



PATENTE DE INVENCION

Nº 1335.

306445

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento de obtención de pulpa celulósica"

-----

*Solicitante:* FMC CORPORATION,  
entidad norteamericana, residente en  
633 Third Avenue, New York 20, New York,  
EE.UU. de A.

-----

5.

Este invento se refiere a la producción de pulpas celulósicas y, especialmente, a la producción de pulpas de celulosa que tengan inicialmente un brillo elevado y posean la propiedad de poderse blanquear o decolorar para obtener un brillo fi-



nal más elevado.

- Las pulpas de celulosa, especialmente de fibras de madera utilizadas en la fabricación de papel, cartulina y similares, se blanquean o abrillantan corrientemente con cualquiera de una serie de agentes, especialmente compuestos peroxidados tales como peróxido de hidrógeno o peróxido de sodio, o con compuestos que contengan cloro tales como los hipocloritos. Se han desarrollado procesos útiles empleando agentes de cada una de estas clases, que satisfacen las necesidades de los usuarios. El gran volúmen, de materiales a blanquear, y las exigencias cada vez más taxativas de los usuarios finales tal como los fabricantes de papel, sin embargo, ha hecho preciso el investigar continuamente con objeto de desarrollar agentes adicionales para blanquear dichas fibras.
- 5.
- 10.
- 15.

- Una consideración importante ha sido el deseo de proporcionar agentes de blanqueo aplicables a una variedad de operaciones para conseguirlo, por ejemplo al blanquear fibras de madera que se introducen en la operación en cualquier condición desde la orientación, o sea alineadas en forma de desperdicios de madera o similares hasta las pulpas en las que las fibras están asociadas al azar, o desorientadas.
- 20.
- 25.

- Un ejemplo de una especialidad que durante largo tiempo ha constituido el objeto de intensas investigaciones, el proceso de pulpación o reducción a pulpa mediante sulfito o bisulfito. Es-
- 30.

306445

-3-



- te constituye un proceso de transformación en pulpa por vía química, en el que los desperdicios o virutas de madera se tratan con soluciones acuosas que contengan iones bisulfitos y  $\text{SO}_2$  libre para la producción de fibras de celulosa útiles en la fabricación de papel. La pulpa obtenida por este procedimiento tiene un buen brillo o lustre inicial y puede blanquearse hasta un brillo más elevado con los agentes de blanqueo o abrillantado corrientes, por ejemplo peróxido de hidrógeno, hipocloritos y similares, después de su preparación. El procedimiento al sulfito tiene sin embargo un grave inconveniente. La producción de pulpa obtenida por este procedimiento es generalmente reducida, y corrientemente del orden de 40 a 50% de pulpa utilizable con respecto a la cantidad dada de madera.
- 5.
- 10.
- 15.

- Para aumentar este rendimiento de pulpa se han ideado numerosas variaciones del procedimiento al sulfito. Las modificaciones clásicas, son los procesos químico-mecánicos tales como la pasta mecánica de desperdicios, el sulfito neutro y los métodos análogos en los que se emplea la separación mecánica de las fibras junto con el efecto de separación de las mismas por el líquido de tratamiento. Estos métodos químico-mecánicos proporcionan rendimientos apreciablemente aumentados, convirtiendo en fibras utilizables del 50 al 90% de la madera, Sin embargo, las pulpas producidas por estos métodos parcialmente mecánicos y parcialmente químicos tienen un brillo inicial inferior al de las
- 20.
- 25.
- 30.



pulpas obtenidas con el método químico al sulfito, y son difíciles de blanquear a niveles finales aceptables, aún cuando en su producción se utilicen líquidos a base de sulfito.

5. Se ha deseado por tanto, proporcionar un procedimiento y agentes para el mismo, a fin de aumentar el brillo de las pulpas de celulosa parcialmente blanqueadas o sin blanquear por tratamientos adecuados para usarse con fibras de madera en distintas etapas de la transformación en pulpa, o sea, en cualquier momento desde que se presentan en forma de madera tal como desperdicios o virutas, hasta que adquieren el estado de pulpa.

Se ha deseado también proporcionar un
10. procedimiento y agentes para el mismo, que den lugar a pulpa de celulosa partiendo de madera, con un rendimiento superior, y al mismo tiempo proporcione en la pulpa mencionada un buen brillo inicial, y la posibilidad de blanquearse fácilmente para obtener
15. eventualmente un brillo o lustre superior.

Se ha comprobado, con bastante sorpresa, que puede obtenerse una pulpa celulósica de un
20. brillo o lustre inicial elevado y con un rendimiento elevado también y en un estado tal que puede blanquearse para comunicarle un brillo eventual superior, impregnando las fibras de celulosa, en estado orientado o sin orientar, con una solución acuosa que contenga ión bisulfito y un pH de 2 a 7 aproximadamente, para proporcionar, por lo menos, alrededor de 0,04%
25. en peso de ión bisulfito (alrededor de 0,05% expe-
- 30.

306445

-5-



5. sado en bisulfito sódico) sobre las fibras, poniendo en contacto las fibras impregnadas de ión bisulfito, con alrededor de 0,01 a 0,5% en peso de las fibras, de un borohidruro de metal alcalino, y permitiendo que los reactivos actúen sobre las fibras para aumentar su brillo o lustre.

10. En una aplicación preferida de este invento, las fibras celulósicas tratadas con la solución acuosa que contiene ión bisulfito, se orientan en forma de desperdicios o virutas de madera, y las virutas que contienen el ión bisulfito se introducen junto con el borohidruro de metal alcalino, en un dispositivo mecánico separador de fibras en el que se sub-dividen en fibras a una temperatura de 15. 60 a 99°C aproximadamente.

20. El ión bisulfito se utiliza en la cantidad de, como mínimo, alrededor de 4 veces la cantidad de borohidruro, o sea aproximadamente 5 veces la proporción de borohidruro cuando el bisulfito se expresa en forma de bisulfito sódico. El empleo de cantidades superiores a éstas, no proporciona mayores ventajas en el blanqueo, aunque puede ser deseable para la transformación en pulpa y, por tanto, no se trata de establecer limitación alguna sobre la proporción máxima de ión bisulfito, 25. susceptible de emplearse.

30. No existiría razón para esperar que el empleo de la pequeña cantidad mencionada de borohidruro diera lugar a la obtención del aumento observado en el brillo de la pulpa. Cuando el borohidru-

306445



-6-

- ro se emplea en las cantidades indicadas solamente, bien en una etapa de la impregnación de la madera o como aditivo de la pulpa, prácticamente no se consigue aumento de brillo. Esto ocurre a pesar
5. de que el borohidruro típico, o sea el borohidruro de sodio, se conoce como agente de blanqueo y, se debe posiblemente a la pequeña cantidad de agente empleado en esta operación. Además, los líquidos de impregnación sin borohidruro, empleados en la primera etapa del proceso de este invento, no logran el
10. abrillantado o blanqueo adecuado de la pulpa sin la adición del borohidruro.

- Un punto adicional es que aunque puede aventurarse que el borohidruro sódico y el bisulfito reaccionan para formar el agente de blanqueo hidrosulfito (sulfhidrato), la introducción directa
15. de hidrosulfito sódico, como agente de blanqueo, requiere, para un blanqueo satisfactorio, mucho mayor cantidad de este producto del que se formaría por reacción del borohidruro sódico y del bisulfito
20. introducidos.

- Los líquidos de blanqueo empleados en la primera etapa de este procedimiento tienen una concentración de ión bisulfito de aproximadamente
25. 0,25% en peso hasta la máxima cantidad soluble en el líquido de impregnación. Es solamente importante que el ión bisulfito esté en solución en el líquido de tal modo que pueda absorberse adecuadamente por las fibras.

30. El ión bisulfito se introduce en el pro-

308445



-7-

ceso al estado de metal alcalino, de metal alcalino-térreo o de bisulfito de amonio, especialmente los bisulfitos de sodio, potasio, magnesio, calcio y amonio, o al estado de dióxido de azufre o de ácido sulfuroso.

5.

Los líquidos de la etapa primera, incluyen con preferencia cantidades apreciables de un sulfito alcalino u otro material alcalino junto con el ión bisulfito, con objeto de ajustar el pH del líquido entre 5 y 7, que es el pH preferido para los líquidos de bisulfitos de este proceso. El pH de estos líquidos, en ausencia de aditivo alcalino, es

10.

generalmente de 4,5 a 5 o inferior; con adición de álcali el pH es de 5 a 7 aproximadamente. Si el pH del líquido tal como se emplea en el tratamiento

15.

inicial es apreciablemente superior a 7, el grado de abrillantado de la pulpa por el segundo tratamiento con borohidruro, se reduce. Al líquido de bisulfito, de transformación en pulpa, pueden incor-

20.

porarse ingredientes adicionales comúnmente empleados en líquidos de sulfito tales como carbonato sódico, bicarbonato sódico, hidróxido sódico, hidróxido magnésico y similares.

25.

El borohidruro de metal alcalino es un sólido, y normalmente se introduce en forma de sus soluciones acuosas. Tiende a descomponerse a un pH inferior a 7 aproximadamente, y por tanto para la máxima estabilidad es conveniente mantener el pH de la solución de borohidruro, antes de utilizar-la ligeramente alcalina por adición de materiales alcalinos

30.

306445

23



-8-

inertes tales como hidróxido sódico, carbonato sódico y similares. Los borohidruros de metales alcalinos, para usarse en este caso son los borohidruros de sodio y de potasio.

5. El borohidruro de metal alcalino se emplea en la pulpa en la proporción aproximada de 0,01 a 0,5 partes en peso. Normalmente no se utiliza más de alrededor de 1 parte en peso de borohidruro por cada 4 partes en peso de ión bisulfito, o 5 partes en peso de bisulfito cuando se expresa en forma de bisulfito sódico, retenido por los desperdicios de madera. El ión bisulfito, después del primer tratamiento, se halla presente en la madera en la proporción de, por lo menos, alrededor de 0,04 a 2% en peso como ión y, como mínimo alrededor de 0,05 a 2,5% en peso, por ejemplo, al estado de bisulfito sódico, que muy a menudo se emplea para favorecer la transformación en pulpa. A pesar del frecuente uso de más del 2,5% de bisulfito sódico, por ejemplo en
10. tratamientos típicos de madera y pulpa, el empleo de más de 0,5% en peso de borohidruro, no es necesario ni aún con proporciones tan elevadas de bisulfito, y resulta dispendioso, dado que se obtienen niveles excelentes de brillo, con proporciones no superiores a 0,5% de borohidruro. Como antes se indicó, esta cantidad de 0,01% a 0,5% de borohidruro en ausencia del ión bisulfito, es ineficaz para conseguir el abrillantado útil de la pulpa.
15. El método de transformación en pulpa a
20. que este invento se refiere, puede aplicarse prác-
- 25.

30.

306445



-9-

- ticamente a todas las maderas empleadas para obtener pulpa de madera. Estas maderas, con preferencia, son las maderas blandas tales como; pino, abeto, álamo, pinabete, etc. aunque pueden tratarse por el procedimiento de este invento maderas duras tales como;
5. hayas, arces, robles, alisos, etc. Este procedimiento resulta especialmente útil cuando, por economía, se desea retener prácticamente toda la madera, incluso la lignina no celulósica y otros materiales
10. presentes en ella, en la pulpa preparada, ya que estos material no celulósicos en ausencia del tratamiento a que este invento se refiere ennegrecen prácticamente la madera.
15. El borohidruro puede añadirse a las fibras celulósicas que contienen bisulfito antes o después de haberse desorientado éstas, o sea de haberse transformado en pulpa. Por ejemplo, el ión bisulfito puede introducirse mientras las fibras están asociadas en forma de desperdicios de madera y, el borohidruro puede agregarse adecuadamente bien en la
20. etapa de separación de las fibras o después de dividir la madera en fibras. Es solamente necesario que las fibras que se traten con borohidruro tengan el ión bisulfito presente en ellas. Así, la madera
25. puede impregnarse con ión bisulfito en una trituradora, y las fibras obtenidas tratarse luego con borohidruro, o las fibras resultantes de otros procesos de separación de las mismas que dan lugar a un producto fibroso que contiene ión bisulfito, tratarse a continuación con el borohidruro. Como va-
- 30.

306445



riante, las fibras pueden transformarse en pulpa sin bisulfito y el ión bisulfito añadirse a pulpa previamente preparada; en tal caso, el borohidruro puede añadirse a continuación a la pulpa que contiene ión bisulfito.

5.

Otra aplicación útil de este procedimiento es el post-tratamiento con borohidruro de las fibras blanqueadas, Después de un blanqueo con peróxido de hidrógeno, por ejemplo, se produce frecuentemente "in situ" un bisulfito metálico sobre las fibras, por acidificación con ácido sulfuroso a menudo introducido al estado de dióxido de azufre.

10.

La adición de borohidruro después de esta acidificación, es eficaz para aumentar el nivel de brillo o lustre de la pulpa.

15.

En la aplicación preferida de este invento, la madera, preferiblemente, se transforma en pulpa después de haberse cortado en virutas para facilitar la absorción del líquido de impregnación. Las virutas se impregnan primero con el líquido de transformación en pulpa, o sea el líquido que contiene el bisulfito, y luego se escurren e introducen en un dispositivo de separación de fibras, tal como una refinadora de disco, un molino de martillos, un molino de barras o un equipo análogo. Al introducir las en la operación de separación de fibras éstas se hallan alineadas u orientadas en los desperdicios de madera. Al salir del equipo de separación de fibras, éstas están asociadas al azar, al estado de pulpa.

20.

25.

30.

La temperatura empleada en el disposi-

306445



- tivo de separación de fibras es de unos 60 a 99°C. No es necesario ni conveniente aumentar esta temperatura apreciablemente por encima de unos 99°C, aunque el trabajar por debajo de unos 60°C. aumenta el tiempo necesario para la operación. Los desperdicios, con preferencia, se introducen en el dispositivo separador de fibras en las densidades corrientes de refinación, de 4 a 20% de sólidos aproximadamente. Después de retirarse del dispositivo de separación, las fibras pueden tratarse para eliminar el agua, o pueden tratarse a la concentración a que se obtienen.
- 5.
- 10.

- La temperatura de aplicación del proceso de este invento, puede variar entre amplios límites como se demuestra en los ejemplos siguientes. Como antes se indicó, cuando el borohidruro se añade en la etapa de separación de las fibras, en un proceso que trabaja con desperdicios de madera, la temperatura, normalmente, será de 60 a 99°C aproximadamente. Sin embargo es posible e incluso conveniente para variar los métodos de trabajo, aplicar el proceso de este invento a temperaturas comprendidas entre 15,6 y 115,6°C.
- 15.
- 20.

- Los ejemplos siguientes se ofrecen solamente por vía de aclaración de distintos modos de aplicar el procedimiento del invento, y no se destinan a limitar el alcance del mismo en modo alguno.
- 25.

306445

-12-



EJEMPLO 1 -

Aplicación preferida de este invento - Incluye un ensayo comparativo con hidrosulfito.

5. Se impregnaron virutas de pino del norte, con una solución acuosa que contenía, 5% de bisulfito sódico y 10% de sulfito sódico, sobre la base de una madera secada al horno y de un pH de 7, en una relación de líquido a madera de 5,2 a 1. La impregnación se realizó a una presión absoluta de 14 kg/cm<sup>2</sup> durante 10. 15 minutos a la temperatura ambiente, y el pH del líquido residual después de la impregnación era de 6,7. Las virutas de madera retenían el 2,6% de su peso de bisulfito sódico, y el 5,2% de sulfito sódico.

15. Estas virutas se alimentaron simultáneamente con solución acuosa como se indica en la tabla siguiente, a una refinadora de disco y a una densidad de pulpa del 5%. La temperatura en la refinadora era de 71,1 a 99°C, y la pulpa obtenida se conservó a una temperatura de 60°C durante 1 hora, después de la cual se determinaron los valores de brillo de la Tabla I siguiente,

T A B L A I

<u>Muestra</u> <u>Nº</u>	<u>Aditivo Refinador</u>	<u>% Aditivo I</u>	<u>GE</u> <u>Brillo</u>
1	Sin impregnante	0	55,5
2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0,05	59,2
3	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0,10	63,4
4	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0,20	63,7
5	Hidrosulfito sódico <sup>3</sup>	1,0	59,3

306445



-13-

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%.

<sup>3</sup>Equivalente a 0,22% de borohidruro de sodio reaccionado con 1,2% de bisulfito sódico.

5. EJEMPLO 2 -

Proceso del Ejemplo 1 sin bisulfito

Se repitió el proceso del Ejemplo 1, con la excepción de que el líquido de impregnación empleado para el primer tratamiento de las virutas de madera era agua cuyo pH inicial y final (después de impregnación) era de 6,7.

10.

T A B L A 2

<u>Muestra</u> Nº	<u>Aditivo Refinador</u>	<u>% Aditivo<sup>1</sup></u>	<u>GE</u> <u>Brillo</u>
1	Ninguno	0	49.3
2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0,20	51.5
3	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0,40	51,8

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%

15. EJEMPLO 3 -

Procedimiento de este invento

Se impregnaron virutas de pino del norte con una solución acuosa que contenía 9,5% de bisulfito sódico y 19% de sulfito sódico (sobre la base de madera secada al horno) y una relación de líquido a madera de 9,1 a 1. El pH de esta solución de impregnación, antes de la impregnación, era de 7, y después de la impregnación de 6,6. La impregnación se reali-

20.



zó a una presión absoluta de 10,5 kg/cm<sup>2</sup>, durante 20 minutos, a la temperatura ambiente. Las virutas absorbieron el 5% de su peso de bisulfito sódico, y el 6,5% de sulfito.

5. La refinación se realizó en un refinador de disco con la pulpa a una densidad de 5% sobre la base de secado al horno, y a una temperatura de 71,1 a 93,3°C, con adición de las soluciones indicadas en la Tabla 3.

10.

T A B L A 3

<u>Muestra</u> <u>Nº</u>	<u>Aditivo Refinador</u>	<u>% Aditivo<sup>1</sup></u>	<u>GE</u> <u>Brillo</u>
1	Ninguno	0	54.5
	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	59.3

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0.1%

EJEMPLO 4 -Proceso de este invento - Seguido por post-blanqueo

15. Se impregnaron virutas mezcladas de abeto, álamo y pinabete, con una solución que contenía 9,2% de bisulfito sódico y de un pH de 4,5, y una relación de líquido de impregnación a madera de 8 a 1, a la presión absoluta de 13,3 kg/cm<sup>2</sup>, durante 15 minutos a la temperatura ambiente. El líquido residual retirado del impregnador tenía un pH de 4,9. Las virutas a una densidad de pulpa de 5,5% y a una temperatura de 71,1 a 93,3°C en un refinador de disco, con adición simultánea de los productos que figuran en la
20. Tabla 4.
- 25.

306445

-15-



T A B L A 4 -

Muestra	Nº	Aditivo Refinador	% Aditivo <sup>1</sup>	GE Brillo
	1	Ninguno	0	58.8
5	2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.025	62.3
	3	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.050	64.2
	4	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.20	63.3
	5	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	1.0	62.5
	6	Hidrosulfito sódico <sup>3</sup>	1.0	60.6

10. <sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%

<sup>3</sup>Equivalente a 0,22% de borohidruro de sodio reaccionado con 1,2% de bisulfito sódico.

15. Las muestras de este ejemplo recibieron un blanqueo final con peróxido de hidrógeno, empleando una solución normal de peróxido de hidrógeno que contenía 1% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (100%), 5% de silicato sódico (41<sup>o</sup> Bé) y 1% de hidróxido sódico (sobre la base de pulpa seca al horno). El blanqueo se realizó por impregnación de la pulpa refinada a una densidad de pulpa del 12% y manteniéndola a 60°C durante 3 horas.

20. El resultado de este blanqueo figura en la Tabla 5.

T A B L A 5

Muestra Nº	Brillo antes del blanqueo	Brillo después del blanqueo
25. -1	58.8	70.2
	2	62.3
	3	64.2
	4	63.3
	5	62.5
30 6	60.6	71.8

EJEMPLO 5 -Proceso del Ejemplo 4, sin bisulfito

5. Se impregnaron virutas de madera análogas a las tratadas en el Ejemplo 4, con agua que tenía un pH de 6,8 y a una relación de líquido a madera de 8 a 1. La impregnación se realizó a la presión absoluta de 13,3 kg/cm<sup>2</sup> durante 15 minutos, a la temperatura ambiente, y después de la impregnación, el agua residual tenía un pH de 6,3.
10. Las virutas impregnadas se refinaron luego en un refinador de disco a una densidad de 5,5% y a una temperatura de 71,1 a 93,3°C. Se añadieron como se indica los ingredientes indicados en la Tabla 6.

15.

T A B L A 6

<u>Muestra N<sup>o</sup></u>	<u>Aditivo Refinador</u>	<u>% Aditivo</u>	<u>GE Brillo</u>
1	Ninguno	0	51.9
2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	53.4

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

20. <sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%.

EJEMPLO 6 -Proceso de este invento - Abeto, álamo y pinabete -Incluye un ensayo comparativo con hidrosulfito

25. Se impregnaron virutas mezcladas de Abeto, álamo y pinabete, con una solución acuosa que contenía 9,3% de bisulfito sódico y 18,6% de sulfito de sodio, en una relación líquida a madera de 8,2:1. El líquido de impregnación tenía un pH inicial de 7

306445

28



-17-

5. y, después de la impregnación, el líquido residual tenía un pH de 6,8. La impregnación se realizó a una presión absoluta de 13,3 kg/cm<sup>2</sup>, durante 15 minutos a la temperatura ambiente, y las virutas absorbieron 2,25% de su peso de bisulfito sódico y 6,5% de sulfito de sodio.

10. Las virutas impregnadas se trataron luego en un refinador de disco, a una densidad de pulpa de 5% y a una temperatura de 71,1 a 93,3°C, con adición simultánea de los agentes indicados en la Tabla 7.

T A B L A 7

Muestra N°	Aditivo Refinador	% Aditivo <sup>1</sup>	GE Brillo
	Ninguno	0	55.6
15.	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	65.4
	Hidrosulfito sódico <sup>3</sup>	1.0	61.3

<sup>1</sup>sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0.1%

20. <sup>3</sup>Equivalente a 0,22% de borohidruro de sodio reaccionado con 1,2% de bisulfito sódico.

EJEMPLO 7 -

Proceso del Ejemplo 6 modificado por la adición del bisulfito y el borohidruro juntos durante la impregnación.

25. Se modificó el proceso del Ejemplo anterior introduciendo el borohidruro de sodio durante la impregnación de la madera en virutas con el líquido de impregnación bisulfito de sodio/sulfito de sodio, mejor que durante la etapa de refinación. Por

306445

2030



-18-

lo demás, la impregnación se realizaron del mismo modo que se describe en el Ejemplo anterior.

T A B L A 8

Muestra nº	Aditivo Refinador	% Aditivo <sup>1</sup>	GE Brillo
5. 1	Ninguno	0	55.6
2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	54.5

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%

EJEMPLO 8 -10. Proceso de este invento - pino accidental.

Se impregnaron virutas de pino occidental, con una solución acuosa que contenía 7% de bisulfito sódico y 14% de sulfito de sodio, en una relación líquido a madera, de 7,6 a 1 y a una presión absoluta de 13,3 kg/cm<sup>2</sup>, durante 15 minutos a la temperatura ambiente. El pH del líquido antes y después de la impregnación, era de 6,8. Las virutas absorbieron 1,53% de bisulfito sódico y 2,8% de sulfito de sodio.

20. Las virutas se refinaron luego con adición simultánea de los cuerpos indicados en la Tabla 9, a una densidad de pulpa de 5,5% y a una temperatura de 71,1 a 93,3°C.

T A B L A 9

Muestra Nº	Aditivo Refinador	% Aditivo 1	GE Brillo
25. 1	Ninguno	0	58.6
2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	63.3
3	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.20	67.9

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno.

30. <sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%

306445

-19-



EJEMPLO 9 -

Proceso de este invento - Madera dura.

- Una mezcla de virutas de haya, aliso, arce y roble (maderas duras) se impregnó con una solución acuosa que contenía 6,5% de bisulfito sódico y 13% de sulfito de sodio (sobre la base de madera secada al horno), en una relación de líquido a madera de 7:1 y a una presión absoluta de 10,5 kg/cm<sup>2</sup>, durante 15 minutos a la temperatura ambiente. El pH del líquido de impregnación era de 7 antes de la impregnación y el del líquido residual después de la impregnación era de 6,8. Las virutas absorbieron 1,57% de bisulfito sódico y 2,7% de sulfito de sodio.

- Las virutas de madera así impregnadas, se refinaron con la adición de los productos indicados en la Tabla 10, a una densidad de pulpa de 5,5% y a una temperatura de 71,1 a 93,3°

T A B L A 10

Muestra	Nº	Aditivo Refinador	% Aditivo <sup>1</sup>	GE Brillo
20.	1	Ninguno	0	46.7
	2	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.05	52.4
	3	Borohidruro sódico <sup>2</sup>	0.20	56.6

<sup>1</sup>Sobre la base de madera secada al horno

25. <sup>2</sup>Introducido al estado de solución acuosa al 0,1%

EJEMPLO 10 -

Proceso de este invento - Blanqueo de madera dura

En una solución acuosa de bisulfito sódico se mezclaron 200 g de pulpa mezclada de abeto,

306445

-20-



5. álamo y pinabete de un brillo inicial de 59,8, para obtener una pasta de una consistencia de 6% de pulpa y 2% de bisulfito sódico sobre la base de pulpa seca en horno. El pH de esta pasta, era de 6,3, y la pulpa resultante de la adición del bisulfito, tenía un brillo de 60,6%.

10. Se trataron 60 g de muestras de la pulpa anterior por la adición de los productos indicados en la Tabla II, en las cantidades que en ella figuran y se diluyó a una consistencia de 3% de pulpa secada en horno. Estas muestras se conservaron luego durante una hora a 60°C. El brillo de la pulpas resultantes se indica en la Tabla II.

T A B L A II

15. Muestra

<u>Nº</u>	<u>Aditivo</u>	<u>% Aditivo</u> <sup>1</sup>	<u>pH</u>	<u>GE Brillo</u>
1	NaBH <sub>4</sub> <sup>2</sup>	0.05	6.5	68.3
2	NaBH <sub>4</sub> <sup>2</sup>	0.22	7.0	69.1
3	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>3</sup>	1.0	5.9	68.3

20. <sup>1</sup>Sobre la base de pulpa secada al horno.

<sup>2</sup>Introducido en 200 cc de solución acuosa que contenía la cantidad de borohidruro necesaria y suficiente hidróxido sódico para ajustar el pH a 9,5.

25. <sup>3</sup>Equivalente a 0,22% de borohidruro sódico reaccionado con 1,2% de bisulfito sódico; con el Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> se aplicó 0,5% de tripolifosfato sódico, (sobre la base de pulpa secada al horno).

306445



-21-

EJEMPLO 11 -

Proceso de este invento - Tratamiento con dióxido de azufre de pulpa blanqueada con peróxido seguido por boro-hidruro

5. Se blanquearon con una fórmula de blanquea base de peróxido de hidrógeno, 400 g de pulpa mezclada de abeto, álamo y pinabete del mismo origen de la tratada en el Ejemplo 10, en una pasta acuosa de una consistencia del 12% con respecto a pulpa secada en horno. La fórmula de blanqueo contenía 2% de peróxido de hidrógeno al 50%, 5% de silicato sódico (41<sup>o</sup> Bé) y 1% de hidróxido sódico. La pulpa se trató con estos productos durante 3 horas a 48,9°C y su pH final era de 8,3 a 9. La pulpa a continuación se trató con dióxido de azufre para proporcionar un pH de 5,5. El brillo de la pulpa así tratada era de 71,4%.

10. Este producto se dividió en ocho muestras cada una de las cuales contenía 50 g de pulpa. Los ensayos 1 a 4 de la Tabla 12 siguiente, se realizaron proporcionando pastas acuosas sobre la base del 3% secado en horno de la pulpa, que contenían los productos indicados en la Tabla y se conservaron las pastas durante 1 hora a la temperatura ambiente (18,3°C):
15. Los ensayos 5 a 8 fueron iguales excepto que la temperatura a que se conservó la pulpa durante el período de 1 hora fué de 60°C. Los aditivos hidrosulfito sódico y borohidruro de sodio se introdujeron del mismo modo indicado en las notas inferiores de la Tabla 11 anterior. El brillo de las muestras de pulpa resul-
- 20.
- 25.
- 30.



tantes se indica en la Tabla 12.

T A B L A 12

Muestra					
	<u>Nº</u>	<u>Aditivo</u>	<u>% Aditivo</u>	<u>pH</u>	<u>GE Brillo</u>
5.	1	NaBH <sub>4</sub>	0.025	6.0	72.8
	2	NaBH <sub>4</sub>	0.05	6.4	73.6
	3	NaBH <sub>4</sub>	0.22	6.9	73.8
	4	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	1.0	5.8	73.7
-----					
10.	5	NaBH <sub>4</sub>	0.025	6.4	72.6
	6	NaBH <sub>4</sub>	0.05	6.6	73.8
	7	NaBH <sub>4</sub>	0.22	7.4	75.1
	8	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	1.0	6.1	74.4

EJEMPLO 12 -

15. Proceso de este invento - Blanqueo por maceración en frío de pulpa de madera dura

Se formaron tacos de pulpa de madera dura, cada uno de los cuales contenía 25 g de pulpa, sobre la base de secado en horno, en un embudo Bugner de 25 cm de diámetro. La pulpa era del mismo origen de la de abeto, álamo y pinabete de los Ejemplos 10 y 11 y tenía, antes del tratamiento un brillo de 59.8.

20. Se aplicaron por rociado de soluciones acuosas, los aditivos mencionados en la Tabla 13A siguiente; las soluciones eran las referidas en las notas finales a la Tabla 11. Cuando se aplicaron al taco bisulfito sódico y borohidruro de sodio, el bisulfito se roció primero, y el borohidruro después.

25. Una vez aplicados los productos químicos de blanqueo a los tacos, éstos se rompieron y se almacenaron a

306445



-23-

18,3°C en recipientes cerrados. La consistencia de estas pulpas era de 25% sobre la base de secado en horno. Se realizaron determinaciones de brillo en la pulpa almacenada y tratada, a intervalos durante un período de 11 días; los resultados figuran en la Tabla 13B.

T A B L A 13A

Muestra	% Aditivo aplicado		
	<u>NaHSO<sub>3</sub></u>	<u>Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub></u>	<u>NaBH<sub>4</sub></u>
10. 1	2.0	---	0.025
2	2.0	---	0.050
3	2.0	---	0.220
4	---	---	0.220
5	---	---	---

15. T A B L A 13B

Muestra	GE Brillo (días)					
	<u>pH</u>	<u>1</u>	<u>4</u>	<u>7</u>	<u>pH</u>	<u>11</u>
1	6.3	67.3	67.4	68.7	6.0	68.9
2	6.4	68.1	69.1	69.0	5.8	69.2
20. 3	6.8	67.1	68.3	69.5	6.4	67.7
4	8.2	65.4	65.2	64.5	7,8	62.7
5	6.4	66.5	67.4	68.0	6.0	68.0

EJEMPLO 13 -

25. Proceso de este invento - Blanqueo por maceración en frío de sulfito semiblanqueado

30. Se siguió el procedimiento del Ejemplo 12, con la excepción de que la pulpa tratada era una pulpa de madera blanda del norte semiblanqueada con sulfito, que se había blanqueado antes de recibirse, por otra firma. El método empleado para el blanqueo



5. fué un tratamiento clásico mediante hipoclorito de una sólo etapa. El brillo de esta pulpa era de 80.7 antes del tratamiento siguiente. Los aditivos químicos se introdujeron mediante soluciones del tipo identificado en las notas finales de la Tabla 11 anterior.

10. Las pulpas resultantes se separaron como se describe en el Ejemplo 12 y se conservaron en recipientes cerrados, a la temperatura ambiente, en este caso durante 7 días.

T A B L A 14A

% Aditivo aplicado

Ensayo	$\text{NaHSO}_3$	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$	$\text{NaBH}_4$
1	2.0	---	---
15. 2	2.0	1.0	---
3	2.0	---	0.025
4	2.0	---	0.050
5	2.0	---	0.220
6	---	1.0	---

- 20.

T A B L A 14B

GE Brillo

Ensayo	1 dia	pH	2 dias	pH	3 dias	4 dias	7 dias
1	83.6	5.0	84.8	4-5	84.3	84.0	83.1
2	84.1	5.0	84.5	4-5	85.5	85.1	85.3
25. 3	85.1	5.0	85.2	4-5	85.3	85.8	84.8
4	84.8	5.0	85.7	4-5	86.4	85.6	85.6
5	86.3	5.0	86.5	4-5	87.3	86.4	86.7
6	84.6	5.0	84.8	4-5	85.0	85.1	84.1

306445



-25-

EJEMPLO 14 -Proceso de este invento - Blanqueo por maceración y secado de pulpas químicas

- Se siguió el procedimiento del Ejemplo 12 para la preparación de tacos de pulpa de una pulpa de madera blanda, del norte, semiblanqueada, preparada como la pulpa del Ejemplo 13, para obtener un brillo GE de 80,7%. En este caso, los tacos de pulpa se dispusieron a una densidad de pulpa de 35-40% sobre la base de secado en horno. Después de aplicar los productos químicos a estos tacos, se suspendieron en un horno, en este caso a 110°C, y se conservaron a esta temperatura durante 30 minutos aproximadamente. Este tratamiento secó los tacos de pulpa a una consistencia de 75-90% de secado en horno. Se hicieron inmediatamente determinaciones de brillo y pH de la pulpa, después de este tratamiento llamado de secado a fondo, y las pulpas se dejaron permanecer a la temperatura ambiente durante 7 días. En este período se observó en brillo haciéndose lecturas del mismo. Se añadieron productos químicos como se describe en las notas finales de la Tabla 11 anterior.

T A B L A 15A

25.	<u>Ensayo</u>	<u>% Aditivos aplicados</u>		
		<u>NaHSO<sub>3</sub></u>	<u>Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub></u>	<u>NaBH<sub>4</sub></u>
	1	2,0	---	---
	2	2.0	1.0	---
	3	2.0	---	.025
	4	2.0	---	.050
	5	2.0	---	.220
	6	---	1.0	---

30 R 445



-26-

T A B L A 15BGE Brillo

<u>Ensayo</u>	<u>30 min.</u>	<u>pH</u>	<u>1 dia</u>	<u>pH</u>	<u>2 dias</u>	<u>5 dias</u>
1	83.1	4.5	83.6	4.0	83.7	82.6
5. 2	84.2	4.5	85.1	4.0	85.3	84.5
3	84.4	4.5	84.7	4.0	85.4	84.8
4	84.7	4.5	84.9	4.0	85.9	85.6
5	84.9	4.5	84.6	4.0	86.2	85.3
6	84.6	4.5	85.0	5.0	85.4	85.1

10

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE PULPA CELULOSICA"; caracterizándose por lo siguiente:

20. 1ª - Procedimiento de obtención de pulpa celulósica, de gran brillantez, que comprende el impregnar fibras celulósicas con una solución acuosa que contenga ión bisulfito y de un pH de 2 a 7

25. para proporcionar, por lo menos alrededor de 0,04% de dicho ion bisulfito sobre las fibras; el poner en contacto las fibras resultantes impregnadas de ión bisulfito, con 0,01 a 0,5% del peso de las fibras, de un borohidruro de metal alcalino, y el permitir

306445



-27-

que los reactivos actúen sobre las fibras, para aumentar el brillo de éstas.

26 NOV. 1964

5. 2<sup>a</sup> - Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, en el que la solución acuosa que contiene ion bisulfito para impregnar las fibras celulósicas, contiene bisulfito sódico y sulfito sódico; el pH de la solución acuosa de pulpación, es de 5 a 7, y el borohidruro de metal alcalino empleado, es borohidruro sódico.
10. 3<sup>a</sup> - Procedimiento de obtención de pulpa de madera de elevado brillo, en el que los desperdicios de madera se impregnan con un líquido acuoso de pulpación que contiene ion bisulfito y es de un pH de 2 a 7, para proporcionar en dichos desperdicios de madera, con respecto al peso de los mismos, por lo menos alrededor de 0,04% en peso de dicho ion bisulfito; los desperdicios de madera resultantes impregnados, se introducen en un dispositivo separador de fibras, junto con un borohidruro de metal
15. alcalino, en una cantidad adecuada para proporcionar 0,01 a 0,5% en peso de dicho borohidruro en dichos desperdicios de madera separando dichos desperdicios de madera en fibras de pulpa en el mencionado dispositivo separados de fibras a una temperatura de
20. 60 a 98,9°C y recuperando las fibras resultantes transformadas en pulpa, del dispositivo separador de las mismas.
25. 4<sup>a</sup> - Procedimiento según reivindicación 3<sup>a</sup>, en el que la solución acuosa que contiene bisulfito para impregnar los desperdicios de madera con-
- 30.

30 R 445



-28-

tiene bisulfito sódico y sulfito sódico; el pH de la solución acuosa de pulpación es de 5 a 7, y el borohidruro de metal alcalino empleado, es borohidruro sódico.

5. 5ª - Procedimiento de obtención de pulpa celulósica, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintiocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,  
EMC CORPORATION,  
2/6 NOV. 1964  
J. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
S. R.