



26 DIC. 1966

PATENTE DE INVENCION

=====

B.A. Number 12593

\_\_\_\_\_

*Memoria Descriptiva* 334926

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE PULPA  
CELULOSICA".

\_\_\_\_\_

*Solicitante:* INTERNATIONAL PAPER COMPANY, entidad  
norteamericana, residente en: 220 East  
42nd Street, New York 10017, NEW YORK,  
EE. UU. de A.

\_\_\_\_\_



Esta invención se refiere a un proceso para preparar pulpa celulósica la cual es particularmente útil en la preparación de pulpas de madera disolventes para convertirlas para producir rayón y otros productos derivados de celulosa.

Constantes demandas se hacen sobre la industria del rayón para hilado y cordón de rayón de mayor fuerza, durabilidad y otras características deseables, y esto a su vez requiere la manufactura de pulpas disolventes para aumentar la calidad a precios de competencia.

Desde que la producción de pulpa para conversión implica una pérdida substancial en el rendimiento de la celulosa, resultante del alto grado del proceso y refinamiento de la pulpa necesario para este uso y cuyo rendimiento es de otra manera disponible para otros usos de



pulpa tales como fabricación de papel, es un problema principal de la industria producir, a niveles de precio competitivos, pulpas de conversión de las cuales el fabricante de rayón pueda obtener los máximos rendimientos de rayón, teniendo el máximo de fuerza, resistencia a la fatiga, y otras características deseables.

Del mismo modo, es el objetivo total de la siguiente invención proporcionar una pulpa disolvente superior. Más específicamente, el objetivo total de esta invención es proporcionar una pulpa disolvente superior. Más específicamente, el objeto es proporcionar pasos del proceso en la preparación de pulpa para conversión que mejore la calidad y características generales que son deseables en tales pulpas, incluyendo el mantener y aumentar el rendimiento de la celulosa del rayón y la fuerza del rayón y características de fatiga, mientras que al mismo tiempo se reduzcan substancialmente los costos de producción.

Otro objeto es mejorar la eliminación de hemi-celulosas y otras impurezas en el proceso de la pulpa y al mismo tiempo evitar la mercerización e indebida disminución de la viscosidad.

Otro objeto es hacer disponible un proceso por medio del cual pulpas de madera más abundantes y económicas puedan ser procesadas para producir pulpa de conversión



del estandar corrientemente requerido o mejor.

Estos y otros objetos serán discutidos más adelante con más detalle en la descripción de la invención la práctica de la cual es suplementaria ilustrada en la  
5 Figura 1 adjunta.

Las Figuras 1 y la 2 son diagramas simplificados del proceso de la fabricación de dos diferentes maneras de realizar el proceso de esta invención, mostrando los esenciales, pero omitiendo detalles, incluyendo  
10 muchas de las bombas, válvulas, medidores, instrumentos de registro y otros equipos, la adaptación al proceso del cual será aparente a aquellos expertos en el arte una vez que el proceso sea comprendido.

Generalmente hablando, el proceso de esta invención es aplicable, anteriormente al blanqueamiento,  
15 en cualquiera de los procesos alcalinos para tratar material de fibra de celulosa tal como astillas de madera que contienen material orgánico incluyendo lignina y hemicelulosas para producir pulpa y es preferiblemente  
20 usada como una mejora en el proceso del sulfato o proceso de kraft, incluye la cocción y preferiblemente, también una hidrólisis parcial del material fibroso celulósico antes de la cocción. Tal cocción puede ser continua, usando un digestor de Kamyr, como se describió en  
25 la reunión de TAPPI en Febrero de 1965 - Technical



26 DIC. 1966

Association of the Pulp and Paper Industry- (Asociación  
Técnica de la Industria del Papel y de la Pulpa) en la  
ciudad de Nueva York. También incluye el tratamiento  
inmediatamente después de la cocción, de la pulpa que  
5 contiene una cantidad substancial de alcalino en la for-  
ma de licor negro proveniente de la cocción.

La parte del proceso que sigue a la cocción  
involucra el tratamiento de la pulpa con un licor alcali-  
no que es más tarde usado para la cocción y, desde que  
10 el licor es recuperado después de tal tratamiento y es  
reciclado para usarlo tanto en la cocción como en la  
parte del proceso que sigue a la cocción, es designado con-  
venientemente "post tratamiento". Por lo tanto, como  
se verá más adelante, el proceso total incluyendo la  
15 cocción involucra muy pequeña pérdida de alcalino (soda)  
y la necesidad de solo una cantidad comparativamente pe-  
queña del licor de relleno de manera que de su uso resul-  
ta una gran economía.

El proceso de la invención ampliamente com-  
20 prende, además, de la cocción, tres pasos siguientes  
que combinan la eliminación del licor negro de la cocción  
proveniente de la pulpa con posterior refinamiento de  
la pulpa.

El primer paso siguiente a la cocción comprende  
25 el lavado de las astillas cocidas o "pulpa" con una solu-

23 DIC. 1966

ción alcalina de tal modo que el licor negro que están en la pulpa es desplazado y removido de la pulpa y reemplazado en la pulpa por la solución alcalina. Este paso es, por lo tanto, convenientemente designado como "lavado adentro", debido a que la solución alcalina es lavada dentro de la pulpa.

La solución alcalina puede contener una o ninguna combinación de alcalinas comunes o cáusticas tales como las hidróxidas, sulfuros, o carbonatos de sodio, litio, o potasio. Desde que la práctica preferida de esta invención es asociada con el proceso de kraft o proceso de sulfato, el alcalino aplicado a la pulpa es licor blanco kraft que ha sido usado previamente, como será descrito, y que consiste de hidróxido de sodio, sulfuro de sodio y carbonato de sodio. El licor blanco puede ser fortificado o mezclado con otra solución alcalina tal como una fuerte solución de hidróxido de sodio conteniendo hasta un 75% por peso del hidróxido. En el tratamiento preferido, la etapa de cocimiento kraft es en cierto modo como la cocción de la contracorriente descrita en la Patente de los Estados Unidos de Norteamérica No. 3,097,987, otorgada en julio 16 de 1963, utilizando un digestor Kamir, en el que las astillas de madera fluyen hacia abajo del digestor y son contactadas por el licor alcalino progresivamente más fuerte fluyendo

10  
20  
30  
40  
50  
60  
70  
80  
90  
100  
110  
120  
130  
140  
150  
160  
170  
180  
190  
200  
210  
220  
230  
240  
250  
260  
270  
280  
290  
300  
310  
320  
330  
340  
350  
360  
370  
380  
390  
400  
410  
420  
430  
440  
450  
460  
470  
480  
490  
500  
510  
520  
530  
540  
550  
560  
570  
580  
590  
600  
610  
620  
630  
640  
650  
660  
670  
680  
690  
700  
710  
720  
730  
740  
750  
760  
770  
780  
790  
800  
810  
820  
830  
840  
850  
860  
870  
880  
890  
900  
910  
920  
930  
940  
950  
960  
970  
980  
990  
1000

hacia arriba del digestor. En el proceso patentado, el licor alcalino es agregado al fondo de la zona de cocción kraft, y las astillas continuan su fluir hacia abajo del digestor a través de la zona de lavado donde el álcali se vuelve progresivamente más débil hasta que las astillas llegan al fondo del digestor, donde se agrega agua de lavado.

En el presente proceso de reivindicación en lugar de añadir un licor alcalino fuerte en el fondo de la zona de cocción, se le agrega, o "se lava adentro", en el fondo de la zona de lavado del digestor, desde donde fluye hacia arriba desplazando el licor negro alcalino de la pulpa. Entonces, en la cima de la zona de lavado, el licor fuerte alcalino es sacado del digestor, calentado, y reinyectado para empezar la cocción. El licor negro que es finalmente sacado de la cima de la zona de cocción contiene algún exceso de licor alcalino aplicado y hemicelulosas disueltas de la pulpa y es devuelto al sistema de recuperación del licor negro donde es concentrado y quemado para producir calor y recuperar productos químicos del molino de la pulpa. La pulpa emergiendo del paso del "lavado adentro" en el fondo del digestor contiene otra parte de la solución alcalina aplicada.

El segundo paso después de la cocción consiste

10 - 678  
20 DIC

en macerar la pulpa en la solución alcalina agregada durante el paso de "lavado adentro" al cual el licor alcalino de relleno puede ser agregado, preferiblemente un tanque de maceración por un período predeterminado de tiempo a una temperatura y concentración alcalina, seleccionada, y es convenientemente designado como paso de "maceración". Alternativamente, este paso puede llevarse a cabo dentro del mismo digestor con las consiguientes verificaciones de las condiciones (por ejemplo, temperatura y concentración de álcali) en el paso de "lavado adentro". Agentes activos de superficie de ciertos tipos pueden también ser agregados al paso de maceración para ayudar a remover las impurezas tales como resinas que de otro modo no se disolverían solamente por medio del alcalino.

El tercer paso después de la cocción consiste en el lavado de la pulpa con agua de tal manera que la solución alcalina con la pulpa proveniente del paso de maceración es sacada y removida de la pulpa como líquido efluente y reemplazada en la pulpa por agua. Este paso, es, por lo tanto, convenientemente designado como "lavado afuera" porque la solución alcalina es lavada fuera de la pulpa, preferiblemente pasándola sobre una serie de lavadores de pulpa y lavándola contracorrientemente con agua o agregando el agua en el fondo de la zona del di-

20 DIC 1954

gestor. El líquido efluente del paso del "lavado afuera" es reciclado a los pasos de "lavado adentro" y "maceración" subsecuente al paso de "lavado adentro" es usado en el proceso de cocción.

5                    Los resultados del proceso son que se produce una pulpa disolvente superior que dará un rendimiento de más alto porcentaje de rayón (del orden de 98.5 a 99%) e hilados de rayón de mayor fuerza a un costo en la proporción de tres a cuatro dólares por tonelada menos del  
10                    costo de pulpa similar producida sin los beneficios de la presente invención, y esta es una ganancia sobresaliente. La cocción de contracorriente dá mayor pureza de la que fué posible lograr hasta ahora, desde que el material de celulosa es contactado con una concentración  
15                    alcalina que es aumentada sucesivamente. (Es bien sabido que la cocción convencional, en la cual la concentración alcalina progresivamente disminuye, tiende a redepositar hemicelulosas). Además de mejorar la pureza, una mayor economía resulta del agregado de todo el licor  
20                    alcalino en o cerca del fondo del digestor y desplazándolo dentro de las astillas.

                    Otros resultados en el proceso adjunto, descrito y reivindicado, son que disminuye consistentemente el número de permanganato de la pulpa lo que significa que  
25                    la pulpa se blanqueará más fácilmente, de manera que los



requerimiento de los blanqueadores químicos, principalmente cloro, son reducidos. Esto, junto con el aumento total de rendimiento que se obtiene de la madera, compensa con creces el costo del alcalino de relleno (soda) 5 requerido para el post-tratamiento. Entonces también el proceso del post-tratamiento evita la mercerización e indebida disminución de la viscosidad.

Desde que los líquidos efluentes del presente proceso están rehusados en el proceso total de la pulpa 10 el único costo del material crudo involucrado es el del alcalino que se necesita para relleno, para reemplazar lo que se saca del proceso de la pulpa el cual es pequeño y en cantidades proporcionales--- alrededor de 13,600 kilogramos de soda por 1000 kgs. de pulpa terminada 15 secada a máquina.

En breve, el proceso de esta invención esencialmente dá por resultado en los análisis químicos un adelanto substancial en la fuerza del rayón, la fatiga y otras cualidades características de la pulpa, incluyendo 20 contenidos de rayón celulósico y a una substancial reducción en el proceso del costo.

La pulpa a tratar de acuerdo al proceso de esta invención es preferiblemente sometida primero a una prehidrólisis parcial y entonces cocida en el mismo digestor o en uno separado de acuerdo con el tratamiento 25

26 DIC 1963

algunas veces conocido en el arte como proceso kraft de prehidrólisis. Véase, por ejemplo, la serie co-pendiente No. 309,839, archivada el 18 de septiembre de 1963. Dicho brevemente, prehidrólisis es el tratamiento de las  
5 astillas de madera preparadas en un tanque digestor con vapor o agua caliente o ambos a una temperatura y presión elevada, al cual, en algunos casos, se le puede agregar un ácido tal como sulfúrico, y lo cual es en cualquier caso una hidrólisis ácida parcial que solubiliza algu-  
10 nas de las hemicelulosas, incluyendo pentosanas, y otras impurezas de las astillas.

En la cocción (digestión) por el proceso de kraft, de acuerdo a la presente invención, el kraft o licor blanco de sulfato, consistiendo de sulfato de sodio,  
15 hidróxido de sodio, y carbonato de sodio, es entonces introducido a las astillas en el digestor y el cocimiento procede por un período de tiempo a temperaturas (de arriba de 100°C.) y presiones elevadas seleccionadas en la manera usual, excepto que es usado un proceso de cocción  
20 de contracorriente para disolver la lignina y otros materiales y que la pulpa rinda. El líquido efluente del proceso de la cocción es licor negro o el licor usado en la cocción que contiene cantidades substanciales de substancias de madera disuelta y álcali.

25 Los dibujos que acompañan sirven para ilustrar

20 DIC 1968

el proceso. Las Figuras 1 y 2 ilustran modos de efectuar el proceso de esta invención, mientras que la Figura 3 ilustra, con propósitos comparativos, un proceso relacionado.

5                    Refiriéndose a la Figura 1, las astillas de ma-  
dera u otro material celulósico para ser tratado es  
continuamente cargado dentro del digestor que puede ser  
un simple recipiente o puede consistir de más de un re-  
cipientes. Un digestor preferido es construido por Kamir  
10 y tiene provisiones para prehidrólisis, cocimiento de  
kraft y lavado continuo en un recipiente. Las astillas  
son prehidrolizadas a temperaturas y presiones altas  
en la cima o zona 2 de "prehidrólisis" del digestor. En  
el fondo de la zona 2 de prehidrólisis, las astillas  
15 contactan el licor negro fluyendo hacia arriba prove-  
niente de la zona 3 de cocimiento kraft. El licor ne-  
gro gastado y el hidrolizado formado durante la prehi-  
drólisis son últimamente extractados juntos del diges-  
tor a través de los filtros 4, y la corriente mezcla-  
20 da es procesada por métodos convencionales para recupe-  
rar el calor y productos químicos para volverlos a usar  
en el proceso. Las astillas fluyendo hacia abajo de la  
zona 3 de "cocción kraft" se encuentra con el licor al-  
calino crecientemente más fuerte que fluye hacia arriba  
25 del digestor. El licor alcalino es calentado a la tempe-

26 Dic 1966

ratura de cocción deseada por medio de la extracción del licor alcalino del fondo de la zona de "cocción", que es la cima de la zona de "lavado adentro", calentando este licor alcalino en el cambiador 6, y reinyectando este  
5 licor alcalino dentro del digestor. Las zonas preferidas son zonas dentro del sistema hidráulico contenidas por el recipiente digestor y tales zonas son distinguidas, una de la otra, por condiciones de temperatura y concentración alcalina.

10 Mientras las astillas continúan su fluir hacia abajo de la zona de "lavado adentro", el licor negro formado durante la cocción es lavado afuera de ellas y desplazado fuera del digestor por medio de un licor fuertemente alcalino que es agregado al fondo del digestor.  
15 Desde que el fuerte licor alcalino es lavado dentro de las astillas, esta zona inferior del digestor es llamada zona de "lavado adentro". Parte del licor fuerte alcalino fluye hacia arriba del digestor, desplazando al licor negro de las astillas, y después del calentado, cocinando las astillas para formar pulpa y más licor negro.  
20 Otra parte del licor alcalino es extractado, o "soplado", con las astillas provenientes del digestor 8. En esta extracción, o "soplado", las astillas son desintegradas en fibras individuales, o "pulpa".

25 La pulpa es luego transferida a un tanque 9 de

26 DIC 1988

maceración donde la pulpa es macerada con licor alcalino blanco adquirido en el paso de "lavado adentro". Licor alcalino o licor blanco "de relleno" 10, adicional, puede ser agregado a la pulpa mientras entre en el tan-  
5 que de maceración.

En el paso de "lavado afuera", el licor blanco alcalino es lavado fuera de la pulpa en los lavadores 11, los cuales pueden ser tambores convencionales de lavado al vacío, desplazándolo, con agua 12, y las hemicelulo-  
10 sas y otras impurezas son recirculadas con el licor blanco usado en la zona de "lavado adentro" en el fondo del digestor. Estas hemicelulosas y otras impurezas eventualmente encuentran su salida del sistema con el licor negro 4 y son quemadas por recuperación de calor. La pulpa  
15 lavada está lista para el blanqueo 13.

El proceso, como se ilustra en la Figura 2, no difiere sustancialmente de lo que se muestra en la Figura 1, excepto que la maceración y el "lavado afuera" son lle-  
vados a cabo en la porción del fondo del digestor en lu-  
20 gar de en un tanque de maceración y lavadores separados. Mientras las astillas fluyen hacia abajo de la zona de "lavado adentro", el licor negro formado en la zona de cocción es lavado fuera de las mismas y desplazado hacia  
arriba del digestor por un licor fuertemente alcalino que  
25 es agregado en el fondo de la zona de 18 de "lavado aden-



tro". (Por cuanto el licor fuertemente alcalino es lavado dentro de las astillas, esta zona intermedia del digestor es llamada zona de "lavado afuera"). Estas zonas están colindantes, o contiguas, y cada una de ellas es distinguida por condiciones de temperatura y concentración alcalina. El licor alcalino fuerte fluye hacia arriba del digestor, desplazando el licor negro de las astillas, y después del calentado, cociendo las astillas para formar pulpa y más licor negro.

10                   En la parte más baja de la zona de lavado afuera" 22, las astillas son maceradas con el licor blanco alcalino obtenido en el paso de "lavado adentro". El licor alcalino adicional o licor blanco, 23 es agregado al licor alcalino y hemicelulosas que son lavadas afuera de la pulpa en un nivel más bajo en el paso de "lavado afuera". El licor fortificado 20 es enfriado en un cambiador de calor 26 agregado y nuevamente al digestor donde fluye hacia arriba a través de la zona de "lavado adentro".

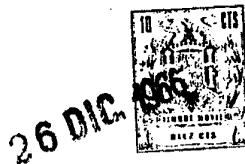
20                   En el paso de "lavado adentro", el licor blanco alcalino es sacado fuera de la pulpa en la zona de lavado en el fondo del digestor 24 por medio de desplazamiento de agua 25, y la hemicelulosa y otras impurezas son recirculadas con el licor blanco usado a través del cambiador de calor para enfriarse, luego a la zona de "lava-



do adentro" en el nivel próximo más alto del digestor. Estas zonas son colindantes, o contiguas, y cada una de ellas se distingue por las condiciones de temperatura y de concentración alcalina. Estas hemicelulosas y otras impurezas eventualmente encuentran su salida del sistema con el licor negro 17 y son quemadas para recuperar el calor. De acuerdo con la práctica común, uno o más lavadores convencionales de tambor al vacío, a continuación de la zona de "lavado afuera" del digestor, pueden también utilizarse para el lavado completo de la pulpa, y el licor lavado afuera en los lavadores convencionales puede ser usado como agua de lavado 25 en el fondo del digestor. La pulpa lavada está lista para el blanqueado 26.

Para comparación, la Figura 3 muestra un modo de conducir el proceso. Tal proceso puede ser llevado a cabo ya sea en un digestor de carga o en un digestor continuo. Las astillas de madera u otro material celulósico para ser tratado son cargadas dentro de un digestor 121. En el sistema de carga, el vapor entra en 122, y las astillas son prehidrolizadas a temperatura y presión altas. Al completarse la prehidrolización, el hidrolizado 123, formado, es sacado.

En el paso de cocción kraft que sigue (en la Figura 3), un licor blanco alcalino, y en algunos casos



un licor adicional alcalino blanco más débil, es agregado 124 a las astillas prehidrolizadas. Se agrega vapor 122 y las astillas son cocidas a temperatura y presión elevadas. Al completarse el paso de cocción, las astillas son descargadas o "sopladas" desde el digestor a adentro del tanque de soplado 125. En el "soplado" las astillas son desintegradas en fibras individuales o "pulpa".

En el paso de "lavado adentro", el licor negro alcalino, débil, contenido en la pulpa es lavado afuera en los lavadores 126, los cuales pueden ser lavadores convencionales de tambor al vacío, al desplazarlo con licor blanco alcalino fuerte 127, el cual es esencialmente el mismo que el licor blanco alcalino fuerte 124 usado para cocer las astillas. El licor blanco alcalino débil 128 que es desplazado es procesado por métodos convencionales para recuperar calor y productos químicos para volverse a usar en el proceso.

La pulpa es seguidamente transferida a un tanque de "maceración" 129, donde la pulpa es macerada con el licor blanco alcalino que obtuvo en el paso de "lavado adentro". Licor alcalino adicional, o licor blanco, de relleno, puede agregarse 130 a la pulpa mientras entra en el tanque de maceración.

En el paso de "lavado afuera" del proceso mos-



trado en la Figura 3, el licor blanco alcalino es lavado afuera de la pulpa en los lavadores 131, los cuales pueden ser lavadores convencionales de tambor al vacío, al desplazarlo con agua 132, y la hemicelulosa y otras impurezas son recirculadas con el licor blanco alcalino usado, parcialmente al digestor y parcialmente devuelto a través del paso de "lavado adentro".

Puede verse fácilmente que el proceso de las Figuras 1 y la 2 representan un considerable adelanto sobre el de la Figura 3, eliminando por lo menos un conjunto de lavadores de desplazamiento, dando una utilidad mejorada del licor alcalino, y, debido que en la cocción las astillas son contactadas por el licor alcalino crecientemente más fuerte, da como resultado una mejora de la pureza de la celulosa. Cuando el proceso es llevado a cabo de acuerdo a la Figura 2, el tanque de maceración y varios lavadores adicionales de desplazamiento pueden ser eliminados.

#### EJEMPLO I

En una operación típica de acuerdo al proceso de la presente invención utilizando los medios reproducidos en la Figura 1 adjunta, astillas de madera para pasta de goma son prehidrolizadas en un digestor continuo por un período de sesenta minutos a una presión de 7.4 Kg./cm<sup>2</sup> correspondiendo a una temperatura de 172°C.



En el fondo de la zona de prehidrólisis, las astillas contactan el licor negro alcalino débil, que está fluyendo hacia arriba del digestor contracorrientemente a las astillas. El licor negro y el hidrolizado formado durante la prehidrólisis son extractados a través de los filtros 4, y el calor y los productos químicos son recuperados del licor combinado por métodos convencionales.

Alrededor de dos horas se necesitan para que las astillas pasen a través de la zona de cocción kraft, la cual es mantenida a alrededor de 166°C. Como las astillas fluyen hacia abajo del digestor, los materiales no celulósicos son reaccionados y desplazados por el licor alcalino de cocción crecientemente más fuerte, que alcanza un máximo de concentración en el fondo de la zona de cocción de alrededor de 60 gramos de soda activa ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) por litro. La temperatura es controlada por la extracción de licor alcalino relativamente frío, proveniente de la cima de la zona de "lavado adentro", calentando el licor, y reinyectándolo dentro del digestor.

El licor alcalino blanco, fuerte, con una concentración de soda como el aparente NaOH de alrededor de 110 gramos por litro y con una temperatura de alrededor de 120°F., es agregado en el fondo del digestor. Parte de este licor fluye hacia arriba del digestor, desplazan-



do al licor negro más débil. Su temperatura aumenta gradualmente y finalmente en la cima de la zona de "lavado adentro", el licor es extractado y calentado a la temperatura total de cocimiento de alrededor de 166°C.

5                   La otra parte de este licor blanco alcalino fuerte es soplado con la pulpa proveniente del digestor. El licor blanco de relleno es introducido en 10, en una cantidad de 580 kilogramos de soda activa como  $\text{Na}_2\text{O}$  por 1000 kgs.de pulpa terminada secada al aire, a 113 gramos de soda activa como  $\text{Na}_2\text{O}$  por litro de licor blanco en  
10 un volumen de 5150 litros por 1000 kgs.de pulpa secada por aire.

                  La pulpa es pasada dentro del tanque de maceración 9, donde su temperatura es graduada y se distribuye el tiempo de manera que la pulpa es mantenida en el  
15 tanque de maceración 9, a una temperatura de 49°C. por una hora. Los volúmenes y las concentraciones en el tanque 9 son graduados de manera que la consistencia de la pulpa es de alrededor de 3% y la concentración de soda como el aparente NaOH es 120 gramos por litro.  
20

                  La pulpa proveniente del tanque de maceración 9, es pasada a los lavadores 11 con agua de lavado que se introduce en 12.

#### EJEMPLO II

25                   En una operación típica de acuerdo a la presen-



te invención y utilizando los medios representados en la Figura adjunta las astillas de madera para pasta de goma son prehidrolizadas en un digestor continuo por un período de sesenta minutos a una presión de 7.4 kg/cm<sup>2</sup> correspondiendo a una temperatura de 172°C.

En el fondo de la zona de prehidrólisis, las astillas contactan el licor negro alcalino débil, que está fluyendo hacia arriba del digestor contracorrientemente a las astillas. Este licor negro y el hidrolizado formado durante la prehidrólisis son extractados a través de los filtros 17, y el calor y productos químicos son recuperados del licor combinado por medios convencionales.

Alrededor de dos horas se necesitan para que las astillas pasen a través de la zona de cocción kraft, que es mantenida a alrededor de 166°C. Mientras las astillas fluyen hacia abajo del digestor, materiales no celulósicos son reaccionados y desplazados por el licor alcalino de cocción crecientemente fuerte, que alcanza una máxima concentración en el fondo de la zona de cocción de alrededor de 60 gramos de soda activa (Na<sub>2</sub>O) por litro. La temperatura es controlada por la extracción de licor alcalino relativamente frío de la cima de la zona de "lavado adentro", calentando el licor, y reinyectándolo dentro del digestor.



En el fondo de la zona de "lavado adentro", las astillas contactan el licor de lavado que está fluyendo hacia arriba del digestor contracorrientemente a las astillas. El licor de lavado contiene álcali que ha sido lavado proveniente de la zona de "lavado afuera". La temperatura es controlada a alrededor de 49°C. por medio de la extracción del licor de lavado proveniente de la cima de la zona de "lavado afuera", enfriando el licor, y reinyectándolo dentro del digestor 20.

El licor blanco de relleno es introducido en una cantidad de 584 kilogramos de soda activa como  $\text{Na}_2\text{O}$  por 1000 kgs. de pulpa terminada secada al aire, con 113 gramos de soda activa como  $\text{Na}_2\text{O}$  por litro de licor blanco en un volumen de 5150 litros por 1000 kgs. de pulpa secada al aire. Cuando este licor fortificado y enfriado es reinyectado dentro del digestor, la concentración de soda en las astillas alcanza a alrededor de 120 gms. por litro como NaOH aparente y la temperatura es de alrededor de 49°C. Este licor fluye hacia arriba del digestor, desplazando al licor blanco más debil. Su temperatura gradualmente aumenta y finalmente, en la cima de la zona de "lavado adentro", el licor es extraído calentado a la temperatura total de la cocción de alrededor de 166°C., y devuelto al mismo nivel dentro del digestor.

En lugar de usar un tanque de maceración sepa-



rado como el Ejemplo 1 y en la Figura 1, suficiente tiempo de retención se da en el digestor en la parte más baja de la zona de "lavado adentro" para que ocurra la maceración a una temperatura esencial de 49°C. y a una concentración de soda de 120 gramos por litro aparente de NaOH.

Agua es agregada en el fondo del digestor 25. Parte de esta agua fluye hacia arriba del digestor desplazando el licor alcalino fuerte y las hemicelulosas. La otra parte de esta agua es soplada con la pulpa proveniente del digestor 2.

Más generalmente, mientras se aumenta el tiempo de prehidrólisis decrece la cantidad de pentosanas resistentes (hemicelulosas) presentes en la pulpa, el rendimiento general de la pulpa tratada por el presente proceso decrece mientras el tiempo de prehidrólisis es aumentado, probablemente debido a la degradación de la celulosa. Por cuanto la fuerza del rayón puede ser reducida también por sobre la prehidrólisis, el tiempo de hidrólisis debiera ser graduado para las condiciones óptimas deseadas como la disminución del contenido de pentosano por un lado, y la degradación hidrolítica y el reducido rendimiento por otro. La graduación del tiempo de hidrólisis dependerá, naturalmente, del grado y tipo de madera de pulpa que se está procesando.



Un volumen de agua de lavado y un volumen de desplazamiento ha sido usado en cada etapa de lavado en el post tratamiento de Ejemplo 1 y Figura 1 que fué equivalente de 1.1 a 1.5 veces de volumen de líquido restante en la pulpa a 12% de consistencia. Esto puede graduarse en la operación de molino y debe ser eso lo que disminuye al mínimo la pérdida de la soda y la necesidad de relleno. Si el volumen del desplazamiento es muy alto, la cantidad de soda mandada por los evaporadores y la cantidad de licor blanco fresco requerido para relleno será más alto de lo necesario, debido a que un exceso de la cantidad de licor blanco alcalino necesario para desplazar al licor negro en el paso de "lavado adentro" terminará como líquido efluente de recuperación 4. Si el volumen del desplazamiento es demasiado bajo, la pérdida de soda con la pulpa puede volverse excesiva, debido a la falta de desplazarla completamente y recuperarla en el paso de "lavado afuera".

Mientras se ha encontrado que las condiciones preferidas para el tratamiento de la pulpa en el tanque de maceración 9, son una concentración de 120 gramos, por litro de hidróxido de sodio aparente a 49°C. por un período de una hora, el tiempo efectivo de maceración puede variar en la proporción de 5 a 20 minutos, pero no es crítico. La temperatura de maceración práctica



puede variar en la proporción de 21°C. a 82°C., pero no es crítica. Una temperatura más alta de maceración necesita una concentración de licor más alta. Una operación práctica de concentración de licor de maceración puede variar desde 50 a 150 gramos por litro de NaOH aparente, pero no es crítica. La consistencia práctica de la operación de la pulpa durante la maceración puede ser entre 1% y 6% y preferiblemente es 3%, pero no es crítica. Cuando la maceración es llevada a cabo de acuerdo con el Ejemplo II y la Figura 2, la consistencia de operación es en el orden de 16%.

Una solución acuosa cáustica fuerte (25% de hidróxido de sodio por peso) puede ser usada para fortificar el licor blanco de molino usado en el proceso de post tratamiento y como un método rápido de controlar la concentración de álcali durante el paso de la maceración en el caso de un inconveniente. La solución cáustica fuerte usada puede tener una concentración entre 10 y 75% de hidróxido de sodio por peso.

La concentración y temperatura usada en la maceración depende de tales efectos como máxima concentración disponible en el licor blanco fresco, la mínima concentración que podría tolerarse en el licor reclamado para la cocción, la mínima temperatura que podría mantenerse durante la maceración y la eficiencia del desplaza-



miento en los lavadores. En general, el contenido deseado del rayón celulósico de 98.5% (blanqueado) se obtiene siempre que la concentración en gramos por litro aparente de hidróxido de sodio y la temperatura en grados C. sean numéricamente los mismos, por ejemplo, 120 gramos por litro y 49°C.

Las pulpas tratadas con el proceso de esta invención generalmente blanquean en un grado más alto de brillantez que las pulpas regulares.

Otros resultados son que nuestro proceso disminuye el número de permanganato de la pulpa lo que significa que la pulpa se blanqueará más fácilmente, de manera que los requisitos del blanqueado químico, principalmente cloro, son reducidos. Esto junto con el aumento del rendimiento total que es obtenido de la madera compensa con creces el costo del álcali de relleno requerido para el tratamiento.

En verdad, ha sido descubierto que, debido a la reducción de la necesidad de materiales químicos de blanqueamiento, la pulpa post tratada puede ser blanqueada económicamente con una brillantez y limpieza y con un definido mejoramiento en la fuerza del rayón y propiedades de fatiga al omitir la etapa de la clorificación y subsecuente etapa de extracción cáustica y por el uso de un mínimo de hipoclorito, confiando en cambio en



una o más etapas de dióxido de cloro para purificar la pulpa. Tal sistema de blanqueado puede mejorar la calidad del rayón de no-post tratamiento de pulpas disolventes, pero debido a que estas pulpas requieren productos químicos blanqueadores más altos comparado con las pulpas post trata-  
5 das el costo puede ser excesivamente alto y la pulpa no podría ser blanqueada a los mismos niveles de brillantez y limpieza.

En el ejemplo típico de las mejoras realizadas por este proceso a la pulpa de post tratamiento se le  
10 da un tratamiento ácido a 3.1 pH y 3% de consistencia por 40 minutos. La pulpa es seguidamente lavada en un lavador de tipo tambor y neutralizada con cáustico.

La pulpa es entonces blanqueada con alrededor  
15 de 0.4% de dióxido de cloro basado en la pulpa al 10.0% de consistencia y 65°C. por 190 minutos, después del cual la pulpa es lavada.

La pulpa es entonces extractada con alrededor  
20 de 0.2% de soda cáustica, basada en la pulpa, a 10.0% de consistencia y 82°C. por 70 minutos, después del cual la pulpa es lavada.

La pulpa es entonces blanqueada con alrededor  
25 de 0.1% de dióxido de cloro basado en la pulpa, a 10.0% de consistencia y a 71°C. por 190 minutos, después que la pulpa es lavada.



La pulpa es entonces tratada con las de hipoclorito como es necesario para controlar la viscosidad final, después que la pulpa es tratada con dióxido de sulfuro a 2.9 pH a 49°C. y 6.5% de consistencia por 45 minutos. La pulpa blanqueada es entonces lavada y está lista para continuar el proceso.

- N O T A -

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 PREPARACION DE PULPA CELULOSICA"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Procedimiento de preparación de pulpa celulósica, caracterizado porque comprende cocer y macerar el material fibroso celulósico; desplazar el líquido alcalino de la pulpa macerada y utilizar dicho líquido alcalino desplazado para desplazar el líquido de cocción gastado por la pulpa celulósica cocida.

2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque después de usarse el líquido alcalino para desplazar el líquido de cocción gastado por la pulpa



cocida, por lo menos parte del líquido alcalino se utiliza como líquido de cocción.

5. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque después de usarse el líquido alcalino para desplazar el líquido de cocción gastado por la pulpa cocida, por lo menos parte del licor alcalino se utiliza para macerar la pulpa cocida.

10. 4ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 2ª o 3ª, caracterizado porque las etapas de desplazar el líquido alcalino de la pulpa macerada, de desplazar por el líquido alcalino gastado el líquido de la pulpa cocida, y de macerar la pulpa cocida en el líquido alcalino, se realizan en ciclos repetidos.

15. 5ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el líquido alcalino circula en contracorriente con respecto al material celulósico fibroso y, en etapas sucesivas, se utiliza primero para macerar pulpa cocida, en segundo lugar se desplaza por agua, de la pulpa macerada, en tercer lugar se utiliza para desplazar el líquido gastado de trabajo de la pulpa cocida, y en cuarto lugar se utiliza para cocer dicho material celulósico fibroso, o se recicla a la maceración, o una parte se usa para cocer y otra parte se recicla a la maceración.

25. 6ª.- Procedimiento, según cualquiera de las

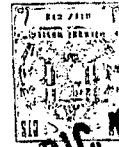


- reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el líquido alcalino está más concentrado en álcali que el líquido gastado en la cocción y se añade álcali de reposición al líquido alcalino, con preferencia durante la maceración.
- 5.
- 7ª.- Procedimiento, según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el líquido de reposición contiene hasta el 75% en peso de un álcali.
- 8ª.- Procedimiento, según cualquiera de las
10. reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el líquido alcalino se desplaza por agua de la pulpa macerada.
- 9ª.- Procedimiento, según la reivindicación 8ª, caracterizado porque la pulpa macerada se lava en
15. contracorriente con agua para desplazar de aquélla el líquido alcalino.
- 10ª.- Procedimiento, según cualquiera de las
20. reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cocción y el desplazamiento del líquido de cocción, y con preferencia el desplazamiento del líquido alcalino de la pulpa macerada, se realizan en zonas contiguas dentro de un sistema hidráulico y cada zona se distingue de las demás por las condiciones de temperatura y de concentración de álcali.
25. 11ª.- Procedimiento, según cualquiera de las



reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cocción se realiza a temperaturas superiores a 100°C y la maceración se lleva a cabo a temperaturas inferiores a 100°C.

5.                   12ª.- Procedimiento, según la reivindicación 11ª, caracterizado porque la cocción se lleva a cabo a una presión superior a una atmósfera y la maceración se lleva a cabo prácticamente a la presión atmosférica.
10.                   13ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pulpa se macera en el líquido alcalino durante 5 a 120 minutos a una consistencia entre 1% y 6%, una concentración alcalina entre 40 y 150 g/litro de NaOH aparente y una temperatura entre 21,1 y 82,2°C.
15.                   14ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pulpa se macera en presencia de, por lo menos, un agente de superficie activa.
20.                   15ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pulpa sometida a cocción se enfría en el líquido alcalino, antes del macerado.
25.                   16ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la pulpa se trata, después de desplazar el líquido alcalino



de la pulpa macerada, por acidificación, lavado, neutralización y blanqueo, llevándose a cabo este último, primeramente con dióxido de cloro y con, por lo menos, un hipoclorito.

5. 17ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por ser continuo.

10. 18ª.-"Procedimiento de preparación de pulpa celulósica"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

Esta Memoria consta de treinta y una hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

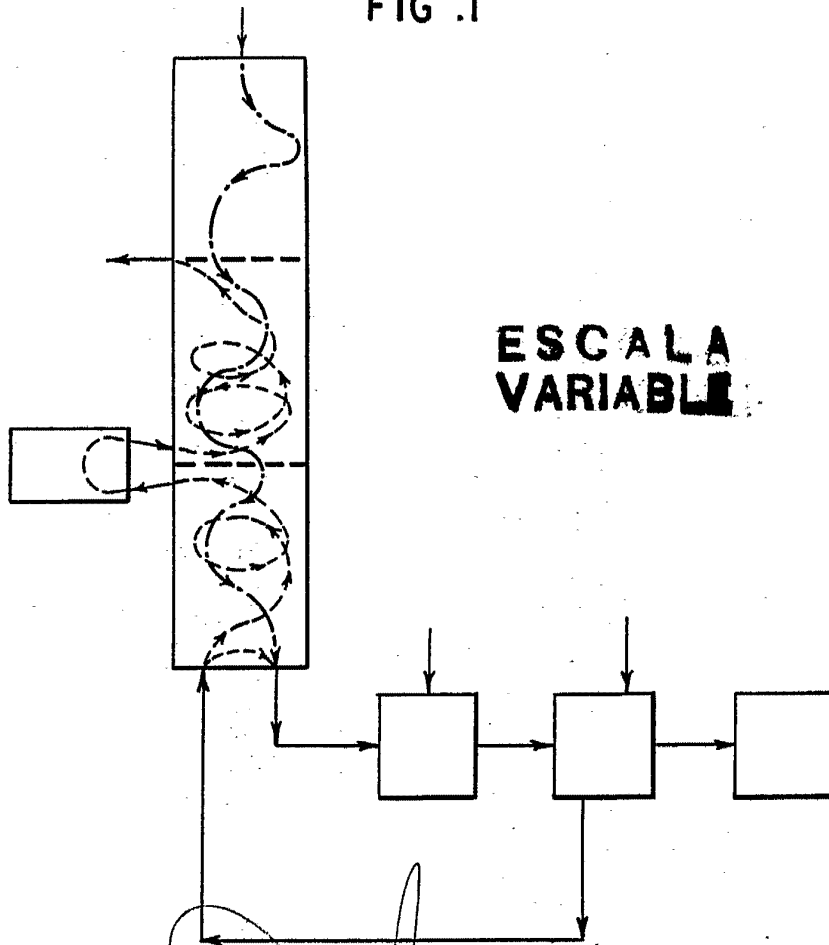
INTERNATIONAL PAPER COMPANY,

J. GONZALEZ...  
Escriba Firmador E. Hernández Ruiz

334926

26 DIC. 1965

FIG. 1



ESCALA  
VARIABLE

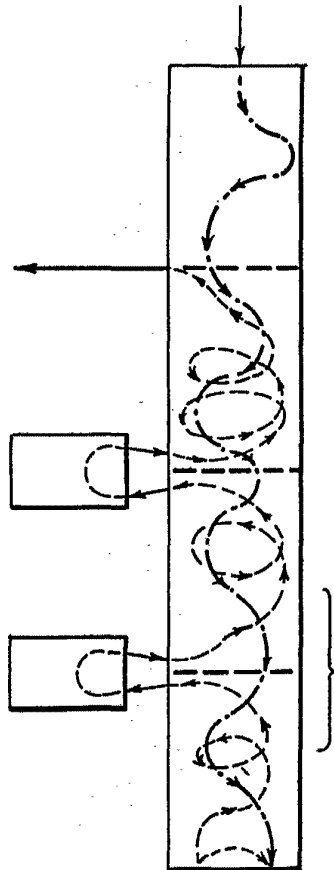
20716.1000

Madrid  
A. GOMEZ ACEBO Y CAÑA  
(S. B. Firmador F. Hernandez Ruiz)

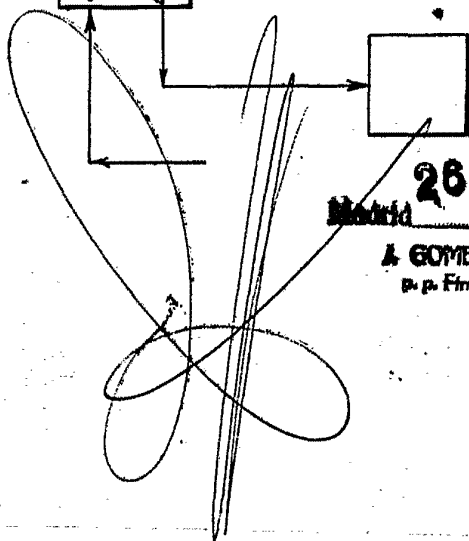
334926

26 DIC 1936

FIG. 2



ESCALA  
VARIABLE



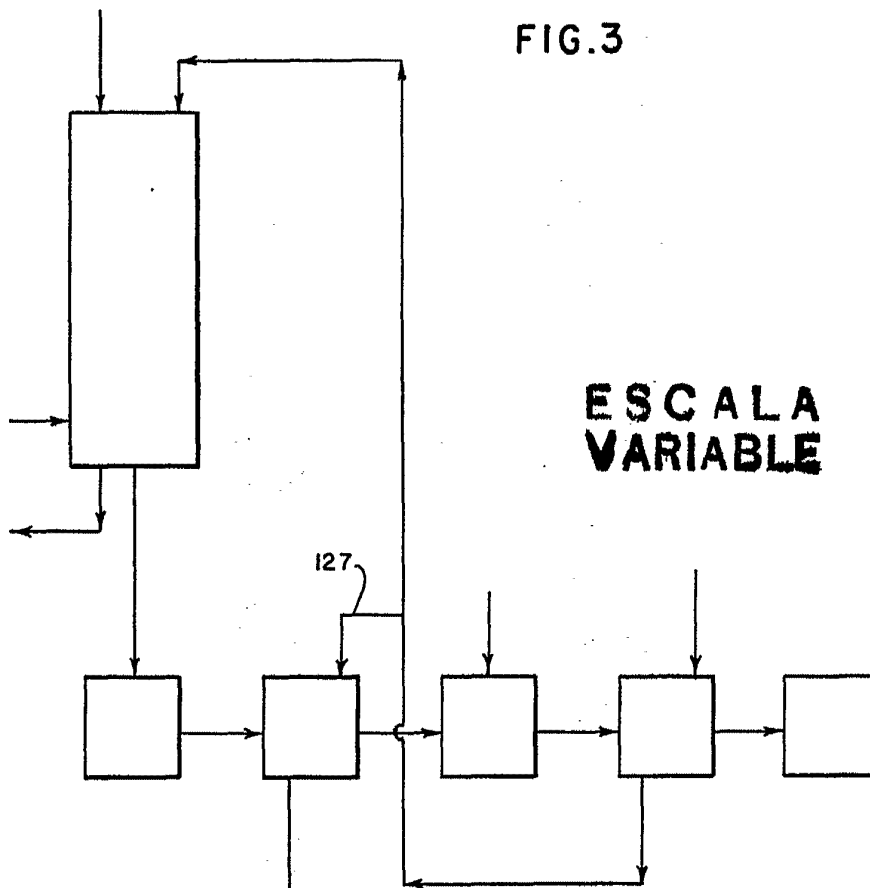
26 DIC 1936

A. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmador F. Hernández Ruiz

334926

25 DIC. 1966

FIG. 3



ESCALA VARIABLE

26 DIC. 1966

*[Handwritten signature]*

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
p. p. Fernando F. Hernández Ruiz