

368284

P.- 41.905

P/69/21405

**Memoria descriptiva**



para solicitar

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de SOUTH AFRICAN PULP AND PAPER INDUSTRIES,  
LIMITED y L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME  
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES  
GEORGES CLAUDE

entidad / ~~de nacionalidad~~ sudafricana y francesa, respecti-  
vamente

con domicilio en Union Corporation Building, 74-78 Marshall  
Street, Johannesburgo, República de Africa  
del Sur, y 75 Quai d'Orsay, París, Francia,  
respectivamente

por: "UN METODO DE DESLIGNIFICAR Y BLANQUEAR UNA PASTA  
DE CELULOSA" (Clase Internacional D21c)

12.7.69

- 1 -



Esta invención se refiere a la deslignificación y blanqueo de pasta de celulosa química y semi-química con oxígeno gaseoso en medio alcalino.

5 Para los propósitos de esta memoria descriptiva, el término "oxígeno gaseoso" incluye cualquier otro gas que contenga oxígeno libre, tal como el aire.

Es conocido el procedimiento consistente en deslignificar y blanquear la pasta de celulosa con oxígeno gaseoso en un medio alcalino, y se obtienen excelentes efectos de deslignificación y blanqueo si este  
10 tratamiento se lleva a cabo a temperaturas elevadas próximas a los 100°C y a altas presiones del orden de 4,9 a 10,2 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. Sin embargo, este tratamiento convencional presenta la desventaja de que a tempera-  
15 turas y presiones tan elevadas, las propiedades físicas y de resistencia mecánica de la pasta resultan afectadas desfavorablemente.

En la Memoria Descriptiva de la Patente Francesa Número 1.387.853 de los mismos inventores, se  
20 describe que, por tratamiento de una pasta química o semi-química con oxígeno en medio alcalino en presencia de ciertos catalizadores o protectores, pueden preservarse las propiedades físicas y de resistencia mecánica de la pasta, e incluso mejorarse en algunos casos, al  
25 propio tiempo que se consigue una deslignificación muy completa y un apreciable aumento de brillo. Más particularmente, se describe y reivindica un método para la deslignificación y blanqueo de pasta de celulosa química y semi-química con oxígeno en un medio alcalino, caracte-  
30 rizado por el hecho de que el tratamiento de la pasta



se efectúa en presencia de un protector utilizado en una concentración comprendida entre 0,5 y aproximadamente 3% en peso referida a la pasta, seleccionado del grupo constituido por carbonato bórico, carbonato cálcico, carbonato magnésico, carbonato de cinc, boratos de metales alcalinos y dióxido de titanio.

Se ha encontrado ahora que el catalizador o protector puede seleccionarse de un nuevo grupo. Muchos de estos nuevos protectores presentan la gran ventaja de preservar las propiedades de resistencia física de las pastas de celulosa, e incluso de mejorarlas en ciertos casos, más eficazmente que algunos de los protectores conocidos, al mismo tiempo que proporcionan un apreciable aumento de brillo.

De acuerdo con la presente invención, el protector se puede seleccionar del grupo constituido por sílice; un silicato de metal alcalino, tal como silicato sódico; un silicato alcalino-térreo, tal como silicato magnésico; un fosfato alcalino-térreo, tal como fosfato manésico; un óxido alcalino-térreo, tal como óxido magnésico; un peróxido alcalino-térreo, tal como peróxido magnésico; un hidróxido alcalino-térreo o un material que forme un hidróxido alcalino-térreo, tal como hidróxido magnésico o un material que forme hidróxido magnésico in situ; y una sal soluble de magnesio, tal como acetato magnésico o cloruro magnésico.

Son particularmente ventajosos silicato sódico, óxido magnésico, hidróxido magnésico y silicato magnésico.

Los nuevos protectores dan los mejores



resultados cuando se utilizan a una concentración comprendida entre 0,5% y aproximadamente 3%, preferiblemente 1% en peso, referida a la pasta, en base seca.

5 Puede utilizarse cualquier medio alcalino apropiado, preferiblemente hidróxido sódico. El contenido de hidróxido sódico puede variar entre 2% y 12% en peso referido a pasta seca, dependiendo del grado de deslignificación y blanqueo que se requiera.

10 Hablando en términos generales, la cantidad de hidróxido sódico requerida puede ser aumentada para pastas sin tratar con contenido alto de lignina.

15 El tratamiento con oxígeno gaseoso se lleva a cabo en las mejores condiciones en cualquier aparato de presión apropiado que asegure el contacto íntimo o la exposición adecuada de la masa de pasta con o al oxígeno contenido en la fase gaseosa.

Durante el tratamiento con oxígeno gaseoso, la consistencia de la pasta puede estar comprendida entre 4% y 30% en peso, preferiblemente entre 7% y 25%.

20 En una realización preferida de la invención, una pasta alcalina sin tratar se trata con hidróxido sódico en presencia del protector, con oxígeno gaseoso en un reactor de presión a una temperatura de operación elevada, comprendida preferiblemente entre 90° y 135°C, 25 y a una presión parcial elevada a la temperatura máxima de operación, preferiblemente en el intervalo de 4,9 a 10,2 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. La presión está limitada únicamente por las características del aparato empleado. La 30 pasta puede someterse al tratamiento con oxígeno a la temperatura máxima de operación durante un período de



tiempo comprendido entre 10 y 120 minutos, dependiendo de los resultados requeridos o de la naturaleza de la pasta que se trata.

Después del tratamiento con oxígeno, la pasta puede lavarse de cualquier manera adecuada. La elección de la operación de lavado está regida en gran parte por el hecho de que se considera, o no, la recuperación de productos químicos en el efluente o el blanqueo subsiguiente. Es ventajoso el que la operación de lavado se realice cuidadosamente y que el efluente se trate en un procedimiento de recuperación química. Pueden conseguirse ulteriores economías en la recuperación de este filtrado si se utiliza una parte de dicho filtrado para la dilución de la pasta que ha de tratarse con oxígeno gaseoso. Se ha encontrado que esto no produce efectos desfavorables sobre el brillo obtenido.

Tal filtrado, o filtrado recirculado, puede luego, por ejemplo, emplearse como una parte de agua de lavado utilizada en las etapas de lavado normales aplicadas a la pasta producida por el procedimiento de reducción a pasta en cuestión, o bien se puede añadir directamente a las lejías en cualquier etapa del procedimiento de recuperación que se considera. Alternativamente, la sosa cáustica contenida en el filtrado puede recuperarse por cualquiera de los métodos de recuperación conocidos. Es una gran ventaja de este procedimiento el que, a pesar de la carga de materia orgánica en estos filtrados, éstos se hallen prácticamente exentos de cloruros, los cuales están normalmente siempre presentes en los efluentes de las instalaciones de blanqueo, aparte



de cualquier cloruro que pudiera introducirse cuando el protector contiene el elemento cloro. Esto hace posible que el procedimiento de recuperación química se lleva a cabo fácilmente, sin las graves interferencias ocasionadas por los cloruros, y permite, si se preciso, que cualquier cantidad de carbonato sódico recuperada se convierta en sosa cáustica para su reutilización repetida. Incluso, si, por ejemplo, se emplea como protector cloruro magnésico, la cantidad de cloruros será todavía considerablemente menor que la que existiría en las operaciones de blanqueo convencionales. El muy alto grado de contaminación ocasionado por las operaciones normales de blanqueo en etapa múltiple se verá de esta manera reducido muy beneficiosamente.

Los ejemplos que siguen son ilustrativos de la invención, sin que limiten en modo alguno el alcance de la misma. Las concentraciones se expresan como porcentajes en peso referidos a una base de pasta seca, excepto para el silicato sódico, cuya cantidad se basa en el contenido de sólidos de producto comercial. Las presiones de oxígeno son las que corresponden a la temperatura indicada. La consistencia de la pasta es la relación, expresada como porcentaje, del peso de la parte de pasta seca al peso de la pasta húmeda. Todos los ensayos de los ejemplos se efectuaron de acuerdo con las especificaciones TAPPI o AFNOR.

#### EJEMPLO 1

El contenido de lignina, el brillo y las



propiedades de resistencia física de las pastas siguientes se comparan más adelante en la Tabla I:

- 5 (a) pasta Kraft de pino resinoso, sin tratar ni blanquear (designada en adelante Pasta A).
- (b) la pasta de (a) anterior, después del tratamiento con oxígeno gaseoso en medio alcalino sin protector (designada en adelante Pasta B).
- 10 (c) la pasta de (a) anterior, después del tratamiento con oxígeno gaseoso en medio alcalino, en presencia de carbonato magnésico, que es el protector preferido descrito en la Memoria descriptiva de la Patente francesa número 1.387.853, de los mismos inventores (designada en adelante Pasta C).
- 15 (d) diferentes cargas de la pasta de (a) anterior, después del tratamiento con oxígeno gaseoso en medio alcalino en presencia de diferentes protectores de acuerdo con la presente invención (designadaa en adelante Pastas D, E, F y G, respectivamente).
- 20

Se verá que las pastas D, E, F y G, que han sido tratadas en presencia de protectores de acuerdo con la presente invención, poseen brillos mayores que  
25 las pastas A, B y C. Se verá también, en relación con las pastas D, E, F y G, que los protectores de acuerdo con la presente invención preservan eficazmente las propiedades de resistencia física de la pasta y las mejoran incluso en ciertos aspectos.

30



## EJEMPLO II

El contenido de lignina, el brillo y las propiedades de resistencia física de las pastas siguientes se comparan más adelante en la Tabla II:

- 5           (a) Pasta Kraft de pino, sin tratar ni blanquear  
            (designada en adelante Pasta H).
- (b) La pasta de (a) anterior, después del tratamiento con oxígeno gaseoso en medio alcalino sin protector (designada en adelante  
10           Pasta I).
- (c) Diferentes casrgas de la pasta (a) anterior, después del tratamiento con oxígeno gaseoso en medio alcalino y en presencia de diferentes protectores de acuerdo con  
15           la presente invención (designadas en adelante Pastas J y K, respectivamente).

            Se verá que el brillo de las pastas J y K, que han sido tratadas en presencia de protectores de acuerdo con la presente invención, es comparable al de  
20           la Pasta I y muy superior al de la Pasta H. Los protectores utilizados en las Pastas J y K preservan eficazmente las propiedades de resistencia física de la pasta y las mejoran incluso en ciertos aspectos.

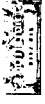


TABLA I

Pasta Kraft de Pino Resinoso, Patrón AFNOR

Pasta	A	B	C	D	E	F	G
Consistencia de Pasta	15	15	15	15	15	15	15
Medio Alcalino (%NaOH)	5	5	5	5	5	5	5
Protector, %	0	1%MgCO <sub>3</sub>	1%MgO	1%Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	1%MgSiO <sub>3</sub>	1%SiO <sub>2</sub>	
Presión de Oxígeno a la Temperatura ambiente /Kg/cm <sup>2</sup> monom/	7	7	7	7	7	7	7
Temperatura máxima de operación (°C)	120	120	120	120	120	120	120
Tiempo a la Temperatura máxima de operación (min.)	30	30	30	30	30	30	30
Brillo (Photovolt)	26	54	52	56	58	57	55
Número de Klino <sub>4</sub>	19,8	7	6,4	5,1	4,9	4,6	6,3
°Sr.	26	29	32	32	32	30	29
Tiempo de Batido (Minutos)	60	45	45	45	45	45	45
Longitud de rotura (metros)	7300	6600	7800	8300	9200	7900	7100
Pliegues óbles (bajo 885 gr.)	1500	117	700	540	1000	590	1066
Factor de estallido	57,5	43,2	51,5	58	53,5	51	54,7
Factor de Rotura 102		70,6	72	80,5	85,6	81	84

-9- Bis

TABLA I

Pasta Kraft de Pino Resinoso, Patrón AFNOR

Pasta	A	B	C	D	E
Consistencia de Pasta		15	15	15	15
Medio Alcalino (%NaOH)		5	5	5	5
Protector, %		0	1% $MgCO_3$	1%MgO	1% $Na_2SiO_3$
Presión de Oxígeno a la Temperatura ambiente /kg/cm <sup>2</sup> monom/		7	7	7	7
Temperatura máxima de operación (°C)		120	120	120	120
Tiempo a la Temperatura máxima de operación (min.)		30	30	30	30
Brillo (Photovolt)	26	54	52	56	58
Número de $KMnO_4$	19,8	7	6,4	5,1	4,9
°Sr.	26	29	32	32	32
Tiempo de Batido (Minutos)	60	45	45	45	45
Longitud de rotura (metros)	7300	6600	7800	8300	9200
Pliegues dobles (bajo 885 gr.)	1500	117	700	540	1000
Factor de estallido	57,5	43,2	51,5	58	53,5
Factor de Rotura	102	70,6	72	80,5	85,6



AFKOR

E	F	G
15	15	15
5	5	5
1%Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	1%MgSiO <sub>3</sub>	1%SiO <sub>2</sub>
7	7	7
120	120	120
30	30	30
58	57	55
4,9	4,6	6,3
32	30	29
45	45	45
9200	7900	7100
1000	590	1066
53,5	51	54,7
85,6	81	84



059

TABLA II

Pasta Kraft de Pino, Especificación TAPPI

Pasta	H	I	J	K
Consistencia de la Pasta		17	15	17
Medio alcalino (%NaOH)		6	5	6
Protector, %		nada	1% $\text{Mg}/\text{OH}$ $\frac{7}{2}$	1 1/2% $\text{MgCl}_2$
Presión de oxígeno a la temperatura máxima de operación, (kg/cm <sup>2</sup> manom.)		12	12	12
Temperatura máxima de operación (°C)		130	130	130
Tiempo a la temperatura máxima de operación (min.)		30	30	30
Brillo (Elrepho Zeiss)	24,0	42,3	42,7	42,2
Número de $\text{KMnO}_4$ (KAPPA)	26,3			
(Afnor)		4,23	4,0	4,2
C.S.F.	595	270	465	430
Revolucs. de batido	9000	9000	9000	9000
Longitud de rotura (m.)	10000	9810	10000	10700
Pliegues dobles (bajo 800 grs.)	712	467	722	776
Factor estall.	64,4	79,3	91,7	90,9
Factor rotura	107,0	58,9	67,7	68,2
14.7.69		- 10 -		

27F



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Africa del Sur, el 13 de Junio de 1968, con el número 68/3771, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

#### REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10

- 1.- Un método para deslignificar y blanquear una pasta de celulosa química o semi-química en el que la pulpa es sometida en medio alcalino a la acción de oxígeno gaseoso, a una temperatura de al menos  $90^{\circ}\text{C}$  y a una presión de al menos  $4,9 \text{ kg/cm}^2$ , siendo realizados la desliquificación y el blanqueo con hasta 15 el 3,0% en peso, en una base de pulpa seca, de un protector seleccionado del grupo constituido por sílice; un silicato de metal alcalino; un silicato alcalino-térreo; un fosfato alcalino-térreo; un óxido alcalino-térreo; un peróxido alcalino-térreo; un hidróxido alcalino-térreo, o un material que forme un hidróxido alcalino-térreo, o un material que forme un hidróxido alcalino-térreo durante el tratamiento; y una sal soluble de mag-

20



27

nesio, estando constituido el medio alcalino por una  
substancia diferente del protector.

5 2.- Un método según la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que el protector compren-  
de silicato sódico.

3.- Un método según la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que el protector está  
constituido por óxido de magnesio.

10 4.- Un método según la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que el protector está  
constituido por silicato de magnesio.

5.- Un método según la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que el protector compren-  
de hidróxido de magnesio.

15 6.- Un método según la reivindicación 1,  
caracterizado por el hecho de que el protector compren-  
de peróxido de magnesio.

20 7.- Un método según una cualquiera de las  
reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de  
que el protector se utiliza a una concentración compren-  
dida entre 0,5% y 3% en peso, referida a una pasta seca.

8.- Un método según la reivindicación 7,  
caracterizado por el hecho de que el protector represen-  
ta un 1% en peso, referido a una pasta seca.

25 9.- Un método según una cualquiera de las  
reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho  
de que el medio alcalino está constituido por hidróxido  
sódico.

30 10.- Un método según la reivindicación 9,  
caracterizado por el hecho de que el hidróxido sódico

27



representa del 2% al 12% en peso de la pasta, referido a una base seca.

11.- Un método de deslignificar y blanquear una pasta de celulosa.


5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

27 FEB. 1971

P.A.



Alberto de las Casas  
Por Poderes

24.2.71  
JJV