na produção de polpa solúvel. Foram analisadas 5 árvores de dois clones de eucalipto, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla x Eucalyptus spp.* (B), com idades de 3 e 5 anos, cultivadas em plantações localizadas no estado da Bahia, Brasil. Aplicaram-se pré-tratamentos hidrotérmicos aos cavacos de madeira sob diferentes condições de tempo e temperatura (fator-P). Após a pré-hidrólise, realizou-se a polpação Kraft, e avaliaram-se as propriedades da polpa não branqueada, incluindo rendimento, número Kappa, viscosidade, alvura, teor de pentosanas e índice de cristalinidade. O aumento da severidade da pré-hidrólise reduziu drasticamente o número Kappa e o teor de pentosanas da polpa. Além disso, proporcionou uma melhora de até 8,6% na alvura e 7,2% no índice de cristalinidade. Esses resultados demonstram a eficiência das condições otimizadas da Pré-hidrólise Kraft (PHK) para a produção de polpa solúvel, especialmente para um fator-P de 432.

Palavras-chave: Celulose; Hemicelulose; Número Kappa; Viscosidade; Alvura.

Resumo gráfico:



4.1 INTRODUÇÃO

A polpa solúvel ocupa uma posição estratégica na indústria florestal devido à sua alta pureza e ampla aplicabilidade em diversos setores, incluindo as indústrias têxtil, química, farmacêutica, alimentícia e automotiva (IBÁ, 2023). Essa matéria-prima é utilizada no desenvolvimento de uma variedade de produtos, como viscoso, acetato de celulose, éteres de celulose, celofane e rayon, cujas propriedades e desempenho são diretamente influenciados pelas características da biomassa lignocelulósica e pelas condições empregadas no processo de produção da polpa (Dong et al., 2020).

A qualidade da polpa solúvel é determinada por critérios rigorosos, incluindo alto teor de alfa-celulose (>93%), elevada alvura (>90%), maior uniformidade no grau de polimerização da celulose, boa reatividade e baixos teores de hemiceluloses (<2% para polpa grau acetato), lignina residual (<0,5%) e minerais (<0,1%) (Sixta, 2006; Quintana, Valls, e Roncero, 2024). Além desses parâmetros de pureza, as propriedades estruturais da celulose, como viscosidade, índice de cristalinidade, área superficial específica e porosidade das fibras, afetam diretamente sua acessibilidade química, influenciando a reatividade e a eficiência dos processos subsequentes de conversão (Manhães e Lima, 2001; Melo Júnior, 2010).

Dentre as abordagens utilizadas na produção de polpa solúvel, o processo Pré-hidrólise Kraft (PHK) se consolidou como a principal alternativa industrial, combinando

etapas ácida (pré-hidrólise) e alcalina (cozimento Kraft), seguidas pelo branqueamento para alcançar a pureza desejada da polpa (Sixta, 2006). A pré-hidrólise, realizada antes do cozimento alcalino, desempenha um papel fundamental na remoção e fragmentação das hemiceluloses, bem como de outros constituintes que comprometem a pureza e a reatividade da celulose (Resende, Colodette e Andrade, 2019). A severidade dessa etapa influencia diretamente o grau de solubilização das hemiceluloses e os parâmetros de qualidade da polpa resultante (dos Santos et al., 2025).

A pré-hidrólise da madeira pode ser realizada por diferentes métodos, incluindo tratamento com água, extrações cáusticas e ácidos minerais diluídos (Wollboldt et al., 2010; Santos, Caraschi e Ventorim, 2013; dos Santos et al., 2025). Entre essas abordagens, o pré-tratamento hidrotérmico tem sido o mais adotado pela indústria de polpa solúvel, pois alia viabilidade econômica a menor impacto ambiental, reduzindo os efeitos corrosivos e os custos operacionais em comparação com outros tratamentos químicos (Leschinsky, Sixta e Patt, 2009; Gírio et al., 2010; Aditiya et al., 2016). A intensidade do processo de pré-hidrólise é descrita pelo fator-P, um parâmetro calculado com base na integração da taxa de reação em função da temperatura ao longo do tempo de pré-tratamento (Sixta, 2006; Dong et al., 2020).

Atualmente, os principais desafios na produção de polpa solúvel incluem maximizar a remoção de hemiceluloses, aumentar a reatividade e controlar precisamente a viscosidade (Quintana, Valls, e Roncero, 2024), dado que esses parâmetros são essenciais para a obtenção de produtos de alto desempenho. Nesse contexto, a definição dos parâmetros ideais de pré-hidrólise, especialmente o fator-P, tem sido amplamente investigada para elucidar os mecanismos de remoção de hemiceluloses e otimizar as condições operacionais na produção de polpa solúvel (Dong et al., 2020; Bergrath et al., 2023; dos Santos et al., 2025).

Além das condições do processo, a escolha da matéria-prima é um fator determinante para a eficiência e viabilidade do processo PHK. No Brasil, o eucalipto se destaca como a principal fonte de fibras para a produção de polpa solúvel (IBÁ, 2024). Esse protagonismo se deve à alta produtividade e adaptabilidade do gênero, bem como às características favoráveis da madeira, continuamente aprimoradas por meio do melhoramento genético e do manejo florestal (dos Santos et al., 2024).

Fatores como o genótipo e a idade das árvores têm sido uma preocupação crescente na indústria de celulose, sobretudo por influenciarem a composição química da madeira e as variáveis do processo de polpação (Trugilho, Lima e Mendes, 1996;

dos Santos et al., 2024). Compreender as relações entre essas variações e os parâmetros do processo de pré-hidrólise é essencial para estabelecer as condições ótimas de produção da polpa solúvel (dos Santos et al., 2025) e para adequar o processo produtivo à matéria-prima disponível.

Nesse contexto, avaliar os efeitos da intensidade do processo de pré-hidrólise (fator-P) na qualidade da polpa PHK é fundamental para o desenvolvimento de tecnologias mais eficientes e sustentáveis. Este estudo teve como objetivo otimizar o processo PHK, variando o fator-P aplicado a árvores jovens de clones comerciais de eucalipto, com foco na produção de polpa solúvel de alta qualidade.

4.2 MATERIAL E MÉTODOS

4.2.1 Caracterização da área de estudo e amostragem

Os materiais de estudo foram coletados nos municípios de Itanagra e Alagoinhas, Bahia, Brasil. Foram amostradas 5 árvores de dois clones de eucalipto, *Eucalyptus urophylla* (A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus spp.* (B), com idades de 3 e 5 anos. As regiões avaliadas apresentam clima tropical com estação seca e verão chuvoso, classificado como Aw segundo Köppen (Alvares et al., 2013). Os solos da região são classificados como franco-amarelo distrófico e franco-vermelho-amarelo distrófico. No primeiro ano após o plantio, as árvores receberam adubação nos meses 1, 3 e 12, visando prevenir e corrigir possíveis deficiências nutricionais.

A coleta das árvores considerou o diâmetro médio dos talhões, admitindo um desvio de 5% em relação à média, conforme estabelecido no último inventário florestal. Os critérios de seleção incluíram sanidade das árvores, formato do fuste e ausência de defeitos ou anomalias. A cubagem rigorosa foi realizada pelo método de Smalian (Soares, Paula Neto e Souza, 2011), e a altura comercial foi estabelecida a partir de um diâmetro mínimo de 6 cm, incluindo a casca (Tabela 1).

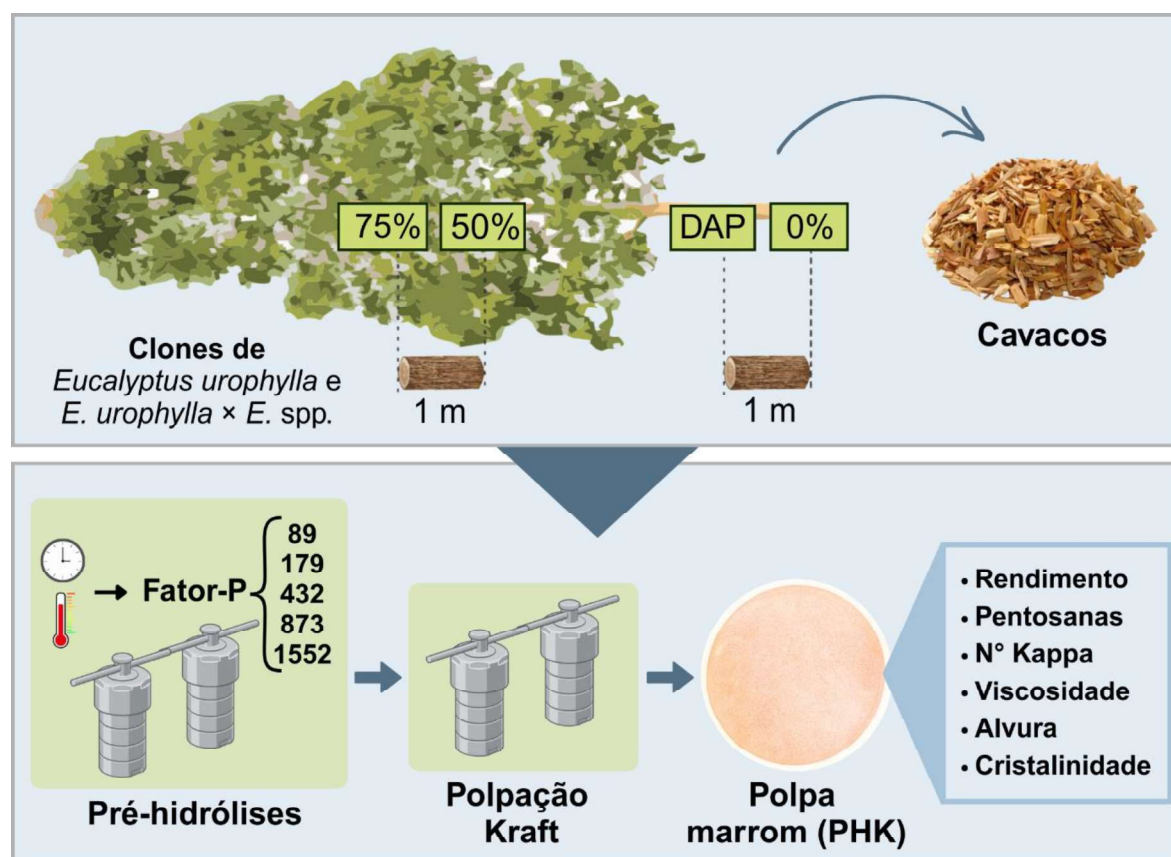
Tabela 1 – Valores médios dos parâmetros dendrométricos e densidade básica da madeira de clones de eucalipto.

Clone	Idade (anos)	DAP (cm)	Altura total (m)	Altura comercial (m)	Volume (m ³)	DB (kg.m ⁻³)
A	3	12,18	20,70	14,80	125,23	446
	5	14,44	25,06	20,48	223,85	454
B	3	11,77	19,14	13,26	101,15	432
	5	13,73	22,88	17,60	175,16	447

Em que: DB = Densidade básica da madeira.

Para a amostragem, foram retirados dois toretes de 1 metro de comprimento, um da base e outro entre 50% e 75% da altura comercial. As amostras foram transformadas em cavacos de madeira, classificados em peneira de 10 x 10 mm e homogêneas para os tratamentos de pré-hidrólise (Figura 1).

Figura 1 – Esquema metodológico da amostragem.



4.2.2 Tratamento de pré-hidrólise da madeira

Os cavacos de madeira de eucalipto foram submetidos ao pré-tratamento hidrotérmico em diferentes condições de temperatura e tempo, variando de 155 °C a 179 °C e de 30 a 80 minutos. O fator-P correspondente a cada condição de pré-

tratamento foi calculado conforme Sixta (2006), utilizando parâmetros combinatórios de tempo e temperatura (Equação 1).

$$Fator - P = \text{Exp} \left(40,48 - \frac{15106}{T} \right) * t \quad (\text{Equação 1})$$

Em que: T é a temperatura (Kelvin) e t é o tempo da pré-hidrólise (horas).

Os valores adotados para temperatura e tempo correspondem aos pontos indicados no estudo de dos Santos et al. (2025), que investigaram o efeito do fator-P no processo de pré-hidrólise da madeira de eucalipto para a produção de polpa solúvel. Foram selecionados cinco pontos, representando condições leves, moderadas e severas (Tabela 2).

Tabela 2 – Condições de pré-hidrólises (fator-P) utilizadas nos pré-tratamentos hidrotérmicos da madeira de eucalipto.

Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Fator-P	Condições
155	30	89	Leve
155	60	179	Moderada
175	30	432	Moderada
179	45	873	Moderada
179	80	1552	Severa

Os pré-tratamentos hidrotérmicos foram realizados em micro-digestores de aço com capacidade de 100 mL. O processo foi conduzido com uma relação líquido/sólido de 10:1, utilizando 70 mL de água destilada e 7 g de lascas de madeira. Os micro-digestores foram inseridos no reator à temperatura estabelecida e girados em banho de óleo até atingir o tempo definido para cada pré-tratamento (Neiva et al., 2020). Considerou-se que a reação ocorreu sob condições isotérmicas para cada condição de pré-hidrólise estabelecida, iniciando-se após 5 minutos, tempo necessário para alcançar a temperatura do banho (dos Santos et al., 2025).

Após os pré-tratamentos, os micro-digestores foram resfriados em banho de gelo. O sólido pré-tratado foi lavado com água destilada e separado do licor por filtração a vácuo, seguindo-se para o processo de polpação Kraft. O rendimento do processo de pré-hidrólise da madeira foi calculado com base no material seco em estufa (Equação 2).

$$Rendimento da pré - hidrólise (\%) = \left(\frac{\text{massa seca depois do processo}}{\text{massa seca antes do processo}} \right) * 100 \quad (\text{Equação 2})$$

4.2.3 Processo de polpação Kraft

O processo de polpação Kraft foi realizado em micro-digestores de aço, sob rotação em banho de óleo. As condições de cozimento adotadas foram: 5 g de madeira, relação licor/madeira de 5:1, 23% de álcali ativo e 25% de sulfidez (NaOH) e temperatura de 160 °C. A reação ocorreu sob condições isotérmicas por 60 minutos, considerando-se um período inicial de 5 minutos para atingir a temperatura do banho.

Ao término do cozimento, os digestores foram resfriados em banho de gelo para interromper a reação. Os resíduos sólidos foram lavados, desfibrados e recuperados por filtração a vácuo. A polpa foi seca a 50 °C e armazenada para testes posteriores, conforme descrito por Neiva et al. (2024). Para cada tratamento de pré-hidrólise e controle, realizaram-se três repetições, totalizando 18 processos de polpação para cada material avaliado.

4.2.4 Caracterização da polpa marrom

O rendimento depurado da polpa Kraft foi calculado como a razão entre a massa da polpa depurada (seca em estufa) e a massa seca da amostra de madeira (Equação 3). O rendimento do processo Pré-Hidrólise Kraft (PHK) foi determinado com base no rendimento da polpa Kraft e no rendimento da pré-hidrólise (Equação 4). O consumo específico de madeira, expresso em m³ de madeira por tonelada de polpa, foi estimado conforme Neiva et al. (2024) para calcular o volume de madeira necessário para produzir uma tonelada de polpa Kraft não branqueada (Equação 5).

$$\text{Rendimento da polpa Kraft} = \left(\frac{\text{massa seca da polpa}}{\text{massa seca da madeira}} \right) * 100 \quad (\text{Equação 3})$$

$$\text{Rendimento PHK} = \left(\frac{\text{rendimento pré-hidrólise}}{100} \right) * \text{Rendimento polpa Kraft} \quad (\text{Equação 4})$$

$$\text{CEM} (\text{m}^3_{\text{madeira}}/\text{ton}_{\text{polpa}}) = \frac{1}{\text{rendimento da polpação} \times \text{densidade básica}} \quad (\text{Equação 5})$$

Em que: CEM = Consumo específico de madeira.

O teor de pentosanas da polpa não branqueada de PHK foi determinada conforme a metodologia proposta por Batalha et al. (2024). O número Kappa da polpa foi determinado de acordo com a norma TAPPI T 236 cm-85 (TAPPI, 1993). A viscosidade intrínseca das polpas foi medida utilizando cupri-etilenodiamina (CED),

conforme descrito no método SCAN-CM 15:88 (1988). A alvura da polpa marrom foi avaliada pelo método SCAN-CM 11:95 (1995).

A cristalinidade da celulose da polpa foi analisada por difração de raios X (XRD). As análises foram realizadas em um difratômetro Rigaku MiniFlex (Tóquio, Japão) com radiação Cu K α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). As amostras foram escaneadas em uma faixa de 2θ de 3° a 90° , com tamanho de passo de $0,05^\circ$ e taxa de varredura de $2\theta \text{ min}^{-1}$. Os principais picos de cristalinidade foram identificados, e o índice de cristalinidade foi calculado (Equação 6) utilizando o método empírico proposto por Segal et al. (1959).

$$\text{Índice de cristalinidade (\%)} = \frac{I_t - I_a}{I_t} * 100 \quad (\text{Equação 6})$$

Em que: $I_t(200)$ é a intensidade máxima do pico principal de difração relacionado ao plano cristalino em $2\theta = 22^\circ$. I_a representa o halo amorfo em $2\theta = 18^\circ$ para a celulose I, que é a intensidade mínima entre os picos 110 e 200 (French 2014).

4.2.5 Análise estatística

A análise fatorial foi utilizada para avaliar os efeitos da idade e do genótipo sobre as propriedades da polpa não branqueada de eucalipto. O experimento incluiu duas idades e dois genótipos, totalizando quatro tratamentos e três repetições, em um delineamento inteiramente casualizado. Contudo, verificou-se que não houve interação significativa ($P < 0,05$) entre esses fatores. Portanto, para verificar o efeito das condições de pré-hidrólise sobre as variáveis analisadas na polpa de eucalipto, utilizou-se uma análise conjunta dos materiais, totalizando 12 repetições, avaliadas pelo teste de Scott-Knott (Scott e Knott, 1974) com nível de significância de 5%.

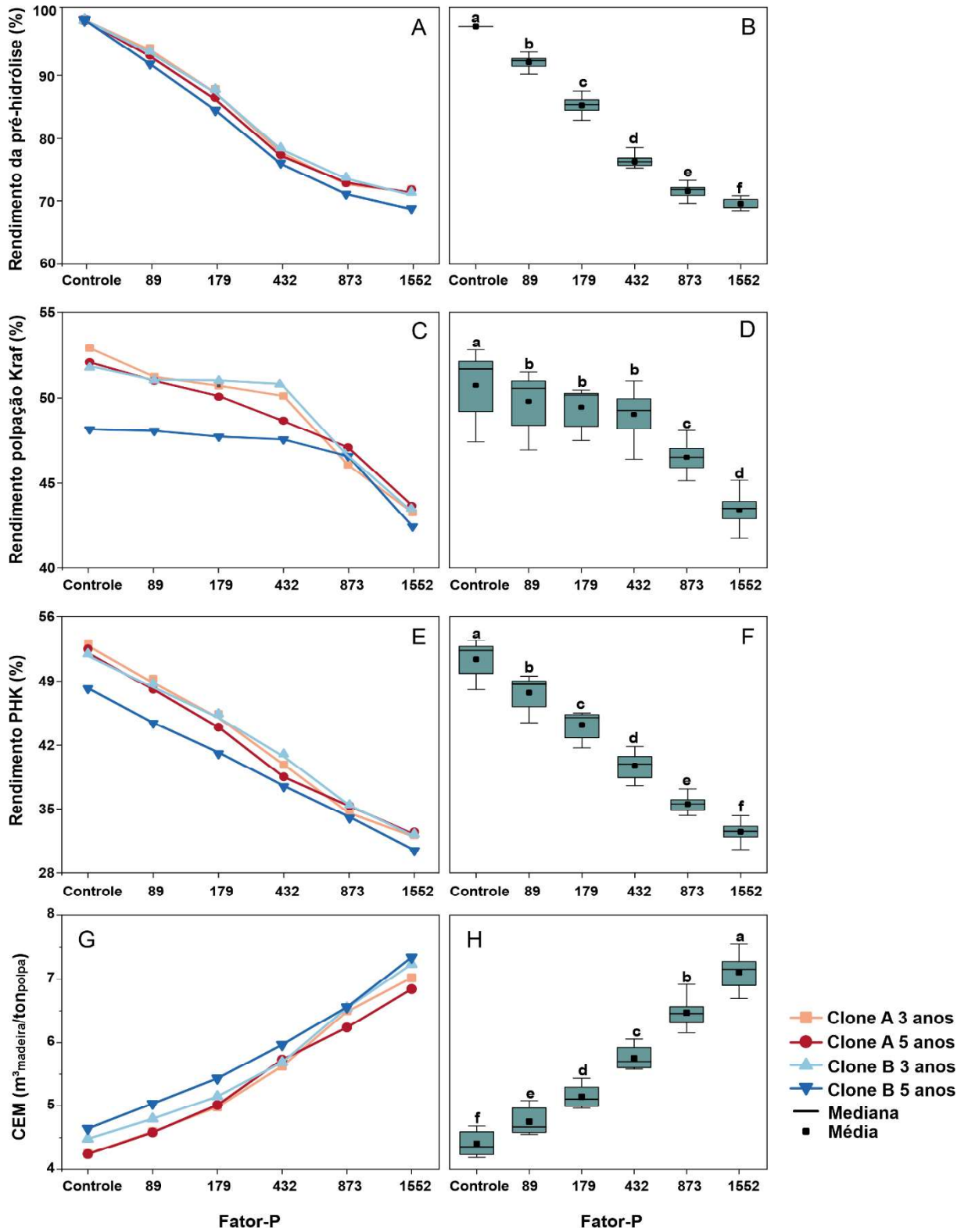
A correlação de Pearson ($p < 0,05$) foi utilizada para avaliar a relação entre as condições de pré-hidrólise e as variáveis da polpa de eucalipto. Todas as análises foram realizadas no *software* RStudio 4.0.2 (R Core Team, 2020).

4.3 RESULTADOS

Os clones de *Eucalyptus urophylla* (clone A) e *E. urophylla* x *Eucalyptus* spp. (clone B), com 3 e 5 anos de idade, apresentaram um perfil semelhante na redução dos rendimentos com o aumento do fator-P nos pré-tratamentos hidrotérmicos da madeira (Figura 2A). Portanto, a diferença de idade e genótipo não tiveram impacto significativo no processo de pré-hidrólise. O processo de pré-hidrólise da madeira de

eucalipto resultou em uma perda de massa significativa, com variação média de 5,8% a 27,6% dentro do intervalo das condições de fator-P estudado (Figura 2B).

Figura 2 – Valores médios dos rendimentos de pré-hidrólise, polpação Kraft e PHK da polpa de eucalipto e do Consumo Específico de Madeira (CEM) sob os diferentes fator-P.



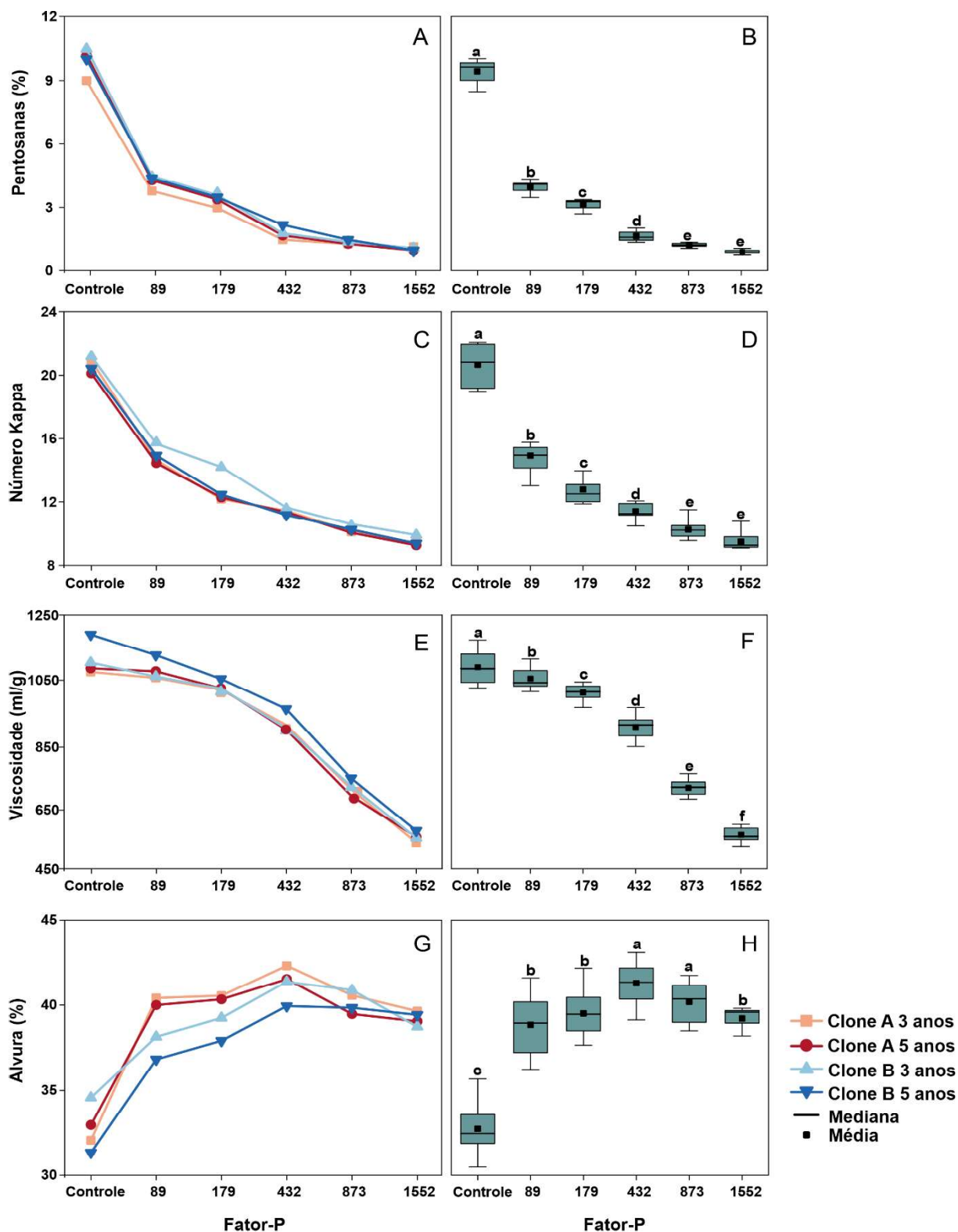
Em que: Médias seguidas pela mesma letra não diferem a 5% de significância pelo teste de Scott-Knott.

No rendimento da etapa de polpação Kraft e no processo global de Pré-Hidrólise Kraft (PHK), observou-se que o clone B aos 5 anos de idade apresentou um menor rendimento (até o fator-P de 432) em comparação aos demais materiais. Para as condições de pré-tratamento mais elevadas (fator P de 873 e 1552), a tendência de redução no rendimento foi mais intensa e tornou-se homogênea (Figura 2C, 2E). No geral, a perda de massa aumentou significativamente com o incremento do fator-P, com variação média de 0,9% a 7,6% na etapa de polpação Kraft e de 3,8% a 19,5% no processo PHK, em relação à madeira não tratada (controle), (Figura 2D, 2F).

O Consumo Específico de Madeira (CEM) para a produção de polpa solúvel mostrou-se inversamente proporcional ao rendimento dos processos produtivos, e os materiais estudados (clones e idades) apresentaram um perfil semelhante (Figura 2G). O consumo de madeira aumentou significativamente, com variação média de 0,4 a 2,7 m³ de madeira/tonelada de polpa, à medida que o fator-P das condições de pré-hidrólise aumentou (Figura 2H).

Para as características da polpa não branqueada de eucalipto, houve redução significativa do teor de pentosanas com o aumento do fator-P, e os materiais estudados apresentaram um perfil semelhante (Figura 3A). Observou-se que, com o aumento do fator-P, os dados tornaram-se mais homogêneos em relação ao controle. Notavelmente, já no primeiro tratamento (fator-P de 89), houve uma redução de 5,7%, seguida por reduções de 6,5%, 8,1%, 8,5% e 8,9% nas condições subsequentes de pré-hidrólise, em comparação ao controle. Além disso, a partir do fator-P de 873, verificou-se uma tendência estatística (Figura 3B).

Figura 3 – Valores médios do teor de pentosanas, número Kappa, viscosidade e alvura da polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise.



Em que: Médias seguidas pela mesma letra não diferem a 5% de significância pelo teste de Scott-Knott.

Para o número Kappa houve redução com o aumento do fator-P, e os materiais estudados apresentaram um perfil semelhante (Figura 3C). Observou-se que os

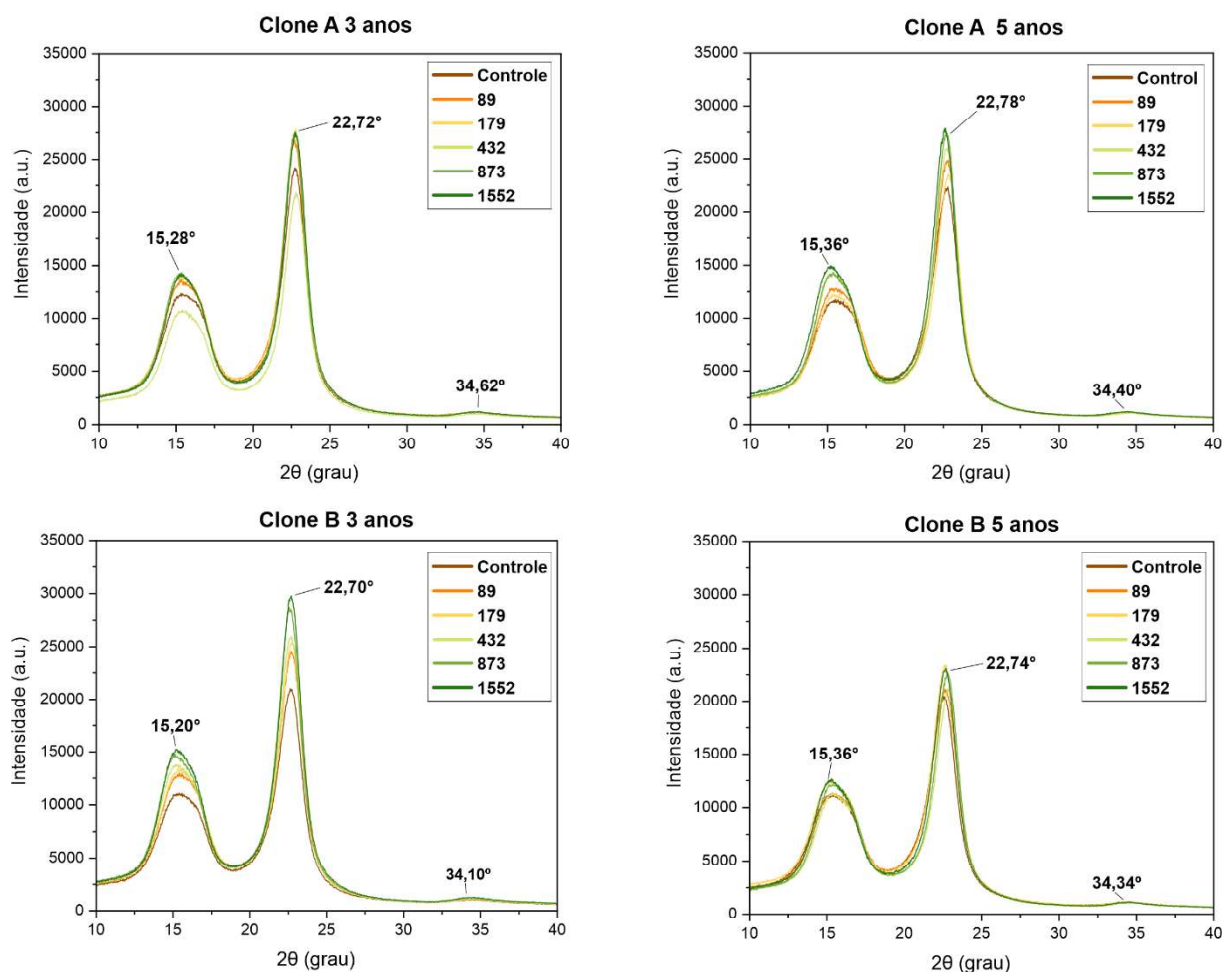
valores de número Kappa seguiram a mesma tendência do teor de pentosanas, tornando-se mais homogêneos em relação ao controle à medida que o fator-P aumentou. No primeiro tratamento (fator-P de 89), já ocorreu uma redução de 5,7, seguida por reduções de 7,9, 9,3, 10,4 e 11,2 nas condições subsequentes de pré-hidrólise, e a partir do fator-P de 873, verificou-se uma tendência estatística (Figura 3D).

A viscosidade também reduziu significativamente com o aumento do fator-P, e os materiais estudados apresentaram um perfil semelhante (Figura 3E). No entanto, a maior redução ocorreu a partir do fator-P de 873, com diminuições de 404 mL/g e 560 mL/g nos pontos de maior intensidade, 873 e 1552, respectivamente (Figura 3F).

Os materiais estudados apresentaram um perfil semelhante para a alvura. A alvura aumentou com o acréscimo das condições de hidrólise até o fator-P de 432, resultando em uma melhoria de até 8,6% na alvura da polpa não branqueada. A partir desse ponto, observou-se uma redução na alvura (Figura 3G, 3H).

Na análise da cristalinidade da polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise, os perfis de difração de raios X (DRX) revelaram resultados semelhantes para os quatro materiais estudados, identificando apenas celulose I, conforme evidenciado pelos dois picos de difração característicos da celulose. Observou-se um halo de menor intensidade resultante das sobreposições dos picos XX e YY em $2\theta = 15,28^\circ$, $15,39^\circ$, $15,20^\circ$ e $15,32^\circ$ para os clones de eucalipto. Enquanto isso, o segundo pico, mais intenso, ocorreu em $2\theta = 22,72^\circ$, $22,81^\circ$, $22,70^\circ$ e $22,74^\circ$, indicando uma maior quantidade de material cristalino nessa posição. Um terceiro pico, de menor intensidade, também foi identificado em $2\theta = 34,62^\circ$, $34,40^\circ$, $34,10^\circ$ e $34,34^\circ$ para os materiais analisados.

Figura 4 – Curvas de DRX foram obtidas para polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise.



Quanto ao índice de cristalinidade da celulose, verificou-se um aumento com o acréscimo do fator-P, com os materiais estudados apresentando comportamento semelhante (Tabela 3). No entanto, as árvores mais velhas exibiram índices de cristalinidade mais elevados, com destaque para o clone A aos 5 anos de idade, que apresentou um aumento de até 9% em comparação ao material controle.

Tabela 3 – Valores médios do Índice de Cristalinidade (%) da polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise.

Fator-P	Clone A 3 anos	Clone A 5 anos	Clone B 3 anos	Clone B 5 anos
Controle	60,83	67,15	60,96	67,40
89	64,99	69,53	62,88	68,27
179	66,98	70,11	63,32	69,01
432	67,88	72,40	64,83	70,99
873	68,95	75,08	66,91	71,12
1552	69,05	76,57	67,33	72,42

Ao analisar os valores médios das características da polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise, observa-se que o aumento do

fator-P melhora a qualidade da polpa para a produção de polpa solúvel (Tabela 4). Contudo, essa melhoria ocorre em paralelo à redução do rendimento do processo e ao aumento do consumo específico de madeira. Assim, destaca-se o fator-P de 432 como uma solução para aprimorar a eficiência e a viabilidade do processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK).

Tabela 4 – Valores médios do Índice de Cristalinidade (%) da polpa de eucalipto não branqueada sob diferentes condições de pré-hidrólise.

Fator-P	Rend. PHK (%)	CEM	Pentosanas (%)	Número Kappa	Viscosidade (mL/g)	Alvura (%)	Í.C. (%)
Controle	51,2 a	4,4 f	9,9 a	20,7 a	1106 a	32,7 c	64,1 a
89	47,4 b	4,8 e	4,3 b	14,9 b	1075 b	38,8 b	66,4 a
179	43,8 c	5,1 d	3,4 c	12,8 c	1020 c	39,5 b	67,4 a
432	39,2 d	5,8 c	1,8 d	11,4 d	907 d	41,3 a	69,0 a
873	34,8 e	6,5 b	1,4 e	10,3 e	698 e	40,2 a	70,5 a
1552	31,7 f	7,1 a	1,1 e	9,5 e	544 f	39,2 b	71,3 a

Em que: Rend. = Rendimento; CEM = Consumo Específico de Madeira ($m^3_{madeira}/ton_{polpa}$); Í.C. = Índice de Cristalinidade. Médias seguidas pela mesma letra não diferem a 5% de significância pelo teste de Scott-Knott.

Na análise de correlação de Pearson entre o fator-P e as características da polpa de eucalipto não branqueada, apenas a alvura não apresentou correlação significativa (p -valor < 0,05). O consumo específico de madeira e o índice de cristalinidade exibiram forte correlação positiva com o fator-P, sugerindo que seus valores aumentam ou diminuem conjuntamente. Por outro lado, as condições de pré-hidrólise apresentaram forte correlação negativa com o rendimento da polpa solúvel, número Kappa e viscosidade, além de correlação negativa moderada com o teor de pentosanas, indicando que seus valores são inversamente proporcionais (Tabela 5).

Tabela 5 – Correlação de Pearson entre o fator-P e as características da polpa não branqueada dos clones de eucalipto.

Variável	Fator-P
Rendimento PHK (%)	-0,91
CEM (m^3_{wood}/ton_{pulp})	0,95
Pentosanas (%)	-0,68
Número Kappa	-0,73
Viscosidade (mL/g)	-0,97
Alvura (%)	0,36 ^{ns}
Índice de Cristalinidade (%)	0,57

Em que: ns = não é significativo a 5% de significância.

4.4 DISCUSSÃO

O processo de pré-hidrólise e os diferentes fatores-P aplicados à madeira de eucalipto para a produção de polpa solúvel fornecem informações essenciais sobre os mecanismos utilizados para superar a recalcitrância da matriz lignocelulósica (dos Santos et al., 2025). A maior redução no rendimento da polpa não branqueada dos clones de eucalipto com o aumento do fator-P está associada à solubilização dos componentes lignocelulósicos da madeira durante a pré-hidrólise (Perez et al. 2023; Utami et al., 2023), especialmente das hemiceluloses, que são o principal alvo na produção de polpa solúvel (dos Santos et al., 2025). Isso explica os menores rendimentos no processo de Pré-hidrólise Kraft (30–40%) em comparação ao processo Kraft convencional (40–50%) (Lima e Assumpção, 1982).

O rendimento obtido no processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK) sob diferentes condições de severidade (fator-P) foi satisfatório, alinhando-se aos valores típicos para a produção de polpa solúvel (30–40%). Os resultados foram consistentes com os relatados por Ávila (2016), que obteve um rendimento de 36,4% para um fator-P de 500, e por Kautto, Saukkonen e Henricson (2010), que relataram um rendimento de 42,8% para um fator-P de 200. Esses valores, associados aos fatores-P, demonstram que o rendimento do processo PHK diminui à medida que o tempo e a temperatura do processo aumentam, tornando o pré-tratamento mais severo e impactando diretamente a solubilização dos compostos lignocelulósicos da madeira.

O consumo específico de madeira por tonelada de polpa indica a qualidade da matéria-prima florestal, pois afeta diretamente os custos de produção e a área florestal necessária para abastecer uma fábrica (Foelkel, 2017). Na produção de polpa celulósica, o consumo específico de madeira está correlacionado com a densidade da madeira e é inversamente proporcional ao rendimento do processo de polpação (Gomide, Fantuzzi Neto e Regazzi, 2010). No caso da produção de polpa solúvel, o consumo específico de madeira é maior do que no processo Kraft convencional, uma vez que o aumento da severidade das condições de pré-hidrólise causa maiores perdas de massa, reduzindo o rendimento do processo (dos Santos et al., 2025). Assim, o consumo específico de madeira para a produção de polpa solúvel pode variar conforme as características da matéria-prima e as condições dos processos de pré-hidrólise e polpação.

O processo de pré-hidrólise é uma etapa crucial na produção de polpa solúvel, pois promove a remoção das hemiceluloses, uma vez que estas dificultam a

reatividade da celulose nos processos de derivatização ao bloquear suas cadeias e impedem a penetração dos reagentes (Resende, Colodette e Andrade, 2019). Além disso, as hemiceluloses afetam negativamente propriedades essenciais da polpa, como viscosidade, filtrabilidade e estabilidade térmica dos derivados, comprometendo a qualidade do produto final (Sixta, 2006). Os limites estabelecidos para o teor residual de hemiceluloses variam de acordo com o produto final. Para a polpa de grau viscosa, os valores recomendados situam-se entre 4% e 6%, enquanto para a polpa de grau acetato, os níveis indicados são inferiores a 2% (Resende, Colodette e Andrade, 2019).

No caso dos clones estudados, as polpas não branqueadas de PHK produzidas com fatores-P de 432, 873 e 1552 apresentaram teores de pentosanas dentro da faixa recomendada para polpa de grau acetato (<2%) (Sixta, 2006). No entanto, é importante destacar que as polpas não branqueadas ainda precisam passar pelo processo de branqueamento, que pode reduzir ainda mais o teor de hemiceluloses, além da lignina. Isso sugere que fatores-P inferiores a 432 podem ser suficientes para o processo como um todo, resultando em maiores rendimentos e viscosidade, além de menor consumo específico de madeira.

Além de reduzir o teor de hemiceluloses, o aumento da severidade do processo de pré-hidrólise da madeira (fator-P) promove a remoção de monômeros ligados à lignina menos condensada, resultando na redução das estruturas β -O-4 (Leschinsky et al., 2008) e na diminuição da massa molecular da lignina (Leschinsk, Sixta e Patt, 2009). Isso contribui para o processo de deslignificação da polpa, com maior redução da lignina residual e, conseqüentemente, diminuição do número Kappa, conforme observado nos clones de eucalipto estudados. Para a produção de polpa solúvel, o número Kappa ideal é 9 ± 1 (dos Santos et al. 2016). Os resultados foram semelhantes aos de Ávila (2016), que relatou um número Kappa de 9,7 para polpa não branqueada com fator P de 500.

O número Kappa e a viscosidade da polpa apresentam correlação direta, onde valores mais baixos de Kappa indicam um ataque químico mais intenso, resultando em maior remoção de lignina e degradação da celulose, e conseqüentemente, redução da viscosidade intrínseca da polpa (Melo Júnior 2010; Carvalho, Silva e Colodette, 2015). Na indústria de polpa solúvel, a viscosidade é um parâmetro-chave de qualidade, sendo frequentemente utilizada para determinar a adequação da polpa a diferentes tipos de derivados de celulose (Manhães e Lima, 2001).

A viscosidade está diretamente relacionada ao grau médio de polimerização (Degree of Polymerization - DP) da celulose e das hemiceluloses na polpa, refletindo o tamanho das cadeias poliméricas (Resende et al., 2019). Segundo Chen et al. (2016), polpas com viscosidade excessivamente baixa podem comprometer a filtração e a resistência dos produtos finais. Assim, uma redução acentuada na viscosidade, resultante do aumento da severidade das condições de pré-hidrólise da madeira, pode impactar negativamente os processos subsequentes na produção de polpa solúvel.

As indústrias de polpa solúvel voltadas para produção de derivados de celulose de alta qualidade, priorizam valores intermediários a elevados de viscosidade. Esses níveis indicam cadeias de celulose mais longas e menor degradação durante a polpação, assegurando melhor desempenho no processamento e na aplicação final dos derivados. Nesse contexto, os valores de viscosidade da polpa não branqueada com fator-P de até 432 são os mais adequados para a produção de polpa solúvel, como as de grau acetato, que requerem viscosidade superior a 750 mL/g (Sixta, 2006). Os resultados obtidos corroboram com os de Ávila (2016), que obteve viscosidade de 908 dm³/kg para polpa não branqueada com fator-P de 500, e aos de Kautto, Saukkonen e Henricson (2010), que registraram 1280 dm³/kg para fator P de 200.

Outro parâmetro importante para garantir a qualidade e pureza da polpa solúvel é a alvura, sendo esperado que, após o branqueamento, a polpa atinja altos níveis (>90% ISO) (Sixta, 2006). Para a polpa não branqueada, a alvura é influenciada pelas condições do processo de polpação, especialmente pelo número Kappa, que reflete o grau de deslignificação e o teor residual de lignina na polpa (Melo Júnior, 2010; Carvalho, Silva e Colodette, 2015). Melo Júnior (2010) também destacou que a alvura da polpa não branqueada de eucalipto aumenta com a redução do número Kappa, sendo que valores acima de 35% são considerados significativos em termos de qualidade para polpas não branqueadas.

As polpas PHK avaliadas apresentaram brilho dentro da faixa recomendada para polpas não branqueadas, especialmente aquelas produzidas com fatores-P de 432 e 873, que atingiram níveis de brilho acima de 40%. Esses resultados estão alinhados com os relatados por Ávila (2016), que registrou alvura de 42% para polpa de eucalipto não branqueada com fator-P de 500. Nesse contexto, o aumento da alvura da polpa não branqueada promovido pelo pré-tratamento hidrotérmico desempenha um papel crucial na etapa de branqueamento da polpa solúvel. Maior alvura da polpa Kraft contribui para a redução do consumo de dióxido de cloro e para o aumento da eficiência do processo de branqueamento da polpa (Batista et al., 2018).

Para a produção de derivados de celulose, a reatividade da polpa solúvel é um parâmetro essencial e está diretamente associada à estrutura cristalina da celulose (Resende et al., 2019). A proporção entre as regiões cristalinas e amorfas define o índice de cristalinidade da celulose (D’Almeida, 1981), e a orientação dessas regiões influencia as propriedades mecânicas das fibras (Hu e Hsieh, 2001). Ao remover hemiceluloses e lignina, que são compostas por regiões amorfas, o processo PHK promoveu um aumento no índice de cristalinidade, resultando em uma estrutura de fibras de celulose mais organizada e resistente. No entanto, é fundamental equilibrar esse aumento na cristalinidade, pois estruturas excessivamente cristalinas podem reduzir a reatividade da polpa solúvel (Quintana, Valls, e Roncero, 2024).

Os resultados indicaram que os índices de cristalinidade das polpas de eucalipto não branqueadas foram similares entre os diferentes pré-tratamentos hidrotérmicos aplicados, apresentando valores compatíveis com os relatados na literatura, que variam de 65% a 74% (Neto et al., 2005; Azevedo et al., 2009; Melo Júnior, 2010). Além disso, o processo PHK não promoveu a conversão de celulose I em celulose II, o que é considerado desejável, dado que a formação de celulose II pode comprometer o rendimento na produção de polpa solúvel e aumentar o consumo de reagentes derivatizantes (Wang, Zobotina e Hong, 2012).

O aumento da severidade do fator-P durante o processo de pré-hidrólise da madeira para a produção de polpa solúvel demonstrou melhorar significativamente a qualidade da polpa. No entanto, é essencial avaliar a viabilidade dessa abordagem, considerando que a maior severidade do processo pode reduzir o rendimento da polpa e aumentar o consumo específico de madeira. O fator-P em torno de 432 no processo PHK se destaca pela eficiência, garantindo maior alvura da polpa não branqueada, além de rendimento, número Kappa, teor de pentosanas, viscosidade e índice de cristalinidade dentro das faixas recomendadas na literatura. Além disso, é fundamental analisar as etapas subsequentes do processo, como o branqueamento e a derivatização da polpa, para assegurar a eficiência técnica, bem como a sustentabilidade econômica e ambiental da produção de polpa solúvel e seus derivados.

4.5 CONCLUSÃO

Para os materiais em estudo, os fatores idade e genótipo não impactaram significativamente no rendimento e na qualidade da polpa PHK não branqueada dos clones de eucalipto. Essa informação é particularmente relevante para o setor de celulose, pois a padronização dos cavacos durante o cozimento é essencial para garantir a homogeneidade do processo industrial.

Quanto às condições de pré-hidrólise, o aumento do fator-P no processo de PHK reduziu de maneira eficaz o número Kappa e o teor de pentosanas da polpa não branqueada dos clones de eucalipto. Além disso, promoveu um aumento na alvura e no índice de cristalinidade da polpa, características estas que favorecem as etapas subsequentes de branqueamento e aprimoram a eficiência do processo produtivo de derivados de polpa solúvel.

No entanto, essas melhorias foram acompanhadas por uma redução no rendimento do processo e na viscosidade da polpa, além de um aumento no consumo específico de madeira. O fator-P na faixa de 432 destacou-se como uma alternativa promissora para otimizar a eficiência e a viabilidade do processo de PHK. Esses achados fornecem informações valiosas para a indústria de celulose, auxiliando no desenvolvimento de estratégias para a produção sustentável de polpa solúvel a partir da madeira jovem de clones de eucalipto.

REFERÊNCIAS

ADITIYA, H. B.; MAHLIA, T. M. I.; CHONG, W. T.; NUR, H.; SEBAYANG, A. H. Second generation bioethanol production: a critical review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 63, p. 631-653, 2016.

ALVARES, C. A.; STAPE, J. L.; SENTELHAS, P. C.; DE MORAES GONÇALVES, J. L.; SPAROVEK, G. Köppen's climate classification map for Brazil. **Meteorologische Zeitschrift**, v. 22, n. 6, p. 711-728, 2013.

ÁVILA, P. D. S. **Estudo dos processos de extração alcalina e hidrólise enzimática para produção de polpa solúvel grau acetato**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.

AZEVEDO, M. A. B.; DUARTE, V. M.; COLODETTE, J. L.; FONTE, M. P. F. Investigação do grau de cristalinidade de celulose Kraft em diferentes condições de deslignificação com oxigênio e tratamento com agentes oxidantes. **Eucalyptus Online Book**, 2009.

BATALHA, L. A. P.; OLIVEIRA, A. C. L.; GOMES, F. J. B.; LELIS, R. C. C.; NASCIMENTO, L. C. P.; RIBEIRO, H. S.; SOUZA, L. O.; MIRANDA, P. R. T. Método alternativo para determinação de pentosanas em amostras de madeira e polpas kraft de eucalipto. **O Papel** (São Paulo), v. 85, p. 77-81, 2024.

BATISTA, L. A.; LEAVITT, A.; MANFREDI, M.; DE MELO FILHO, E. H. A. Influência das condições de cozimento na branqueabilidade da polpa marrom—uma nova abordagem. **O Papel**, v. 79, n. 4, p. 78-82, 2018.

BERGRATH, J.; RUMPF, J.; BURGER, R.; TUNG DO, X.; WIRTZ, M.; SCHULZE, M. Beyond Yield Optimization: The Impact of Organosolv Process Parameters on Lignin Structure. **Macromol. Mater. Eng.**, 2023.

CARVALHO, D. M. D.; SILVA, M. R. D.; COLODETTE, J. L. Estudo da branqueabilidade da polpa kraft de eucalipto. *Ciência Florestal*, v. 25, n. 1, p. 185-197, 2015.

D'ALMEIDA, M. L. O. **Celulose e papel: tecnologia de fabricação de pasta celulósica**. São Paulo: IPT-SENAI. 1981.

DONG, Y.; JI, H.; DONG, C.; ZHU, W.; LONG, Z.; PANG, Z. Preparation of high-grade dissolving pulp from radiata pine. **Ind Crops Prod.** 2020.

DOS SANTOS, R.; DE MELLO JÚNIOR, J. Á.; CARASCHI, J. C.; VENTORIM, G.; PEREIRA, F. A. Polpação kraft e kraft/aq da madeira pré-hidrolisada de híbrido de *Eucalyptus urophylla x grandis*. **Ciência Florestal**. 2016.

DOS SANTOS V. B.; DA CONCEIÇÃO, G. J.; RODRIGUES, P. D.; CIRILO, N. R. M.; ALMEIDA, M. N. F.; ROCHA, M. F. V.; GUIMARÃES, J. F. R.; CARVALHO, A. M. M. L.; GOMES, F. J. B.; MARCELINO, P. R. C. et al. Impact of age and genotype on the quality of eucalyptus wood for dissolving pulp. **Ind Crops Prod.** 218:118930. 2024

DOS SANTOS, V. B.; NEIVA, D. M.; ROCHA, M. F. V.; GUIMARAES, J. F.; OLIVEIRA, L. S. S.; GOMES, F. J. B.; GOMINHO, J.; VIDAURRE, G. B. Effect of the P-factor on the prehydrolysis process of Eucalyptus wood for dissolving pulp production. **European Journal of Wood and Wood Products**, 2025.

FOELKEL, C. A madeira do eucalipto para produção de celulose entendendo a construção do indicador de consumo específico de madeira para produção de celulose Kraft. **Eucalyptus Online Book & Newsletter**, n. 106, 2017.

GÍRIO, F. M.; FONSECA, C.; CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L. C.; MARQUES, S.; BOGEL-ŁUKASIK, R. Hemicelluloses for fuel ethanol: A review. **Bioresource Technology**, p. 4775-4800, 2010.

GOMIDE, J. L.; FANTUZZI NETO, H.; REGAZZI, A. J. Análise de critérios de qualidade da madeira de eucalipto para produção de celulose kraft. **Revista Árvore**, 2010.

HU, X. P.; HSIEH, Y. L. Effects of Dehydration on the Crystalline Structure and Strength of Developing Cotton Fibers. **Textile Research Journal**, Princeton. 2001.

IBÁ: INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. **Relatório 2023: Ano base 2022**. São Paulo, 2023.

IBÁ: INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. **Relatório 2024: Ano base 2023**. São Paulo, 2024.

KAUTTO, J.; SAUKKONNEN, E.; HENRICSON, K. Digestibility and paper-making properties of prehydrolyzed softwood chips. **Bioresources**. 5(4), 2502-2519. 2010.

LESCHINSKY, M.; ZUCKERSTÄTTER, G.; WEBER, H.; PATT, R.; SIXTA, H. Effect of autohydrolysis of *Eucalyptus globulus* wood on lignin structure. Part 2: influence of autohydrolysis intensity. **Holzforschung**. 2008.

LESCHINSKY, M.; SIXTA, H.; PATT, R. Detailed mass balances of the autohydrolysis of *Eucalyptus globulus* at 170 °C. **BioResources**, 2009.

LIMA, A. F.; ASSUMPÇÃO, R. M. V. Pré-hidrólise da madeira: influência de algumas variáveis. *O Papel*, v. 43, n. 8, p. 39-50, 1982.

MANHÃES, G. F.; LIMA, A. F. A special dissolving pulp from eucalyptus. **In: Oral Presentations, Brazilian Symposium on the Chemistry of Lignins and Other Wood Components**. 7th. Belo Horizonte, 2001.

MELLO JUNIOR, J. A. D. **Polpação kraft e kraft/AQ da madeira de híbrido de *Eucalyptus urograndis* destinada à produção de polpa para dissolução**. 2010.. Dissertação, Universidade Estadual Paulista, UNESP, Guaratinguetá, São Paulo. 2010.

NEIVA, D. M.; COSTA, R. A.; GOMINHO, J.; FERREIRA-DIAS, S.; PEREIRA, H. Fractionation and valorization of industrial bark residues by autohydrolysis and enzymatic saccharification. **Bioresource Technology Reports**, 2020.

NEIVA, D. M.; GODINHO, M. C.; SIMÕES, R. M. S.; GOMINHO, J. Encouraging Invasive Acacia Control Strategies by Repurposing Their Wood Biomass Waste for Pulp and Paper Production. **Forests**, v. 15, n. 5, p. 822, 2024.

NETO, C. P.; EVTUGUIN, D.; PINTO, P.; SILVESTRE, A.; FREIRE, C. Química da madeira de *Eucalyptus globulus*: especificidades e impacto nos processos de cozimento e de branqueamento. **Pasta e papel**. 2005.

PÉREZ, A. O.; RIGUAL, V.; DOMÍNGUEZ, J. C.; ALONSO, M. A.; OLIET, M.; RODRIGUEZ, F. Effect of autohydrolysis and ionosolv treatments on eucalyptus fractionation and recovered lignina properties. **RSC Adv.**, 2023.

QUINTANA, E.; VALLS, C.; RONCERO, M.B. Dissolving-grade pulp: a sustainable source for fiber production. **Wood Science and Technology**. 58: 23-85. 2024.

RESENDE, J. O.; COLODETTE, J. L.; ANDRADE, M. F. Estudo de localização da extração alcalina a frio (CCE) numa sequência de branqueamento de polpa solúvel de eucalipto. **Scientia Forestalis**, 2019.

SANTOS, R.; CARASCHI, J. C.; VENTORIM, G. Avaliação do Estágio ácido a alta temperatura no branqueamento de polpa kraft préhidrolisada. In: The 46th ABTCP international pulp and paper congress, October, 8–10. 2013, Sao Paulo Brazil. 2013.

SCAN – Scandinavian Pulp, Paper, and Board. **Viscosity in cupri-ethylenediamine. Scan-CM 15:88.** Stockholm, Sweden. 1988.

SCAN – Scandinavian Pulp, Paper, and Board. **Preparation of laboratory sheets for measuring ISO brightness. Scan-CM 11:95.** Stockholm, Sweden. 1995.

SCOTT, A. J.; KNOTT, M. A. A cluster analysis method for grouping means in the analysis of variance. **Biometrics**, Alexandria 30:507–512. 1974.

SEGAL, L. G. J. M. A.; CREELY, J. J.; MARTIN, A. E.; CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. **Textile Research Journal**, v. 29, n. 10, p. 786-794, 1959.

SIXTA, H. Handbook of Pulp. Weinheim: WILEY-VCH, 2006. v. 1.

SOARES, C. P. B.; PAULA NETO, F.; SOUZA, A. L. **Dendrometria e inventário florestal.** Viçosa: Editora UFV. 2011.

TAPPI – TECHNICAL ASSOCIATION OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY. Kappa Number of Pulp. TAPPI T236 cm-85, 1993.

TRUGILHO, P. F.; LIMA, J. T.; MENDES, L. M. Influência da idade nas características físico-químicas e anatômicas da madeira de *Eucalyptus saligna*. **Cerne**, Lavras, v. 2, n. 1, p. 94-111, 1996.

UTAMI, S. P.; SARI, E. O.; CHEM, M.; OHI, H.; EVELYN, N. I. Isolation of cellulose and lignin from *Acacia crassicaarpa* and *Eucalyptus pellita* wood by prehydrolysis soda cooking with 2-methylantraquinone as a green additive. **Wood Sci Technol.** 57:253–273. 2023.

WANG, T; ZABOTINA, O.; HONG, M. Pectin-cellulose interactions in the Arabidopsis primary cell wall from two-dimensional magic-angle-spinning solid-state nuclear magnetic resonance. **Biochemistry.** 2012.

WOLLBOLDT, R. P.; ZUCKERSTATTER, G.; WEBER, H. K.; LARSSON, P. T.; SIXTA, H. Accessibility, reactivity and supramolecular structure of *E. globulus* pulps with reduced xylan content. **Wood Sci Technol.** 44:533–546. 2010.

5 CONCLUSÕES GERAIS

Os resultados desse estudo reforçam a importância do conhecimento aprofundado sobre os fatores que impactam a qualidade da madeira de eucalipto e seu desempenho nos processos industriais voltados à produção de polpa solúvel. A interação entre material genético e idade de corte da árvore mostrou-se determinante para diversas características da madeira, com impactos significativos na composição química e na anatomia do material. A idade influenciou a formação de cerne e casca da árvore, além de impactar os teores de extrativos, cinzas, xilanas, galactanas e arabinanas, assim como o diâmetro e a frequência dos vasos. Os genótipos, por sua vez, afetaram os teores de extrativos, cinzas, lignina, hemiceluloses, xilanas e galactanas.

O clone *Eucalyptus urophylla* (Clone A) aos 5 anos de idade, destacou-se com potencial para a produção de polpa solúvel, adequando-se assim a idade de corte normalmente utilizada pelo setor. Isto devido à sua maior densidade básica, maior teor de celulose e diâmetro dos vasos, aliados a menores concentrações de hemiceluloses, ligninas e cinzas. Além disso, os dados obtidos para os clones de eucalipto aos 3 anos de idade fornecem informações estratégicas para programas de melhoramento genético e manejo florestal, possibilitando avanços na produtividade e sustentabilidade do setor.

Os resultados referentes à pré-hidrólise da madeira evidenciaram a eficácia do pré-tratamento hidrotérmico na remoção de hemiceluloses, demonstrando que, independentemente da idade e do genótipo, os materiais apresentaram comportamento semelhante em relação à solubilização dos componentes lignocelulósicos. O fator-P de 873 mostrou-se eficiente para a pré-hidrólise da madeira jovem de eucalipto destinada à produção de polpa solúvel, garantindo um equilíbrio adequado entre remoção de hemiceluloses e o rendimento do processo. No entanto, após o processo de Pré-hidrólise Kraft (PHK), observou-se a necessidade de investigar condições mais brandas e economicamente viáveis, reforçando a importância da otimização contínua dos parâmetros industriais.

A avaliação da polpa PHK sob diferentes condições de pré-hidrólise indicou que a idade e o genótipo dos materiais estudados não exerceram influência significativa nas variáveis do processo e na qualidade da polpa. Esse resultado é particularmente relevante para a indústria florestal, que busca a padronização dos cavacos e a estabilidade operacional no setor de celulose. Contudo, vale ressaltar que o

parâmetro densidade é muito importante para o abastecimento e o rendimento da fábrica. Assim, deve-se levar em consideração que árvores de menor idade são menos densas e produzem uma menor quantidade de biomassa.

Em relação à severidade do pré-tratamento, o aumento do fator-P no processo PHK resultou em melhorias na qualidade da polpa, como redução do número Kappa e do teor de pentosanas, além do aumento da alvura e da cristalinidade. Entretanto, essas vantagens foram acompanhadas por uma redução no rendimento e na viscosidade da polpa, além do aumento no consumo específico de madeira. O fator-P de 432 demonstrou-se como uma alternativa viável para equilibrar eficiência e sustentabilidade do processo.

Dessa forma, os resultados desta pesquisa fornecem subsídios valiosos para a indústria de polpa solúvel, auxiliando na tomada de decisão quanto à seleção de materiais genéticos, à definição da idade de corte e à otimização dos processos de Pré-hidrólise Kraft. Além disso, contribuem para o avanço das pesquisas sobre madeira jovem de clones de eucalipto, promovendo um setor mais eficiente e sustentável, alinhado às demandas do mercado e às exigências ambientais.