

P.- 44.976

I 11 um/N

Case 2436

380313

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLAS. <i>D21</i>
SUBCLAS. <i>e</i>

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SVENSKA CELLULOSA AKTIEBOLAGET

entidad / ~~establecimiento~~ sueca

con domicilio en Skepparplatsen 1, Sundsvall, Suecia

por: "PROCEDIMIENTO DE RECUPERACION DE PRODUCTOS QUIMICOS
EN LA LEJIA QUE PROVIENE DEL DESFIBRAMIENTO DE MATE-
RIAL LIGNOCELULOSICO, EN PARTICULAR SEGUN EL METODO
AL SULFATO"

(Clase Internacional C01d)



El presente invento se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la recuperación de productos químicos en la lejía usada del procedimiento al bisulfito.

5 Un cierto número de patentes suecas han presentado en el curso de estos últimos años un método de recuperación de subproductos de la lejía que proviene de la desfibración del material lignocelulósico, en particular el desfibramiento por un procedimiento al bisulfito, por ejemplo un procedimiento con elevado rendimiento que utiliza bisulfito de sodio, dando lugar a la pirólisis de la lejía bajo forma concentrada.

10 Dicho método consiste, brevemente, en primer lugar, en la evaporación de la lejía hasta una concentración apropiada y después en llevarla a un reactor en donde es atomizada en una corriente de gases de combustión calientes que contienen un ligero exceso de aire, el cual no obstante no deberá ser suficiente para la combustión de la sustancia orgánica de la lejía. En el reactor se produce una pirólisis de la lejía con obtención de un gas combustible y de un polvo. El gas contiene la mayor parte de la cantidad de azufre que entra en la lejía, bajo la forma de sulfuro de hidrógeno, así componentes combustibles tales como hidrógeno, monóxido de carbono y ciertos carbonatos hidratados. El polvo contiene la totalidad del sodio que entra en la lejía, en su mayor parte bajo forma de carbonato, pero igualmente una menor cantidad bajo forma de sulfato, así como carbono. La mezcla polvo-gas es enfriada en una caldera generadora de vapor dispuesta en conexión con el reactor, después de lo

380373



5 cual el polvo es separado del gas en dos etapas, una separación seca y una separación húmeda. A continuación el gas es quemado en una caldera, que transforma el sulfuro de hidrógeno del gas de pirolización en SO_2 , el cual es absorbido en una instalación especial por medio de una solución de carbonato de sodio. Esta solución ha sido obtenida por disolución del polvo arriba mencionado. El carbono que queda después de la disolución es quemado separadamente.

10 La instalación necesaria para la realización del procedimiento de recuperación arriba indicado comprende, entre otras cosas, un evaporador de varios efectos, un reactor especialmente construido, una caldera de vapor de reactor para la recuperación térmica de
15 los gases de la pirólisis, una instalación de separación de partículas que comprende ciclones primarios y secundarios, una caldera de vapor para los gases destinada a la combustión del sulfuro de hidrógeno a SO_2 así como una instalación de absorción para los gases sulfurosos así
20 obtenidos. La instalación comprende además un equipo para la disolución de las sales de sodio, principalmente Na_2CO_3 , a partir del polvo que resulta de la pirólisis. La solución de carbonato de sodio así obtenida (lejía de sosa) sirve a continuación para la absorción mencionada
25 del gas de SO_2 . Esta solución (semi-ácida) es almacenada en cisternas para ser utilizada a medida de las necesidades para la preparación de nuevo líquido de cocción.

30 El reactor constituye evidentemente un elemento clave de este procedimiento conocido, y se han realizado grandes esfuerzos para su puesta a punto, para

13 JUN



5 llegar a una solución óptima en todos los aspectos en lo
que concierne a la forma, a las dimensiones y a la elec-
ción del material. Intensas investigaciones experimenta-
les, especialmente en una fábrica piloto especial, han -
tenido lugar con relación a las condiciones de temperatu-
ra y de corrientes, así como a la composición de los ma-
teriales en el curso del proceso de pirólisis bajo dife-
rentes condiciones. En la práctica, la pirólisis se efec-
túa en realidad por la adición al reactor de lejía con-
centrada a una temperatura de aproximadamente 80°C por -
medio de bombas a alta presión que funcionan bajo una --
presión de aproximadamente 110 kg/cm². El reactor, en su
parte superior, está provisto de un quemador de mazout o
aceite combustible que dirige gases de combustión calien-
tes a una temperatura de 1200 a 1400°C oblicuamente ha-
cia abajo, en dirección hacia el centro del reactor. Do-
ce toberas de alta presión destinadas a la lejía están -
dispuestas alrededor de la parte cilíndrica superior del
reactor. Para evitar los depósitos de partículas, los --
dispositivos de admisión de los gases de combustión son
enfriados con agua. La temperatura en el interior del -
reactor es mantenida generalmente alrededor de 700 a
750°C. La temperatura es regulada por la regulación de la
admisión del aire en los quemadores de aceite combusti-
ble.

25 Se ha presentado igualmente un proyecto
para aplicar el principio que inspira el proceso ante-
riormente indicado para la evaporación de la recupera-
ción de productos químicos en el desfibramiento del mate-
rial lignocelulósico según el método al sulfato.



Como se sabe, este método consiste en realidad en evaporar la lejía negra que proviene del aparato digestor para formar una sustancia seca cuyo contenido es de 50 a 60%. Esta lejía es conducida bien directamente hacia un horno de combustión, bien hacia evaporadores de discos rotatorios donde prosigue la concentración. En la caldera con sosa, esta lejía concentrada es evaporada a continuación para formar sustancia seca y el polvo así obtenido, el polvo negro, es quemado, transformando los compuestos sulfurosos en sulfuro de sodio. Los otros compuestos alcalinos contenidos en el polvo negro proporcionan principalmente sosa (carbonato de sodio) en el momento de la combustión. El baño obtenido en la caldera es evacuado y llevado a un recipiente de disolución. La lejía verde (bruta) así obtenida es bombeada a un mezclador de fabricación por caustificación de lejía blanca, que a continuación es vuelta a llevar al circuito.

Este proyecto de aplicación de la pirólisis a la evaporación de la lejía del procedimiento al sulfato ha sido puesto a punto para regular el contenido en sulfuro del líquido de cocción que proviene especialmente de los productos de recuperación, dado que ha resultado que el equilibrio de azufre es perturbado por la lixiviación y la nueva puesta en circuito por ejemplo del gas sulfhídrico de evaporación, con la intención de disminuir los escapes de sustancias nausabundas. Este proyecto de regular la concentración en sulfuro implica pirólisis de una parte de la lejía negra, permitiendo obtener un residuo esencialmente exento de azufre y un gas que contiene anhídrido sulfuroso. A continuación, es-

13 JUL



te gas es quemado en una caldera de vapor clásica que proporciona SO_2 , que puede ser desechado sin gran riesgo de contaminación atmosférica.

5 No obstante, al nivel de la aplicación práctica, este proyecto entrañaba una serie de problemas difíciles de resolver, particularmente en lo que concierne a la recuperación del residuo de la pirólisis.

10 En ensayos preliminares efectuados para determinar la aplicabilidad de los principios del método de evaporación de la lejía al bisulfito, ha resultado que la sustancia obtenida por la pirólisis de la lejía al sulfato tenía un carácter enteramente distinto, haciendo prácticamente imposible la separación del polvo obtenido del gas de la pirólisis. Parecía que la lejía se descomponía de forma primaria en una espuma fina, la cual, en 15 el momento de la desecación y de la pirólisis, se mostraba tan frágil que se disgregaba en fragmentos muy pequeños, haciendo imposible recuperar los productos químicos en los dispositivos posteriores de separación y de recuperación. 20

Es en esta situación en donde se presenta el problema que es la base del presente invento, a saber el de poder ejecutar el proceso de la pirólisis de manera que se recuperen de modo eficaz los productos de la 25 pirólisis. La importancia a este respecto de un método practicable debe ser considerada teniendo en cuenta las inversiones considerables requeridas por el equipo de las fábricas de tratamiento al sulfato. Dado que su concepción y planificación deben prever un equipo cuyas dimensiones e implantación permitan una expansión futura en 30



caso de ampliación. No obstante ha resultado que tal ¹³plañificación a largo plazo es muy difícil, en particular dado que los responsables son conducidos a elecciones que implican importantes consecuencias económicas, tanto en lo que concierne a las inversiones de capital como a los costos de explotación futuros.

Se ha revelado que, en las fábricas al sulfato, cuando las diferentes divisiones de una instalación han llegado a pleno servicio, es frecuentemente la caldera con sosa la que representa el lugar de estrangulación que determina el rendimiento máximo total. Incluso en los casos en que, teniendo en cuenta las otras máquinas de la instalación, se ofrezca la posibilidad de aumentar netamente la producción, eventualmente con ayuda de inversiones limitadas, el rendimiento de la caldera con sosa constituye obstáculo, lo cual muestra la necesidad de encontrar otras vías para la recuperación de los productos químicos de la lejía.

El presente invento permite ahora resolver este problema. Su principio de base reside en que la lejía espesa que resulta de una fase de evaporación es añadida a un reactor en el cual las sustancias contenidas en la lejía son pirolizadas a temperaturas elevadas, después de lo cual los productos de reacción son enfriados directamente por inyección de un refrigerante apropiado.

El invento será descrito con más detalle en lo que sigue teniendo en cuenta los esquemas o bosquejos adjuntos, de los cuales la figura 1 muestra el organigrama del proceso, la figura 2 representa un bosquejo esquemático para la realización del procedimiento y



la figura 3 muestra un reactor parcialmente en sección.

En el ejemplo dado, el procedimiento del invento está previsto como un complemento de una instalación de recuperación clásica ya existente. No obstante, nada impide para que el procedimiento sea utilizado para la recuperación de la cantidad total de productos químicos de la lejía negra. El procedimiento del ejemplo así como su dispositivo están previstos para una fábrica de 65 toneladas por día de producción de pasta. Con la ayuda del procedimiento según el invento, esta producción podrá ser aumentada en aproximadamente 15 toneladas por día.

Una parte de la lejía espesa proviene de la evaporación de esta instalación y tenía, en el caso aquí citado, un contenido de sustancia seca de 52%. Esta lejía es llevada al reactor 1, que se compone de una envolvente de chapa estanca a los gases y revestida interiormente con ladrillo refractario, resistente o de material comprimido, y es inyectada en la parte superior de este reactor por toberas de pulverización repartidas de modo uniforme en su periferia, por ejemplo en número de 10, orientadas eventualmente de modo oblicuo hacia abajo. Cada tobera está dimensionada para un caudal de 100 kg TS. Por consiguiente, la lejía es repartida por el espacio de reactor por atomización a baja presión. No obstante, la presión de bombeo de la lejía debe ser suficientemente elevada para obtener una buena pulverización en el reactor. El hecho de limitar además el número de las toberas o boquillas constituye una ventaja. Incluso ha sido necesario en ciertos casos proteger las toberas contra las acumulaciones de sustancia. Tal protección se obtendrá



mediante una pantalla de vapor proyectada alrededor de la abertura propiamente dicha de la tobera para la lejía. La cantidad de calor necesario para la pirólisis se obtiene por la combustión de aceite combustible, aportado al reactor por el quemador 2 dispuesto sobre la parte superior de este reactor y dirigido hacia su interior 1, y que comprende las conducciones de entrada 12 y 13 para el aire y para el vapor. Tal disposición de las toberas de pulverización y del quemador proporciona una potente mezcla en el interior del reactor. Para evitar que la sustancia funda y se fije a la altura del paso entre la parte caliente del quemador y la parte del reactor propiamente dicha, es decir allí donde los gases y humos calientes se encuentran con la sustancia, la parte intermedia reviste la forma de un manguito enfriado. El enfriamiento es asegurado por agua de circulación enviada por bomba centrífuga a través de un refrigerador y de un recipiente-amortiguador (no representados). El aire del reactor es insuflado mediante un ventilador de reactor. Sobre el plano de la realización técnica del reactor, las paredes, etc. son de material perfectamente resistente, tanto en lo que concierne a la temperatura como a la acción de los productos químicos. Así es como existen materiales cerámicos, por ejemplo a base de magnesita de cromo o de óxido de zirconio, que tienen una longevidad plenamente satisfactoria en las condiciones de que se trata aquí.

Los productos de reacción obtenidos por pirólisis en el reactor son enfriados a continuación de modo directo por intercambio de calor mediante un agente



refrigerante apropiado, por ejemplo agua.

5 El enfriamiento puede efectuarse retirando los productos por la abertura 3 (figura 2) en la parte inferior del reactor y llevándolos directamente hacia un dispositivo de enfriamiento situado bajo el reactor. Una buena configuración de este dispositivo es la que se muestra para el refrigerador de gases 4 de la figura 2, es decir con una parte cilíndrica superior e inferior así como una parte cónica intermedia 7. El refrigerante es inyectado a continuación directamente dentro de la corriente de productos de reacción por las toberas 8 dispuestas en el refrigerador de gases 4 y repartidas en número apropiado alrededor de la periferia del refrigerador. En el ejemplo de la figura 2, las toberas 8 están situadas en la parte superior 5 del refrigerador y en un ángulo con relación a la dirección de la corriente de los productos de reacción y de las paredes del refrigerador tal que permita obtener un enfriamiento eficaz. El agua de refrigeración es introducida por la conducción 9 hacia la parte inferior 6 del refrigerador de gases.

15 Un separador húmedo 10 está dispuesto en conexión con el aparato refrigerador de gases 4. Se compone en el caso presente de un desbastador en cascada que es alimentado con agua por la alimentación de admisión 11. Varios separadores húmedos están dispuestos generalmente uno a continuación de otro (no representados). La lejía verde obtenida a partir de los separadores húmedos es llevada a continuación al mezclador para ser tratada de manera habitual.

30 Con un dispositivo del tipo arriba descri-



5-7-70

13 JUL

to, es interesante igualmente considerar el riesgo de que eventuales depósitos en el reactor caigan al primer separador húmedo. No obstante, se puede reducir este riesgo colocando debajo del separador húmedo una rejilla o elemento análogo.

En el procedimiento según el invento, ha sido posible igualmente recuperar una parte de la cantidad de azufre que entra en la lejía bajo forma de sulfuro, como una parte del anhídrido sulfuroso del gas de pirólisis que reacciona con la solución de carbonato-bicarbonato de sodio, gracias al separador húmedo, formando sulfuro.

El reactor representado por la figura 3 se compone de una parte del reactor propiamente dicho 1 en donde tienen lugar las reacciones de pirólisis, así como una parte cilíndrica 18 dispuesta por debajo de ésta y unida con su parte inferior por una parte cónica 19 que continúa en otra pieza cilíndrica 20. En el techo en forma de cúpula 16 de la parte 1 del reactor se ha practicado una abertura 17 con la cual está conectado el quemador 2. El quemador es alimentado con aceite combustible, aire y vapor por las conducciones de alimentación 26, 12 y 13, y los gases de combustión calientes son llevados por la abertura 17 a la parte del reactor 1. De la misma manera que en el dispositivo según la figura 2, toberas 21 están insertadas en las paredes del reactor, con conducciones para la lejía y el vapor, o sea 23 y 22. En el esquema de ejecución representado, la parte del reactor se compone de una envolvente de chapa metálica 14 que comprende un revestimiento interior 15 de material cerámico resis-

380313



tente a la sosa. Tal revestimiento guarnece igualmente el techo en forma de cúpula 16.

5 La cámara con revestimiento cerámico 1 continúa directamente por una cámara circular enfriada 18 del mismo diámetro. Igualmente, la cámara cónica siguiente 19 y la cámara cilíndrica 20 son enfriadas por un refrigerante introducido por las conducciones de entrada y de salida 24 y 25.

10 En la pieza cilíndrica 20 están montados dispositivos de enfriamiento directo de los productos de reacción del proceso de pirólisis, por ejemplo en la forma de toberas 8 que están dispuestas en la pared del reactor, preferentemente en la parte superior de la cámara 20.

15 En los tipos de reactor conocidos hasta hoy día y destinados a las utilizaciones en cuestión, el reactor está guarnecido de material cerámico en su totalidad, teniendo como consecuencia que las temperaturas deben ser mantenidas a un nivel relativamente bajo para evitar la fijación sobre las paredes del reactor de los productos de reacción sólidos o líquidos. Aunque esto haya obligado, en los reactores precedentemente utilizados, a trabajar a temperaturas relativamente bajas, no se ha logrado eliminar completamente el riesgo de tales depósitos. En el reactor construido según el presente invento, este problema ha sido resuelto ahora proveyendo a este reactor con paredes enfriadas, permitiendo así temperaturas más elevadas en la zona de reacción, dispositivo que permite a su vez gasificar una mayor parte del carbono de la sustancia orgánica de la leña. Ha resulta-

380313

3-7-73



do al mismo tiempo que era posible utilizar las paredes
 y el techo con refrigeración con agua en la parte del
 reactor propiamente dicho. En efecto, ensayos han muestra-
 do que los productos de la reacción, sean sólidos sean
 líquidos, no tienen ninguna tendencia a fijarse sobre las
 superficies metálicas enfriadas. Además, por el hecho de
 que los productos de reacción son enfriados inmediatamen-
 te a la salida de la zona de reacción, no hay ningún ries-
 go de depósitos, lo cual permite, por una parte, obtener
 una mejor economía térmica, y por la otra, una mayor se-
 guridad de funcionamiento, al mismo tiempo que los pro-
 ductos de reacción sólidos aparecen bajo una forma que
 facilita su recuperación.

He aquí los análisis que resultaron de un
 ensayo de 8 horas efectuado en una instalación de recu-
 peración de lejía negra conforme al presente invento:

Análisis de sustancia:	Na, tot.	29,6 %
	S, tot.	2,6 %
	Na ₂ SO ₄	5,9 %
	Na ₂ CO ₃	61,6 %
Análisis de los gases:	H ₂	8,5 %
	CO	5,4 %
	CO ₂	13,4 %
	CH ₄	1,3 %
	N ₂	70,6 %

La proporción molecular entre Na total y
 S total, que es de 1/0,06 en la sustancia, aumenta a
 1/0,20 después del paso por un separador húmedo, por
 absorción de anhídrido sulfuroso contenido en los gases.

La construcción del reactor según lo que



13

antecede, con dos partes cilíndricas, tiene la ventaja de evitar los depósitos en la parte cónica subsiguiente, dado que la sustancia y los gases han sido enfriados previamente sobre las paredes de la parte cilíndrica inferior.

5

La ventaja del enfriamiento rápido según el presente invento reside en la estabilización de un estado de equilibrio reinante a una temperatura más elevada.

10

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suecia, el 3 de Junio de 1.969, bajo el Nº 7783/69, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

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:

25

1.- Procedimiento de recuperación de productos químicos en la lejía que proviene del desfibramiento de material lignocelulósico, en particular según el método al sulfato, caracterizado porque la lejía, evaporada hasta un grado de sequedad de al menos 45%, es pirrolizada en una atmósfera reductora, en la cual se for-

30

5-7-70

3-7-70

13



ma un residuo de pirólisis esencialmente exento de sulfuros y un gas que contiene anhídrido sulfuroso y que los productos de reacción, inmediatamente después de la pirólisis, son enfriados por intercambio térmico directo por medio de un refrigerante apropiado y porque los productos así pirolizados son separados en productos gaseosos y en un residuo sólido de pirólisis.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el refrigerante es inyectado en la corriente de los productos de reacción que provienen de la fase de pirolización.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el refrigerante es inyectado en los productos de reacción inmediatamente después de la salida de los productos de un reactor destinado a la pirólisis.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el refrigerante está constituido por agua.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el agua es inyectada en un refrigerador de gases dispuesto directamente en conexión con el reactor, destinado a recibir la corriente de los productos de reacción.

6.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la separación se efectúa en uno o varios separadores húmedos, reaccionando una parte del anhídrido sulfuroso del gas de la pirólisis con una solución sódica para formar un sulfuro de sodio, y porque el sulfuro de sodio es

5-7-70

h.p.

380313

9 SET



devuelto al circuito en el mezclador.

5 7.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por- que la lejía usada es inyectada en el reactor bajo forma pulverizada simultáneamente con un gas calenta- do a al menos 600°C, que contiene oxígeno libre.

10 8.- Procedimiento de recuperación de produc- tos químicos en la lejía que proviene del desfibra- miento de material lignocelulósico, en particular se- gún el método al sulfato.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

15 Esta Memoria consta de diez y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 9 SET. 1972
P.A.

Alberto de Eizaburu
Por el autor

6.9.72
MCM

- 16 -

380313

124-



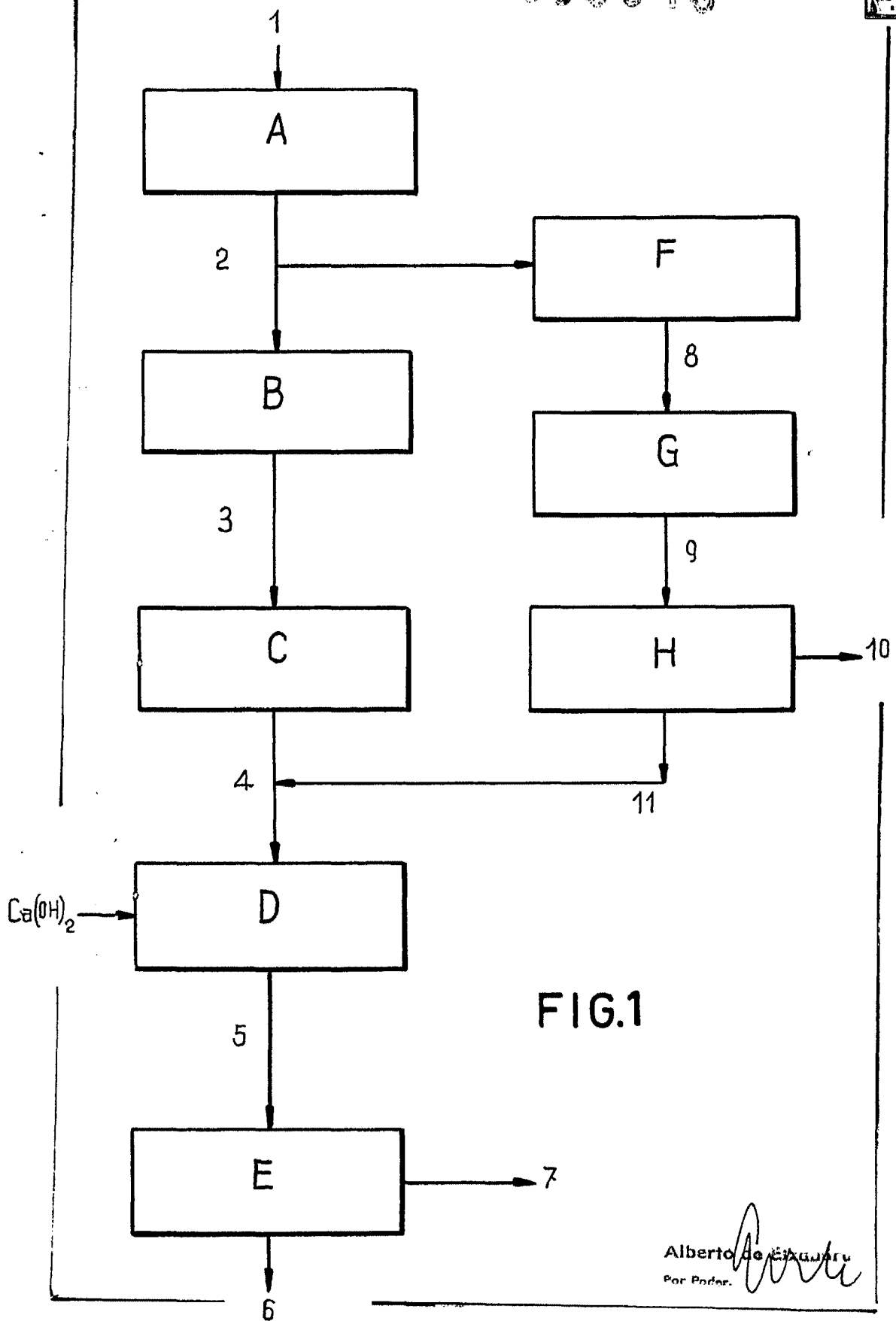
HOJA DE LEYENDAS

FIGURA 1

- A Evaporación.
 - B Evaporador de disco.
 - C Bandeja de sosa (evaporador de recuperación).
 - D Instalación caustificante.
 - E Filtro de lodos.
 - F Reactor Sca-Billerud.
 - G Enfriamiento directo.
 - H Separación de polvo, absorción de SH_2 .
- - - - -
- 1 Lejía negra.
 - 2 Lejía espesa al 52%.
 - 3 Lejía al 72%.
 - 4 Lejía verde (lejía de alimentación).
 - 5 Lejía blanca + lodos.
 - 6 Lejía blanca.
 - 7 Lodos + carbón.
 - 8 Gas de pirólisis + polvo a 700°C .
 - 9 Gas de pirólisis + polvo a 200°C .
 - 10 Gas de pirólisis a la chimenea.
 - 11 Lejía verde.
- - - - -

380313

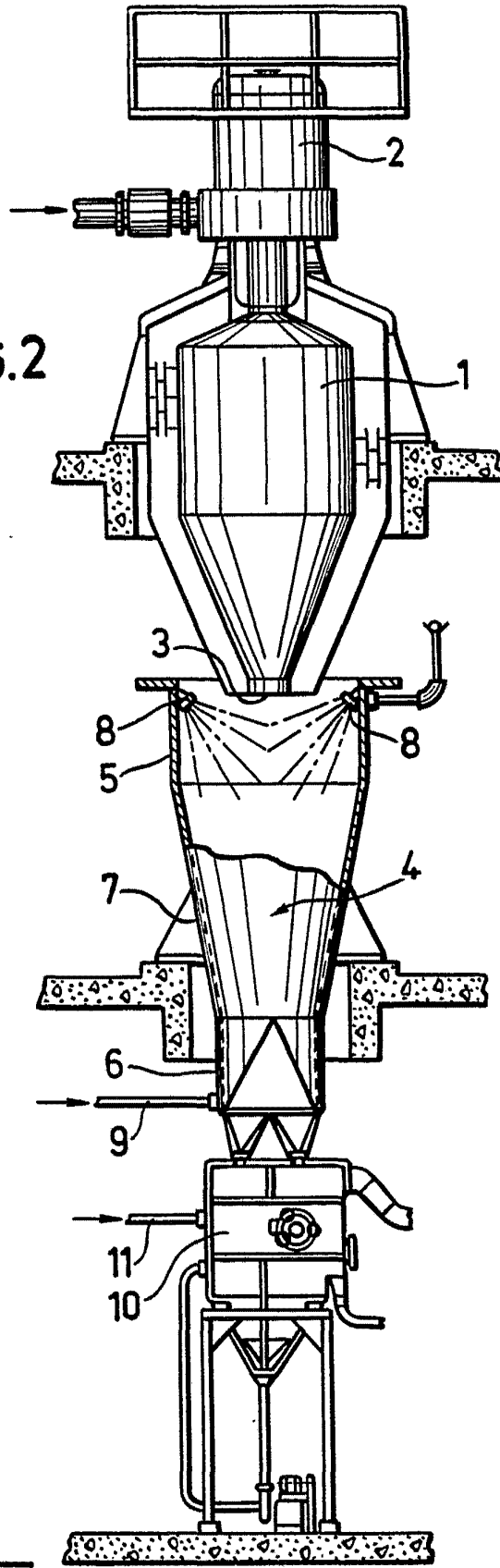
380313



30313



FIG.2

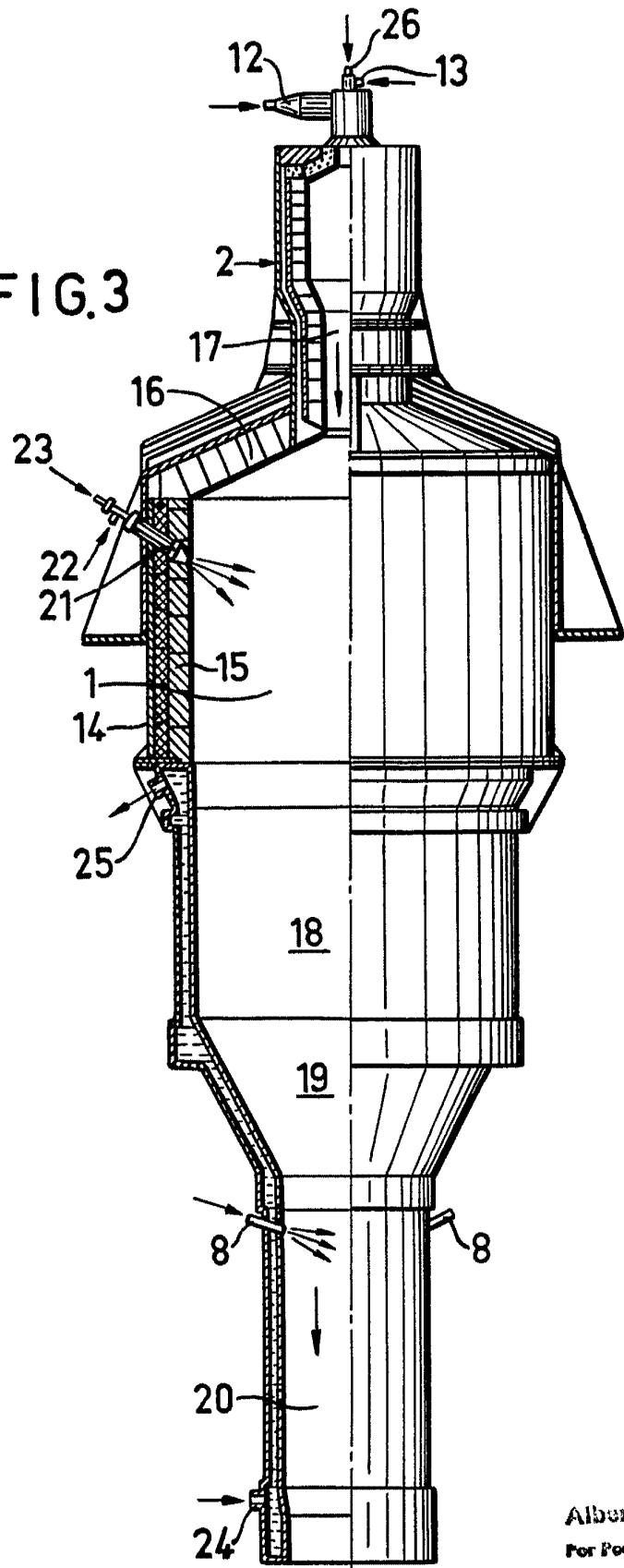


Albergo de E. J. J. J.
Por Poder.

380313



FIG. 3



Alberto *Alberto*
For Patent