

386065

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION	C
CLASE	D 21
SUBCLASE	C



PATENTE DE INVENCION

Ref: Case 2.

386065

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la fabricación de pasta celulósica.

=====

*Solicitante:* SOCIETE GENERALE DE BREVETS INDUSTRIELS ET CHIMIQUES,  
entidad suiza, residente en 1, Grand'Places, Fribourg,  
Suiza.

=====

El presente invento tiene por objeto un procedimiento de fabricación de pasta celulósica.

Los procedimientos tradicionales de fabricación de pasta de celulosa por tratamiento de la madera emplean generalmente sales alcalinas o alcalino

5.



térreas de ácidos débiles, tales como ácido sulfúrico o ácido sulfuroso, en solución acuosa.

5. Estos procedimientos presentan diversos inconvenientes, en particular la necesidad de prolongar la cocción de la madera durante varias horas (6 a 12) para que el ataque sea completo.

Para acelerar el ataque, es necesario trabajar a una temperatura del orden de 140 a 150°C, y por tanto bajo una presión de varias atmósferas.

10. Por otra parte, es corriente trabajar con soluciones poco concentradas y de gran volumen de agua con relación a la madera tratada, lo cual precisa por ende la destilación de cantidades considerables de líquidos para la recuperación de los reactivos.

15. En efecto, 1 tonelada de pasta cruda implica la producción de 10 m<sup>3</sup> de líquido negro.

Todo ello conduce a reactores complejos y de grandes dimensiones y por ende en extremo onerosos.

20. Las inversiones muy elevadas de una fábrica de pasta moderna conducen, para reducir los precios de coste, a la construcción de unidades gigantescas. Estas, para ser normalmente alimentadas, deben instalarse en el nucleo de bosques espesos muy extendidos. Siendo estos últimos relativamente raros, sobre todo en Europa, existe una dificultad real para explotar macizos de menor importancia que a su vez existen en gran número pero se hallan geográficamente demasiado dispersos.

25. Por último, los procedimientos clásicos presentan también el inconveniente de emitir gases sulfurados malos que enrarecen los contornos en un radio que sobre
- 30.



pasa los 10 kilómetros.

Las multiplicaciones describen por otra parte procedimientos de delignificación de la madera que evitan en su totalidad o en parte estos inconvenientes pero que no han sido puestos al día industrialmente por diversas razones, en general a causa del costo demasiado elevado de los reactivos empleados.

5.

El procedimiento según el invento suprime la mayor parte de estas dificultades.

10.

El procedimiento según el invento, en el cual se trata en caliente una materia sólida dividida, que contiene celulosa y lignina, por un medio líquido que disuelve la lignina, y después se separa la pasta celulósica de la lignina disuelta, se caracteriza por el hecho de que se efectúa dicho tratamiento en una zona de reacción en la cual una masa de partículas de dicha materia rueda sobre el lado cóncavo de una superficie de soporte cilíndrica de revolución que gira en torno a su eje.

15.

La materia que contiene celulosa y lignina puede ser madera fragmentada, por ejemplo virutas de madera, o puede estar constituida por una pasta celulósica parcialmente delignificada, procedente de una operación de delignificación incompleta.

20.

Pueden emplearse como medio líquido de tratamiento las soluciones acuosas clásicas, que contienen por ejemplo sosa cáustica o bisulfito sódico, pero es preferible utilizar los medios reaccionales descritos en detalle en la solicitud de patente suiza No. 14.522/69 del solicitante. Estos medios reaccionales consisten en soluciones de hidróxido o de una sal de metal alcalino o alcalino-terreo o de

25.

30.

- 4/38 6065 11



amonio en un disolvente compuesto por una o varias sustancias cuyo punto de ebullición a presión atmosférica es superior a los 100<sup>o</sup> C, con preferencia etileno glicol, que permite operar a presión atmosférica. Como sal de metal alcalino, se empleará con mayor preferencia un compuesto de un bisulfito de metal alcalino con un aldehído o una cetona, según se describe en la solicitud de patente suiza adicional No. 18.197/69 del solicitante.

5. La figura única del plano anexo representa esquemáticamente, a título de ejemplo, una instalación para la realización del procedimiento según el invento.

10. Esta instalación comprende esencialmente dos reactores o lavadores A y B (representados en perspectiva parcialmente seccionada) que comprenden cada uno una cubierta 1 en forma general de canalón cerrado en sus extremos por paredes planas y en su parte superior por planos articulados que permiten la carga y descarga del lavador. En la cubierta 1 se halla dispuesto un tambor 3 susceptible de ser accionado en rotación (por medios no representados) en torno a un eje horizontal. El tambor 3 dispone de un gran número de orificios y una parte de su periferia está formada por planos 4 articulados que permiten el acceso al interior del tambor para la carga y descarga del reactor. Un tubo 5, provisto de perforaciones, se halla dispuesto en el eje del tambor giratorio 3. Este tubo, que se destina a la admisión de la solución del tratamiento en el reactor, atraviesa una de las paredes extremas de la cubierta 1. Este tubo 5 es acodado y termina en el exterior de la cubierta por un brazo vertical. La cubierta 1 presenta además dos orificios: un orificio 7 para la evacuación

15.

20.

25.

30.



de los vapores.

- Una carga de virutas de madera o de pasta celulósica cruda incompletamente delignificada se introduce en el tambor 3 del reactor A, a través de las aberturas entre los planos 2 y 4, cerrándose éstos a continuación. A título de ejemplo, para una producción de 15 toneladas/día de pasta celulósica, el tambor 3 de los reactores A y B debe tener un diámetro del orden de 3 m y un volumen total de 25 m<sup>3</sup>. Como el tambor no debe llenarse mas que en tres cuartas partes de su volumen por la carga, el volumen útil del tambor es de 20 m<sup>3</sup>.

- Se llena el reactor A hasta cubrir el tambor 3 con etileno glicol como disolvente, que proviene de un depósito 24 y es conducido a través de los conductos 37, 32 y 5 y de las válvulas 25, 8 y 10.

- Cuando se ha terminado la carga del reactor A, se hace circular el disolvente en circuito cerrado a través de la carga, haciéndolo pasar por el orificio 7, válvulas 12 y 9, un calentador 16, las válvulas 8 y 10 y el tubo 5. De este modo, se hace subir la temperatura del disolvente a 160°C en 60-90 minutos. La circulación del disolvente se realiza por medio de una bomba no representada.

- Cuando está la temperatura a 160°C, se da comienzo al accionamiento del tambor 3 en rotación lenta. Al ser la lignina termoplástica a esta temperatura, se reduce considerablemente su poder aglutinante y, bajo el efecto del rodamiento de las partículas de la masa sobre sí mismas, estas partículas se desintegran, de suerte que su desfibrado es completo y la superficie de contacto lignina-disolvente se aumenta así considerablemente. Este resultado



se obtiene con un consumo de energía mecánica relativamente mínimo.

5. Tras un tiempo de rotación que varía en función de la naturaleza de la carga y de la calidad de la pasta celulósica que ha de obtenerse, el reactivo que consiste en este ejemplo en un compuesto acetona-bisulfito sódico, es dosificado por la abertura 6, y arrastrado por la circulación del disolvente a través del tubo 5 al interior del tambor 3.

10. La acción del reactivo es instantánea. La pérdida de reactivo debida a una descomposición térmica prematura se reduce al mínimo, obteniéndose por ende una economía considerable.

15. Cuando la cocción está terminada, la temperatura de la solución de tratamiento y de la masa reaccional que se encuentran en el reactor A debe llevarse a 80-90°C. Esta operación se hace posible por el juego de las válvulas, que permite modificar el trayecto de la solución de tal manera que evite el calentador 16. A este respecto, se accionan las válvulas 10, 12, 14 y 15 para hacer circular la solución orgánica de lignina-sulfonato de sodio por un circuito cerrado que comprende el reactor A, los conductos 29, 30 y 31 y un trocador térmico 19. Cuando el contenido del reactor A se halla suficientemente enfriado, se acciona la válvula 14 de manera que la solución de lignina sea conducida por el conducto 29 hasta un mezclador 20 donde, en presencia de ácido clorhídrico acuoso (o de otro ácido fuerte) agregado, se precipita la lignina en forma de ácido lignina-sulfónico.

30. A continuación se hace seguir el contenido del mez-

386065



clador 20 por un conducto 33 a una secadora centrífuga 21. El precipitado de ácido lignina-sulfónico permanece en el filtro, en tanto que el disolvente orgánico alcanza, por un conducto 28 y a través de una válvula 26, el depósito 24.

5.

A partir de este momento, el etileno glicol así recuperado pasa de nuevo por los conductos 37 y 32 para ser vertido, a través de las válvulas 25 y 8, en el reactor B, en el cual tiene lugar la operación de cocción siguiente de la misma manera que en el reactor A.

10.

Mientras dura la cocción en el reactor B, la pasta celulósica retenida en el tambor 3 del reactor A es lavada de la forma siguiente: agua caliente procedente de un depósito 23 pasa por un conducto 36, se vierte en el reactor A tras haber atravesado los conductos 36, 32 y 5 y las válvulas 25, 8 y 10. El agua atraviesa la pasta celulósica. Durante el lavado, el tambor 3 gira lentamente para efectuar un lavado uniforme de la pasta. Las aguas de lavado salen del reactor A por el orificio 7. Estas aguas de lavado cargadas de lignina-sulfonato sódico, cloruro sódico y disolvente orgánico residuales, siguen el conducto 29 atravesando las válvulas 12 y 14 y se vierten en el mezclador 20 donde se les agrega ácido clorhídrico u otro ácido fuerte. Después de la precipitación de la lignina en forma de ácido lignina-sulfónico, las aguas de lavado son llevadas por el conducto 33 a la secadora 21.

15.

20.

25.

30.

Después del filtrado y secado del ácido lignina-sulfónico residual, las aguas de lavado purificadas son enviadas por un conducto 27 al trocador térmico 19, donde sirven de medio de refrigeración para la solución orgánica.



de lignina-sulfonato sódico resultante de la cocción.

5. Los vapores producidos durante la cocción se escapan de la parte alta de los reactores por los orificios 17 y son enviados por un conducto 38, a través de una válvula 18, al trocador 19 donde son absorbidos por las aguas de lavado.

Después del cambio térmico en el trocador 19, las aguas de lavado, parcialmente vaporizadas, son destiladas en marcha continua en una columna 22 que separa:

10. en cabeza: agua destilada que gira en el depósito 23 por un conducto 35;

en cola: etileno glicol que, tras la separación del cloruro sódico precipitado (no representada), es llevado al depósito 24 a través de un conducto

15. 39, la válvula 26 y el conducto 28.

El ácido lignina-sulfónico, así lavado y secado, puede utilizarse a todos los fines químicos o energéticos.

Tras haber sido lavada en el reactor A, la pasta celulósica cruda es evacuada por los pasos desprendidos

20. por la abertura de los planos 2 y 4 del reactor y puede blanquearse de manera conocida, y a continuación comienza de nuevo el ciclo de las operaciones. Se efectúa una nueva cocción en el reactor A mientras se lava la pasta celulósica resultante de la cocción en el reactor B, y así

25. sucesivamente, todo ello en la forma descrita. Es evidente que la instalación descrita podría comprender más de dos reactores que utilizasen uno después de otro la misma cantidad de disolvente orgánico, reactivo y agua de lavado.

30. Puede tratarse en la instalación descrita por térmi

no medio una carga cada tres horas aproximadamente que proporcione aproximadamente 15 toneladas de pasta seca por día, sirviéndose siempre de la misma cantidad de disolvente, que pasa de un reactor a otro.

5. Por consiguiente, la producción de 15 toneladas de pasta en 24 horas no necesita más que el empleo de 15 a 20 m<sup>3</sup> de disolvente, debido a que:

- la duración de la cocción propiamente dicha no excede de 3 horas,
- 10. - la disposición de la instalación permite el paso alternativo del disolvente de un lavador a otro para realizar la cocción en serie y con el mismo volumen de disolvente, el paso alternativo de las aguas recicladas de un lavador al otro realiza el lavado de la pasta en serie y en circuito cerrado.
- 15.

El número de cocciones posibles realizadas por día es igual a la proporción:

$$20. \quad \frac{24}{\text{duración de la cocción en h}}$$

El número de reactores que la instalación debe comprender para asegurar la continuidad de las cocciones es igual a la proporción

$$25. \quad \frac{\text{duración de un ciclo completo de operaciones}}{\text{duración de la cocción}}$$

Por ejemplo:

Si la duración de un ciclo completo de operaciones es de 9 horas, y si la duración de la cocción es de 3 horas, el número de reactores que deberán utilizarse es:

$$30. \quad \frac{9}{3} = 3$$



Estas consideraciones tienen una importancia fundamental en cuanto a la concepción tecnológica de la instalación, puesto que la producción de 15 toneladas por día de pasta en una instalación clásica, es decir con un solo reactor, 5. necesitaría el empleo de 150 m3 de agua.

- N O T A -

10. 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. También se ha 15. ce constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Suiza, con fecha 1 de diciembre de 1969, bajo el número 17.837/69, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Inven- 20. ción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PASTA CELULOSICA; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1ª.- Procedimiento para la fabricación de pasta celulósica, en el cual se trata una materia sólida dividida, que contiene celulosa y lignina, en caliente, por un medio líquido que disuelve la lignina y a continuación se separa la pasta celulósica de la lignina disuelta, caracterizado porque se efectúa dicho tratamiento en una zona de reacción en la cual una masa de partículas de dicha materia rueda sobre el lado cóncavo de una superficie de soporte cilíndrica de revolución que gira en torno a su eje.

30. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-



racterizado porque dicha materia consiste en madera.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha materia consiste en celulosa parcialmente delignificada.

5. 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 o 3, caracterizado porque dicha superficie de soporte se halla horadada y se hace circular el medio líquido en circuito cerrado haciéndole atravesar sucesivamente dicha masa de partículas y la superficie de soporte.

10. 5ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se efectúa dicho tratamiento a una temperatura superior a 100°C en contacto con una solución de hidróxido o de una sal de metal alcalino o alcalino-terreo o de amonio en un disolvente compuesto de una o varias sustancias cuyo punto de ebullición a la presión atmosférica es superior a 100°C.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque se efectúa el tratamiento a la presión atmosférica.

20. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el disolvente es etileno glicol.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la sal es un compuesto de un bisulfito alcalino con un aldehído o una cetona, y que se utiliza en tal cantidad que reacciona sensiblemente por completo con la lignina.

25. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque después del tratamiento, se separa la pasta celulósica de la solución, y después se hace precipitar la lignina en forma de ácido lignina-sulfónico a par

30.



tir de la solución, se separa el ácido lignina-sulfónico de la solución y se recicla el disolvente para un nuevo tratamiento.

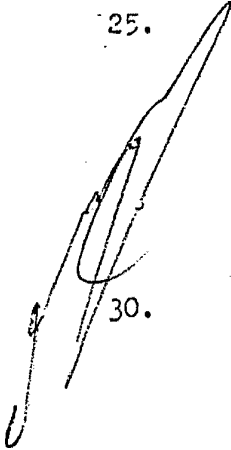
- 10<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 5, ca
5. racterizado porque se efectúa el tratamiento uno después de otro en una serie de dichas zonas de reacción en las cuales, sucesivamente, se introduce una carga de materia prima, se hace circular dicha solución de tratamiento ha
10. ciéndola pasar en circuito cerrado priméramente por un ca lentador para llevarla a la temperatura de reacción y man tenerla en la misma en tanto dura dicha reacción, después a un trocador térmico para enfriarla, se evacua la solu ción de tratamiento de la zona de reacción, se lava con agua la pasta celulósica cruda en la zona de reacción y se
15. retira, recuperándose el disolvente de tratamiento tras la precipitación de la lignina disuelta en forma de ácido lig nina-sulfónico y separación del ácido lignina-sulfónico pre cipitado, recuperándose igualmente las aguas de lavado tras
20. la precipitación de la lignina disuelta en forma de ácido lignina-sulfónico, separación del ácido lignina-sulfónico precipitado y destilación que produce agua destilada como fracción de cabeza y, como fracción de cola, disolvente que se une al disolvente recuperado, atravesando las aguas de lavado dicho trocador térmico antes de su destilación para
25. servir de medio refrigerador para la solución de tratamien to.

11<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 5, 7 u 8, caracterizado porque se efectúan las operaciones siguientes: a) se trata una capa de materia prima en una primera zona de reacción haciendo circular dicha solución

13 -  
386065



- de tratamiento en circuito cerrado a través de la zona de reacción y a través de un calentador que lleva la solución a la temperatura de reacción y la mantiene a esta temperatura mientras dura la reacción y después, cuando ha terminado la reacción, a través de un trocador térmico que enfría la solución; b) se evacúa la solución de tratamiento que contiene la lignita disuelta, de la zona de reacción y se la agrega un ácido fuerte para precipitar la lignina en forma de ácido lignina-sulfónico y se recoge dicho ácido;
5. c) se hace pasar la solución desembarazada de su lignina por una segunda zona de reacción que contiene una segunda capa de materia prima y se repiten las operaciones a) y b) citadas anteriormente; d) mientras se desarrolla la operación a) en la segunda zona de reacción, se lava con agua la pasta celulósica cruda en la primera zona de reacción y se depuran las aguas de lavado por precipitación de la lignina que contiene en forma de ácido lignina-sulfónico, separación del ácido lignina-sulfónico y destilación para separar disolvente como fracción de cola que se recupera, utilizándose las aguas de lavado utilizadas antes de la destilación como medio refrigerador en el trocador térmico que enfría la solución de tratamiento; e) se recoge la pasta celulósica cruda lavada de la primera zona de reacción y se introduce una tercera carga de materia prima en la primera zona de reacción mientras se repite la operación b) sobre la solución que ha circulado por la segunda zona de reacción; y f) se repiten las operaciones d) y e) en la segunda zona de reacción repitiendo la operación a) en la primera zona de reacción, y así sucesivamente utilizando las zonas de reacción una tras otra.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



386065



12ª.- Procedimiento según la reivindicación 11, ca  
 racterizado porque se utilizan una tras otra un número de  
 zonas de reacción igual a la proporción de la duración to  
 tal de las operaciones a) a e) citadas a la duración de  
 5. la operación a) en cada zona.

13ª.- Procedimiento para la fabricación de pasta  
 celulósica, tal y como queda sustancialmente descrito en  
 la presente Memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

10. Esta Memoria consta de 14 hojas escritas a máquina  
 por una sola cara.

Madrid

11 FEB. 1971

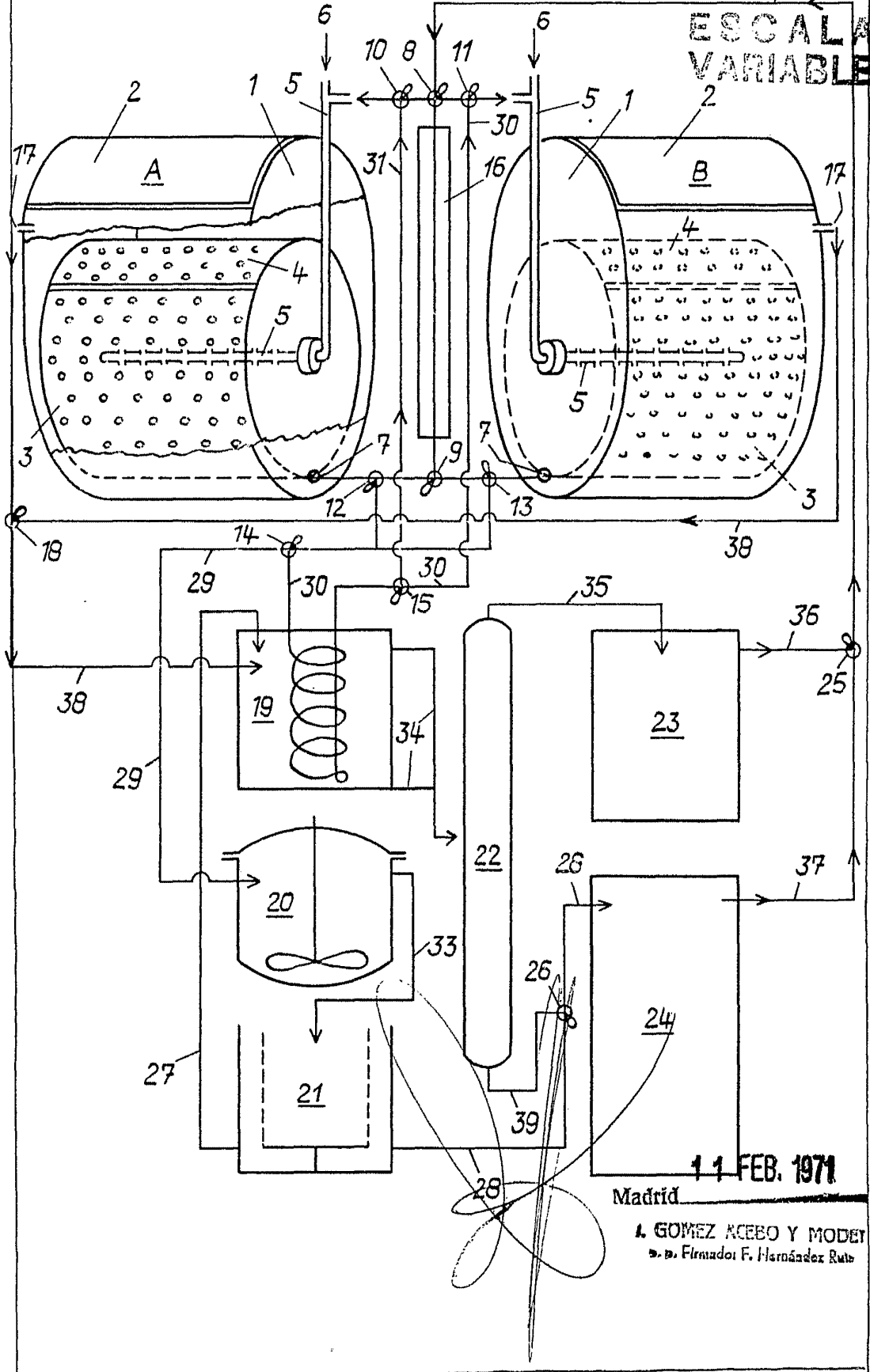
SOCIETE GENERALE DE BREVETS INDUSTRIELS ET CHIMIQUES

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY  
 por el Abogado F. Hernández Ruiz

11 FEB 1971  
MIA 018

386065

ESCALA VARIABLE



11 FEB. 1971

Madrid

A. GOMEZ ACEBO Y MODEY  
D. B. Firmado: F. Hernández Ruiz