

221564



- 1 -

221564

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña

a la solicitud de

Una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA,

a favor de

DON ALFRED BEAUVAIS, de nacionalidad francesa, residente en MONTROUGE (Seine) - Francia, 33 rue Louis Rolland

por

PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PASTAS DE PAPEL Y CELULOSAS.

Con prioridad de la solicitud francesa nº. 668.426 del 5 de Mayo de 1954.

---



5 Si los procedimientos clásicos, llamados a la sosa, al sulfato y al bisulfito, convienen perfectamente y están hoy completamente a punto para la fabricación industrial de las pastas de papel y de las celulosas nobles por medio de las maderas resinosas o coníferas, más generalmente de las gimnospermas, producen, por el contrario, resultados inferiores y, a veces, francamente malos, cuando se les aplica, con una finalidad análoga, al tratamiento de las angiospermas y, en particular, de las pajas de cereales.

10 Esto se debe a la composición química de estos últimos vegetales, que contienen proporciones mucho más elevadas de hemicelulosas y de polisacáridos, sobre todo de pentosanas, que los primeros.

15 Este hecho, conocido de hace mucho tiempo, ha dado lugar a numerosos procedimientos que consisten esencialmente en hacer preceder el tratamiento normal, efectuado por un procedimiento clásico tal como, principalmente, el procedimiento a la sosa cáustica, de un tratamiento hidrolítico, llamado prehidrólisis, del vegetal, paja en particular, angiosperma en general, que tiene por finalidad transformar el total o parte de las hemicelulosas y de los polisacáridos en compuestos solubles, por ejemplo los "pentosanes" en "pentoses", que un lavado con agua pura permite eliminar.

25 A pesar de los alentadores resultados obtenidos en laboratorios, ninguno de los procedimientos recomendados a este efecto, ha podido, hasta el presente y por razones diversas, imponerse en la industria, porque, a despecho de su interés económico, la producción mundial de pastas, a fortiori de celulosas de angiospermas es, en el momento ac-

30



tual, todavía despreciable con relación a la de pastas y celulosas de gimnospermas.

35 Este fué especialmente el caso de la utilización, como agente prehidrolizante, del ácido sulfúrico diluido que, si permitía eliminar convenientemente las hemicelulosas y polisacáridos de las angiospermas, presentaba, entre otros, el grave inconveniente de dar a las fibras un tinte verdoso casi imposible de hacer desaparecer por los métodos ordinarios de blanqueo, sin contar que, por falta de precau-  
40 ciones suficientes, había peligros de atacar demasiado enérgicamente a la celulosa.

Sucedió lo mismo con el empleo, como líquido prehidrolítico, de una solución acuosa de bisulfato o sulfato ácido de sodio  $\text{NaHSO}_4$  que, si no presentaba las molestias que había causado el ácido sulfúrico y si había dado en los  
45 ensayos en pequeña escala las mayores esperanzas, se mostró pronto rebelde a toda explotación industrial rentable como consecuencia de inconvenientes, de cierta importancia práctica, que la experiencia no tardó en revelar: dificultad, cuando no imposibilidad de encontrar en cualquier parte  
50 bisulfato, de un elevado precio cuando se podía obtener y, en el caso de que fuera necesario producirlo sobre el terreno, complejidad relativa de su fabricación, después, peligro de su manipulación bajo forma sólida cristalizada, y, por último, muy elevada higroscopicidad del producto que  
55 hace laboriosas su conservación y sus dosificaciones.

Sin embargo, el inventor del procedimiento que va a ser descrito, ha descubierto que se podía, no solamente recurrir al uso incómodo del bisulfato de sodio, sino incluso conservar el empleo del ácido sulfúrico, guardarle  
60 sus propiedades hidrolizantes con respecto a las hemicelu-



65 losas y polisacáridos, evitar sus acciones secundarias, colorante y agresiva, para con la celulosa y obtener, además, un principio de desincrustación, es decir, de destrucción de las materias incrustantes de la fibra celulósica, mezclándola, en proporciones convenientes, con el líquido negro, juiciosamente diluido, que proviene del tratamiento previo de un vegetal por el procedimiento clásico a la sosa cáustica.

70 El líquido negro, o líquido residual, obtenido después del tratamiento de un vegetal por el procedimiento clásico a la sosa cáustica, está constituido por una solución acuosa de una concentración que no excede nunca del 20 o a lo más el 25 por ciento de materias sólidas anhidricas

75 totales, que comprenden en proporciones variables:

- álcali-lignina, llamada todavía lignol por ciertos autores;
- lignina combinada, bajo forma de compuestos orgánicos de sodio;
- sosa cáustica libre, sólo en el caso, empero frecuente, en que hay exceso de sosa cáustica en el líquido alcalino nuevo;
- 80 - carbonato de sodio, que procede tanto de las impurezas de la sosa cáustica del líquido alcalino nuevo, como de la acción de la sosa cáustica sobre la lignina del vegetal, a costa del carbono de ésta última;
- 85 - productos diversos de degradación y de hidrólisis de ciertos constituyentes del vegetal, especialmente de las hemicelulosas y polisacáridos menos resistentes al ataque de la sosa cáustica, bajo forma principalmente de "xylose" para las hemicelulosas y de "pentoses" para los polisacáridos;
- 90 - por último, diferentes materias minerales en muy pequeñas



1935

cantidades.

95 Se vuelve a hallar así, en el líquido negro, salvo las pérdidas inevitables, la totalidad del álcali empleado para el tratamiento por el procedimiento clásico a la sosa cáustica, bajo las formas de sosa libre y carbonato de sodio, así como lignina, combinada con el estado de compuestos orgánicos diversos de sodio.

100 La acción, sobre un vegetal, de la sosa cáustica utilizada sola, como en el procedimiento clásico, se ejerce sobre todo a expensas de lo que se ha convenido en designar bajo el nombre de lignina y cuya definición negativa es el conjunto de los constituyentes orgánicos no glucídicos del vegetal.

105 En lo que se refiere a su comportamiento bajo la acción de la sosa cáustica, la lignina parece dividirse en dos porciones desiguales:

110 -la más importante, después de una pérdida de carbono que se une a la sosa cáustica para producir el carbonato de sodio, es soluble en medio alcalino, de donde se precipita por los ácidos minerales en particular el ácido sulfúrico, se la llama generalmente álcali-lignina o, según algunos autores, lignol, y es por consiguiente esta álcali-lignina o lignol la que se encuentra en disolución en el líquido negro;

120 -la otra, en cantidad mucho menor, se combina con la sosa cáustica para producir compuestos de adición, bastante mal definidos por otra parte, de cuerpos orgánicos y de sodio, que se pueden llamar lignina combinada y que se encuentran presentes, igualmente en estado de solución, en el líquido negro, pero que permanecen solubles en medio ácido y no son por consiguiente precipitables por los ácidos minera-

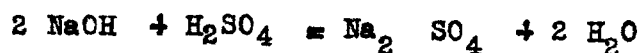


les, como el ácido sulfúrico.

125 La acción del ácido sulfúrico sobre el líquido negro, utilizada algunas veces en laboratorio para la dosificación rápida y aproximada de la alcali-lignina, es bastante compleja:

130 -En primer lugar, el ácido sulfúrico actúa sobre el álcali de la sosa libre y del carbonato de sodio, así como sobre una parte por lo menos, si no la totalidad, del álcali de la lignina combinada para producir el sulfato neutro de sodio.

135 Si se exprime, en efecto, el álcali total en el líquido negro o NaOH anhidrico que, salvo las pérdidas, es igual al álcali contenido, bajo forma de sosa cáustica en el líquido negro, se tiene:



140 mostrando esta ecuación que es necesario teóricamente, un peso 98 de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  anhidrico para neutralizar 80 de NaOH anhidrico y obtener 142 de sulfato neutro  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrico; dicho de otro modo, para 1 de NaOH anhidrico y 1,225 de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  anhidrico, se recoge 1,775 de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrico.

145 Después, cuando el ácido sulfúrico está en ligero exceso, precipita la alcali-lignina, disuelta en el líquido negro bajo forma sólida pulverulenta, separable de la fase líquida por sedimentación, filtración o centrifugación.

150 Por último, si se continúa añadiendo ácido sulfúrico en el líquido negro así tratado, ninguna otra reacción tiene lugar, como lo ha demostrado Pascal en su estudio del sistema ternario  $\text{Na}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ , porque siempre se encuentra, en la práctica, en condiciones tales de



155

disolución y de temperatura que no puede haber allí combinaciones posibles entre el sulfato neutro  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  y el ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , que permanecen solamente mezclados en solución acuosa.

El líquido negro, después de la adición de ácido sulfúrico, contiene por consiguiente:

150

- en suspensión, la álcali-lignina precipitada,
- y en solución acuosa muy diluida:

-sulfato neutro de sodio, generalmente bajo forma decahidratada  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ .

-ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,

165

- compuestos orgánicos diversos solubles en medio ácido,
- así como vestigios de materias minerales.

170

El autor de la presente invención ha descubierto que la simple mezcla de ácido sulfúrico y de líquido negro, procedente de un tratamiento anterior de un vegetal por el procedimiento clásico a la sosa cáustica, convenía especialmente a la prehidrólisis de los vegetales de elevado contenido de hemicelulosas y polisacáridos, tales como las angiospermas en general y las pajas de cereales en particular, a condición de respetar las reglas siguientes:

175

- que el líquido negro utilizado no esté en estado concentrado, ni a una temperatura superior a  $100^\circ\text{C}$ , es decir, que sea tal que se le recoja después del tratamiento previo de un vegetal por el procedimiento clásico a la sosa cáustica;

180

- que el ácido sulfúrico utilizado no esté tampoco concentrado, estando particularmente indicado el ácido sulfúrico industrial ordinario a  $53^\circ$  Baumé, dosificándolo alrededor del 65 por 100 de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;

- que la relación de las cantidades en peso de  $\text{H}_2\text{SO}_4$

221564



4 MAY. 1940

- 8 -

185 anhídrico y de NaOH anhídrico total en el líquido negro utilizado esté comprendida entre los límites extremos:

1, 65 y 4,9

190 correspondiente el primero a una prehidrólisis muy pequeña y muy lenta y el segundo a una prehidrólisis particularmente enérgica y rápida, señalando que si se rebasa este último límite el líquido obtenido se comporta, con respecto al vegetal, como el ácido sulfúrico puro diluido y presenta los mismos inconvenientes que él; por prudencia, será recomendable mantener prácticamente la relación de los pesos de  $H_2SO_4$  y NaOH anhídricos entre:

2 y 3

195 cuya media 2,5 produce, en general, los mejores resultados, aunque entre estos dos últimos límites, el valor de esta relación no sea muy crítico;

200 - que la relación de las cantidades en peso de  $H_2SO_4$  anhídrico al vegetal anhídrico sea fijada por la naturaleza del vegetal a tratar y la del producto último a obtener, considerando como límite práctico 1 a 3% en el caso de la preparación de pastas de papel, que puede ser superior a 4% en el caso de la de celulosas nobles;

205 - que, por último, la mezcla de ácido sulfúrico y de líquido negro sea diluida en agua hasta la obtención del volumen necesario que depende principalmente del dispositivo utilizado y puede variar de 4 a 6 m<sup>3</sup> por tonelada de vegetal anhídrico a tratar.

210 Es de señalar que, en el caso de la paja de trigo, por ejemplo, será necesario contar prácticamente, para la fabricación de una pasta de papel de alta calidad, con una cantidad de  $H_2SO_4$  anhídrico del orden de 1,25 a 2,5 % del peso de la paja anhídrica, lo que corresponde, por término

215

2 2 1 5 6 4

- 9 -



220 medio, a una cantidad de NaOH anhidrico en el liquido negro utilizado de 0,5 a 1% del peso de la paja anhidrica. Si se desea, por el contrario, con la misma paja de trigo, obtener una celulosa noble, la cantidad de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrico podria alcanzar y rebasar 5 a 6%, que corresponde en las mismas condiciones, a las cantidades de NaOH anhidrico, en el liquido negro, de 2 a 2,5%, estando siempre estos porcentajes referidos al peso de la paja anhidrica a tratar.

225 Todas las cifras indicadas anteriormente no tienen más que un valor indicativo y no limitativo.

El autormde la presente invención debe hacer observar que la acción, sobre un vegetal de elevado contenido de hemicelulosas y polisacáridos, del liquido preparado según las indicaciones anteriores, es a la vez:

230 -prehidrolítica, por el papel catalizador que juegan, en la hidrólisis, los cationes H<sub>2</sub> del ácido sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en estado libre.

235 -protectora de la fibra celulósica al mismo tiempo que preparatoria de la desindrustación final, lo que parece debido tanto al sulfato neutro decahidratado Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 H<sub>2</sub>O como a los compuestos orgánicos diversos que contiene en disolución.

El procedimiento objeto de la presente invención, se compone por consiguiente:

240 - de una cocción prehidrolítica del vegetal crudo, convenientemente cortado y limpio, en presencia de un liquido preparado como se acaba de indicar, a una temperatura del orden de 90 a 100°C, si se efectúa el tratamiento a la presión atmosférica, pero que puede, sin inconveniente, llegar a 125°C como máximo, si se trabaja bajo presión.

245 - de un lavado intermedio con agua pura, preferentemente



caliente, que elimina, todo cuanto es posible, los últimos vestigios de líquido prehidrolítico usado.

250 - por último, de una cocción desincrústante que, generalmente, puede hacerse por medio de uno u otro de los procedimientos conocidos, clásicos o no, de desincrústación, pero preferentemente por el procedimiento clásico a la sosa cáustica.

255 Estas operaciones son seguidas naturalmente de los tratamientos físicos y químicos habituales, tales como lavado de la pasta cruda en bruto, depuración por desarenado y clasificación, blanqueo, ... por los medios técnicos corrientes.

260 La experiencia práctica adquirida por el inventor la obliga a llamar la atención sobre los extremos de detalle siguientes:

265 - si se desea obtener un producto acabado, pasta o celulosa, propia o fácilmente purificable, tanto por vías físicas como químicas, es preciso, de absoluta necesidad, operar sobre un vegetal inicialmente apropiado, y llevar todo el cuidado necesario en su troceado suficientemente menudo y en su depuración seca.

270 - después de la preparación del líquido prehidrolítico, conforme se ha explicado, no es absolutamente indispensable dejar que se deposite, filtre o centrifugue el líquido para desembarazarlo de la álcali-lignina precipitada en estado pulverulento por el ácido sulfúrico, porque la presencia de esta álcali-lignina no entorpece en nada la prehidrólisis, la mayor parte de las finas partículas que la componen va al lavado intermedio y el residuo del precipitado se disuelve inmediatamente en el líquido desincrústante de la segunda cocción.

275



280

El lavado intermedio con agua pura no es tampoco estrictamente indispensable en la aplicación del procedimiento objeto de la presente invención, pero su omisión, o solamente su ejecución abreviada, puede conducir, en la cocción desincrustante que le sigue, a un gasto exagerado de reactivo para la neutralización del ácido o del sulfato ácido residual.

285

- En principio, la cocción desincrustante puede efectuarse por cualquier procedimiento conocido, pero, por razones de seguridad, el procedimiento al sulfato debe ser descartado, porque los restos, incluso mínimos, de ácido sulfúrico en el vegetal prehidrolizado, pueden, en presencia del sulfuro de sodio del líquido, dar nacimiento al hidrógeno sulfurado:

290



295

Este gas es no sólo maloliente, sino sobre todo nocivo; por ello, no sería excesivo recomendar, tanto para evitar accidentes que podrían ser mortales como por motivos de economía, la utilización exclusiva, en la práctica de la cocción desincrustante, del procedimiento clásico a la sosa cáustica, no empleando más que la sosa cáustica tan pura como sea posible y, en todo caso, exenta de  $\text{Na}_2\text{S}$ .

300

La aplicación racional del procedimiento objeto de la presente invención, permite obtener económicamente pastas de papel y celulosas nobles a partir de las angiospermas, especialmente de las paja-s de cereales, de las cañas, de los bambúes, de los árboles frondosos ... de cualidades por lo menos iguales o a menudo superiores a las de los propios productos acabados que provienen de las maderas resinosas.

305

El procedimiento objeto de la presente invención, puede igualmente ser aplicado, sin inconveniente, al trata-



310 miento de las gimnospermas, de las que las coníferas o resinosas son los principales representantes, pero parece que las ventajas que se pueden obtener no compensaban el aumento del coste de fabricación que de ello resulta.

315 Dos ejemplos de aplicación del procedimiento objeto de la presente invención, a la fabricación de pastas de papel por medio de pajas de cereales, permitirán comprender el mecanismo.

ler ejemplo: Fabricación autónoma de pasta de paja fácilmente blanqueable, de alta calidad.

320 En lo que se refiere a la fabricación autónoma de una pasta de paja fácilmente blanqueable de alta calidad por el procedimiento objeto de la presente invención, está completamente indicado, además de por las razones ya expuestas, utilizar, para la cocción desincrustante de la paja prehidrolizada lavada, el procedimiento clásico a la sosa cáustica, a fin de poder emplear, en la preparación del líquido prehidrolítico, el líquido negro que queda al final del tratamiento desincrustante, lo que disminuye el coste de fabricación y simplifica a la vez el trabajo y el aprovisionamiento, puesto que no se tienen otros reactivos que productos tan comunes como el ácido sulfúrico y la sosa cáustica.

325

330

Se calculará, para el tratamiento completo de 100 Kg. de paja anhidrica:

2 Kg. de  $H_2SO_4$  anhidrico

9 " NaOH "

335 estando dadas estas cifras a título puramente indicativo y pudiendo variar en límites bastantes amplios, según el origen y la clase de la paja utilizada (trigo, centeno, cebada, avena, arroz...) así como la calidad exacta de la pasta



340

deseada; sin embargo, se podrá señalar, y esto es una ventaja no despreciable del procedimiento objeto de la presente invención, que la cantidad de sosa cáustica necesaria es muy inferior a la pedida - 14 a 16 por 100 - por el procedimiento clásico a la sosa cáustica, empleado solo y no dando por otra parte más que un producto acabado de calidad menor.

345

Se puede admitir que, para el tratamiento de 100 Kg. de paja anhídrica, los volúmenes de líquido prehidrolítico que se ha de preparar y de líquido negro recogido al final de la cocción desincrustante sean, ambos, iguales a 400 litros, por ejemplo, dependiendo esta última cifra sobre todo de los dispositivos utilizados para el tratamiento completo.

350

En estas condiciones, el líquido negro contiene por consiguiente, para 100 Kg. de paja anhídrica tratada, habida cuenta de las pérdidas inevitables de álcali durante el lavado, unos 8 Kg de NaOH anhídrico, total de la sosa libre y combinada, o sea una concentración de:

355

$$\frac{8000}{400} = 20 \text{ g. de NaOH anhídrico/litro de líquido negro.}$$

Sabiendo que, en el caso de la fabricación examinada, para hidrolizar 100 Kg. de paja anhídrica, son necesarios 2 Kg. de  $H_2SO_4$  anhídrico, que corresponden, según la proporción media indicada anteriormente, a  $2/2,5 = 0,8$  Kg.

360

u 800 g. de NaOH llevado por el líquido negro, se deduce de ello que será necesario, para preparar el líquido prehidrolítico, descontar:

$$\frac{800}{20} = 40 \text{ litros de líquido negro, o sea } 1/10^{\text{a}} \text{ del líquido negro disponible al final del tratamiento.}$$

365

El líquido prehidrolítico, para 100 Kg. de paja anhídrica a tratar, se preparará por consiguiente haciendo actuar 2 Kg. de  $H_2SO_4$  anhídrico, cuyo volumen puede ser considerado como despreciable, sobre 40 litros de líquido ne-



370 gro procedente de un tratamiento anterior, añadiendo seguidamente, después de la separación de las álcali-ligninas precipitadas, si se ha juzgado conveniente efectuar esta operación, la cantidad de agua necesaria, o sea alrededor de 360 litros, para hacer 400 litros.

375 La cocción prehidrolítica se efectuará como se ha expuesto y, en el caso presente, durará alrededor de:

- 3 a 4 horas si se opera a 90 o 100°C.
- y sólomente 2 a 3 horas a 125°C.

380 Dicha cocción será seguida de un lavado con agua, preferentemente caliente, tan completo como sea posible, es decir, llevado hasta la neutralidad absoluta, y el tratamiento se terminará por la cocción desincrustante en un líquido de un volumen total, para 100 Kg. de paja anhídrica tratada, del orden de 400 litros, comprendida en ellos el  
385 agua de lavado que impregna la paja prehidrolizada lavada, que contiene 9 Kgs. de NaOH anhídrico, lo que conduce a una concentración de 22,5 g. de NaOH anhídrico por litro de líquido desincrustante nuevo.

La duración de la cocción desincrustante será de unas:

- 390
- 6 a 7 horas a 90 o 100°C.
  - 3 a 4 " a 125°C.
  - y 2 a 3 " de 150 a 170°C. como máximo.

395 La pasta cruda en bruto así obtenida será separada, por los medios técnicos habituales, del líquido negro que la impregna y éste último volverá a entrar, conforme se ha indicado, para 1/10<sup>a</sup> aproximadamente, en el ciclo de la fabricación para preparar el líquido prehidrolítico de un tratamiento siguiente, siendo enviado el sobrante de líquido negro, si ha lugar, a la recuperación.

400 Esta pasta cruda, de muy alta calidad, puede ser uti-

221564



- 15 -

lizada tal como resulta o blanqueada por los procedimientos normales.

405 2º ejemplo: Fabricación de pasta de paja cruda de gran resistencia como complemento de una fábrica existente de pasta kraft.

410 Agravándose de año en año la escasez de maderas resinosas de papelería, puede ser interesante, para una fábrica de pasta kraft - es decir, de pasta a la sosa por medio de maderas resinosas: abeto, epicea, pino parítimo... - añadir una fabricación complementaria de pasta de paja de gran resistencia.

El procedimiento objeto de la presente invención se presta señaladamente a esta fabricación aneja.

415 Está completamente indicado, en efecto, preparar el líquido prehidrolítico de la paja con el líquido negro que proviene de la cocción de las maderas resinosas, con la condición, no obstante, de que éste, por la razón de seguridad dicha, esté exento de sulfuro, es decir, que la pasta kraft haya sido fabricada por el procedimiento a la sosa cáustica pura y no por el procedimiento al sulfato, lo que

420 es lo corriente en Francia, en las fábricas empleadas cerca de las aglomeraciones.

425 Como la fabricación de la pasta kraft, a partir de las maderas resinosas, exige una cantidad importante de sosa cáustica - de 20 a 25 % del peso de la madera anhidrica - y por lo menos el 90% de ésta se vuelve a encontrar en estado libre o combinado, en el líquido negro, se ve que será necesario para la preparación del líquido prehidrolítico de la paja, según las cifras indicadas en el primer ejemplo,

430 una cantidad relativamente pequeña de líquido negro, del orden de 14 a 18 litros, contra 40 anteriormente, en los



100 Kgs. de paja anhídrica tratada.

435 La cocción prehidrolítica de la paja se efectuará por consiguiente de la forma que ha quedado descrita en el primer ejemplo, basándose siempre en una cantidad de  $H_2SO_4$  anhídrico del orden de 2% del peso de la paja anhídrica, y en condiciones idénticas de duración y de temperatura.

Se procederá asimismo al lavado intermedio.

440 En cuanto a la cocción desincrústante, como es más que probable que la pasta de paja obtenida será utilizada sobre el terreno, bajo forma cruda y que no se le pedirá sino sólomente que sea muy resistente, esta cocción podrá, en la mayoría de los casos, ser efectuada empleando, como

445 líquido desincrústante, el líquido negro que proviene de la fabricación de la pasta kraft a la cual será siempre posible, si se dejara sentir la necesidad de ello, añadir la sosa cáustica pura para reforzarla.

Este líquido negro contiene siempre, en efecto, cierta cantidad de sosa libre, alrededor de 10 a 15 g/litro, y posee ya consiguientemente, por sí mismo, cierta acción

450 desincrústante sobre la paja. Además, los compuestos orgánicos de origen leñoso, más o menos complejos, que allí se encuentran también en solución, poseen igualmente una acción desincrústante conocida, que se añade a la de la sosa libre,

455 acción más suave que la de la sosa pura y que proporciona especialmente la integridad de las fibras celulósicas.

El empleo, para la cocción desincrústante de la paja prehidrolizada lavada, del líquido negro que procede de la fabricación de la pasta kraft a partir de las maderas resinosas basta generalmente para producir pastas de paja cruda de alta resistencia, a condición, sin embargo, de operar a temperatura elevada, 150 a 170°C, y de aumentar a me-

460



nudo algo la duración de la cocción.

465 Si se deseara, no obstante, por este medio, obtener una pasta de paja fácil de blanquear, sería necesario reforzar el líquido negro, utilizado para la cocción desincrustante, con cierta cantidad de sosa cáustica pura que sería, en cualquier caso, muy inferior a la que necesita el tratamiento descrito en el primer ejemplo.

470 Después de la cocción desincrustante, efectuada en condiciones análogas a las que han sido indicadas anteriormente, el líquido negro resultante, enriquecido con los constituyentes retirados de la paja y separado, por lavado, de la pasta de paja cruda en bruto, volvería a entrar en el ciclo normal de la fabricación de la pasta kraft.

475 El procedimiento objeto de la presente invención, es por consiguiente particularmente interesante para las fábricas existentes de pasta kraft, puesto que las permite aumentar notablemente su producción por la utilización de la paja, sin o casi sin gasto suplementario de álcali y mediante el empleo de una cantidad muy pequeña de ácido sulfúrico, así como el sacrificio de una parte muy pequeña de su líquido negro.

#### N O T A

485 En resumen: La Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes:

490 1.<sup>a</sup>- Procedimiento de fabricación de pastas de papel y celulosas, caracterizado porque permite fabricar con las angiospermas, especialmente las pajas de cereales, pastas de papel y celulosas nobles de alta calidad, para lo cual se somete primeramente el vegetal a una cocción prehidrolítica en presencia de un líquido constituido por el líquido



495 negro procedente del tratamiento previo del vegetal por el procedimiento clásico de la sosa cáustica, adicionado, en proporciones determinadas, con ácido sulfúrico y convenientemente diluido, ya que, después de un lavado intermedio tan completo como sea posible, se hace sufrir al vegetal prehidrolizado y lavado, una cocción desincrustante, preferentemente por el procedimiento clásico a la sosa cáustica.

500 2º.- Procedimiento según la reivindicación primera, caracterizado porque el líquido negro no está concentrado y se encuentra a una temperatura que no rebasa 100º durante su tratamiento con el ácido sulfúrico.

505 3º.- Procedimiento, según la reivindicación primera, caracterizado porque el ácido sulfúrico empleado para tratar el líquido negro no está concentrado, pero se encuentra por ejemplo a 53º Baumé.

510 4º.- Procedimiento, según la reivindicación primera, caracterizado porque el ácido sulfúrico es empleado en una proporción tal que la relación  $\frac{SO_4 H_2}{NaOH (total)}$  esté comprendida entre 1,65 y 4,9 y, preferentemente, entre 2 y 3.

520 5º.- Procedimiento, según la reivindicación primera, caracterizado porque la relación de las cantidades, en peso, de  $SO_4 H_2$  anhidrico, con respecto al vegetal anhidrico está comprendida entre 1 % y 3 % para la fabricación de la pasta de papel y puede ser incluso superior a 4 % para las celulosas nobles.

525 6º.- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita, PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE PASTAS DE PAPEL Y CELULOSAS.

Todo conforme queda descrito en la presente Memoria

221564

- 19 -



que consta de diecinueve páginas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 4 de Mayo de 1955

ALFONSO UNGRIA

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'Ungria'.