

403377



P.- 51.002  
Grace Case 262

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de PROCESS EVALUATION AND DEVELOPMENT CORPORATION

Int. Cl.: D 21C

entidad norteamericana

con domicilio en 3 Hannover Square, Nueva York, N.Y.  
10004, Estados Unidos de América

por: "METODO PARA LA PRODUCCION DE PASTA CELULOSICA DE BRILLO AUMENTADO" (Clase Internacional D21C)



403377

Esta invención se relaciona con métodos para reducir a pasta químicamente los materiales lignocelulósicos y con las pastas resultantes y el papel producido de las mismas. En particular, se relaciona con un procedimiento de reducción a pasta químico, que usa como un medio de digestión, una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino, carbonato de metal alcalino y bisulfito de metal alcalino que tiene un pH entre aproximadamente 8,5 y 11,5. En una modalidad preferida, el material lignocelulósico se prehidroliza en agua o en un medio ácido antes de la digestión alcalina. En una modalidad especialmente preferida, la invención se aplica a la preparación de pasta y de papel a partir de bagazo de la caña de azúcar exenta de meollo.

Se conocen un número de procedimientos para reducir a pasta los materiales lignocelulósicos (es decir, preparar una pasta para la fabricación de papel, a partir de dichos materiales), que incluyen como uno de los más importantes, el procedimiento de reducción a pasta llamado "químico" que puede ser un procedimiento alcalino o un procedimiento ácido. Aparece una discusión general razonablemente detallada de los procedimientos de reducción a pasta químicos en la "Enciclopedia de Tecnología Química", Segunda Edición, Volumen 1 (1968) comenzando en la página 702. de Kirk-Othmer. En la página 720 se hace referencia a la reducción a pasta alcalina del bagazo y otros productos celulósicos que no sean la materia prima de madera más normal.

25  
3.6.72



403377

La fracción fibrosa del bagazo de la caña de azúcar al igual que los otros materiales lignocelulósicos (v.gr., madera y bambú) contiene como constituyentes principales celulosa, lignina y hemicelulosa. Los últimos incluyen tanto hexosanos como pentosanos, en cantidades en un promedio de aproximadamente 12 por ciento en peso de pentosanos (aproximadamente de 90 a 95 por ciento en peso de los cuales es xilano o xilosano) y aproximadamente 16 por ciento en peso de hexosanos (28 por ciento en peso de la hemicelulosa total), basándose en el contenido total lignocelulósico de un bagazo típico, sobre una base de peso en seco. El contenido relativamente elevado de la hemicelulosa del bagazo liga entre si las fibras de la celulosa y dificulta la producción de pastas apropiadas, particularmente debido a la incapacidad de desintegrar los manojos de fibras, dando por resultado de esta manera una cantidad indebida de haces pequeños de fibras en el papel fabricado de dicha pasta. Como resultado por lo general, se considera imposible preparar pastas mecánicas a partir del bagazo. La reducción a pasta química del bagazo se conoce y se practica extensamente en varios países del mundo. La aplicación de bagazo de los procedimientos de reducción a pasta químicos usuales adolece de las desventajas de rendimientos considerablemente reducidos en vista de las cantidades de lignina y de hemicelulosas removidas y brillo

5

10

15

20

25

3.6.72

403377



insatisfactorio y opacidad insatisfactoria en el papel producido a partir de la pasta resultante.

5 El rendimiento de un procedimiento de reducción a pasta es el peso de las fibras lavadas (sobre una base de peso en seco) recuperadas después de la digestión que se expresa como un porcentaje en peso del material lignocelulósico (sobre una base de peso en seco) cargado originalmente en el procedimiento de reducción a pasta. Un deseo importante en cualquier procedimiento de reducción a pasta  
10 químico, es obtener los rendimientos mayores sin afectar perjudicialmente las propiedades resultantes de los productos de papel fabricados a partir de la pasta. Aún cuando esta es y ha sido la mira de innumerables investigadores del arte anterior, durante muchos años, se cree que la  
15 presente invención proporciona el primer paso principal abanzado.

De conformidad con la presente invención, se ha encontrado que el rendimiento de la pasta a partir de la reducción a pasta química de los materiales lignocelulósicos puede aumentarse significativamente a través del uso  
20 de un medio de reducción a pasta que consiste esencialmente de una solución acuosa que contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 7 por ciento en peso de bisulfito de metal alcalino, de aproximadamente 1 a 1,5 por ciento en  
25 peso de carbonato de metal alcalino y de aproximadamente  
3.6.72

403377

9 JUN. 1972



5 3,5 a 4,5 por ciento en peso de hidróxido alcalino y que tiene un pH de aproximadamente 8,5 a aproximadamente 11,5, de preferencia de por lo menos aproximadamente 10. Las concentraciones manifestadas, en cada caso, se expresan como contenido equivalente del óxido de metal alcalino de cada una de las sustancias químicas.

10 El procedimiento de reducción a pasta de esta invención por lo demás es igual que los procedimientos típicos, en donde la relación en peso de los materiales lignocelulósicos (sobre una base de peso en seco) hacia el medio de digestión es entre aproximadamente una quinta parte y una tercera parte (v.gr., una cuarta parte); y la temperatura de digestión es de aproximadamente 170° C., a aproximadamente 194° C., (v.gr., 177° C.) y las escalas de tiempo de digestión son de aproximadamente 10 minutos hasta varias horas o más, dependiendo principalmente del material lignocelulósico específico que se esté reduciendo a pasta.

15 Para la reducción a pasta del bagazo de la caña de azúcar exento de meollo, el tiempo de digestión o de "cocción" usualmente es de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 minutos, de preferencia de 15 a 30 minutos. El procedimiento de reducción a pasta, puede combinarse con un paso de prehidrólisis ácido preliminar, en cuyo caso pueden reducirse los períodos de tiempo de cocción del procedimiento alcalino (por ejemplo de 5 a 20 minutos) de preferencia

20

25

3.6.72

403377



de 5 á 10 ó 15 minutos para el bagazo).

Después de la digestión, la pasta se refina, se tamiza y se lava de la manera usual, antes de usarse como un suministro de pasta para la máquina de fabricación de papel.

5

La invención se ha demostrado específicamente para la reducción a pasta del bagazo de la caña de azúcar. Sin embargo, no queda limitada al bagazo como el material de alimentación lignocelulósico, sino que es también aplicable a otros materiales tales como maderas suaves o duras, maderas tropicales, bambú, varias pajas, lino, henequén y otros productos lignocelulósicos.

10

En la aplicación de la invención a la reducción a pulpa del bagazo, las fibras de bagazo usadas deben estar lo más razonablemente posible exentas de meollo. Los materiales de alimentación de fibra de bagazo apropiados pueden prepararse por ejemplo, a través del uso del aparato y/o de los métodos descritos en la patente Norteamericana Número 3.537.142, expedida el 3 de noviembre de 1970 o en la solicitud de patente española Número de 393.105 presentada el 9 de julio de 1971. Para los mayores rendimientos, se prefiere que el material de alimentación de fibra de bagazo sea uno que se ha sometido a una operación de dos etapas para separar el meollo, es decir, primero separar el meollo (en seco), de conformidad con la patente Norteamericana an-

15

20

25

3.6.72

403377



5           teriormente mencionada Número 3.537.142 y luego separar el meollo "en húmedo" adicionalmente, en presencia de por lo menos aproximadamente 4,5, normalmente de aproximadamente 5 a aproximadamente 10 partes en peso de agua por parte en peso de fibra (sobre una base completamente seca) de acuerdo con la solicitud de patente española Número 393.105 citada.

10           Las sustancias químicas de digestión de metal alcalino usadas en la práctica de la invención, de preferencia son los compuestos de sodio; es decir bisulfito de sodio ( $\text{NaHSO}_3$ ) carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) e hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ). Como se ha manifestado, las proporciones de los compuestos de sodio usadas se expresan todas en términos de su equivalente de óxido ( $\text{Na}_2\text{O}$ ). El contenido total de  $\text{Na}_2\text{O}$  del licor de digestión, basándose en el peso en seco del material lignocelulósico que va a reducirse a pasta, puede variar de aproximadamente 3 a aproximadamente 12 y de preferencia es de aproximadamente 9 a aproximadamente 12 por ciento en peso.

20           Aún cuando el pH del licor de la digestión puede variar de 8,5 a 11,5, se prefiere que sea aproximadamente de 10,0, v.gr., de 10 a 11. Los experimentos hasta la fecha indican que se logran los mayores rendimientos a un pH más bajo, v.gr., de 9,0, pero que se obtiene un brillo aumentado a los valores de pH más elevados. De esta manera,

25

3.6.72

403377



5 el mejor equilibrio cuando se desea el mejor brillo parece quedar dentro de las porciones intermedias o más elevadas de la escala funcionable. Cuando el brillo es un factor importante (tal como por ejemplo en la pasta que se destina para usarse en cartón o fibra prensada para paredes, los valores de pH más bajos deben usarse para un funcionamiento más economico.

10 Tal y como se ha descrito y reivindicado en la solicitud de patente española presentada el mismo dia que ésta Número 403.376, el material lignocelulósico de preferencia puede someterse a un paso de prehidrólisis. El pH de la prehidrólisis es de aproximadamente 4,0 a aproximadamente 5,8, de preferencia de aproximadamente 4,5 a aproximadamente 5,5. A un pH inferior a 4,0 más o menos, el rendimiento del procedimiento de reducción a pulpa se reduce significativamente - a menos de los niveles económicos satisfactorios. A un pH superior mayor de aproximadamente 5,9, la prehidrólisis deseada requiere un tiempo excesivo, reduce el rendimiento y de nuevo es económicamente poco atractivo.

15

20 Normalmente, el bagazo fresco tendrá un pH dentro de la escala de aproximadamente 6,0 a 6,5, mientras que el bagazo almacenado como resultado del ácido acético producido mediante la fermentación durante el almacenamiento, tendrá un pH dentro de la escala de aproximadamente 4,5 a 5,0.

25 El pH durante el paso de hidrólisis, puede mantenerse den-

3.6.72

403377



tro de los límites deseados de varias maneras, es decir, mezclando alimentación de bagazo fresco y almacenado en proporciones apropiadas, controlando la cantidad de humedad mezclada con la alimentación o alimentaciones de bagazo; mediante la adición de cantidades pequeñas de sustancias químicas para el ajuste del pH tal como ácido acético; o a través del uso de medios de prehidrólisis, tales como el agua de fabricación acídica (de un pH de aproximadamente 5,5).

10 La prehidrólisis se lleva a cabo en presencia de aproximadamente 70 por ciento a aproximadamente 100 por ciento en peso de agua, basándose en el peso límite del material lignocelulósico alimentado. El agua adicional requerida puede estar presente como agua líquida o en la forma de vapor, es decir, vapor de agua, de preferencia como una mezcla de agua líquida y vapor que sirve para mantener la temperatura apropiada, así como para suministrar las cantidades necesarias de agua. El agua líquida puede combinarse con la alimentación del material lignocelulósico antes de introducirse en la zona de reacción de prehidrólisis o in situ en la zona. El vapor añadido desde luego se introduce en la zona de reacción de prehidrólisis.

20 La reacción de prehidrólisis se lleva a cabo bajo una presión de vapor autógena a temperaturas mantenidas dentro de la escala de aproximadamente 171° C., a aproxima-

3.6.72

403377



damente 188° C.

La reacción de prehidrólisis deseada, puede lograrse, bajo las condiciones manifestadas, en un período de tiempo relativamente muy corto de aproximadamente 5 a aproximadamente 10 minutos.

Después de la reacción de prehidrólisis, de preferencia inmediatamente después, el material lignocelulósico prehidrolizado se somete a una operación de digestión alcalina, tal y como se ha descrito en lo que antecede. Las fibras prehidrolizadas se mantienen en el medio alcalino de digestión y dentro de la misma escala de temperatura en la zona de reacción de prehidrólisis, durante un período de tiempo de tratamiento adicional de aproximadamente 5 a 15 ó 20 minutos, proporcionando un período de tiempo total de reducción a pulpa (es decir, la prehidrólisis y la digestión alcalina) de aproximadamente 15 a aproximadamente 30 minutos.

El tratamiento de digestión alcalino adicional sirve para oxidar pero no para remover los componentes de lignina, decolorados mediante la reacción de prehidrólisis inicial.

Si se desea, el procedimiento de esta invención puede incluir como un paso opcional, la adición a la pasta de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,3 de preferencia aproximadamente 1,0 por ciento en peso de un silicato de metal alcalino, basándose en el peso completamente seco

403377

19 JUN



5 de la alimentación de la fibra de material lignocelulósico  
inicial. El silicato de metal alcalino o una porción del  
mismo, se puede añadir como parte o el total de las substan-  
cias químicas de digestión alcalina. Alternativamente, to-  
da o una parte de la cantidad requerida del silicato, se  
puede añadir a la pasta separadamente del tratamiento de  
digestión antes de liberarse la presión de la digestión.  
De preferencia, todo el silicato alcalino se añade en la  
línea de soplado del aparato digestor o en la válvula de  
10 soplado del aparato digestor justamente antes de que se com-  
plete finalmente la reacción de digestión.

La práctica de la adición de silicato de metal  
alcalino se describe y reivindica más completamente en  
la solicitud de patente presentada simultáneamente mencio-  
nada en lo que antecede.  
15

El procedimiento de esta invención se lleva a ca-  
bo deseablemente de una manera continua usando para el ob-  
jeto recipientes de presión conocidos en la industria de  
la pasta y del papel, como aparatos digestores continuos  
20 (véase por ejemplo, de Kirk-Othmer la "Enciclopedia de Tec-  
nología Química" Segunda Edición, Volumen 16 (1968) páginas  
700 a 701, y de Rydholm "Procedimientos de Reducción a Pul-  
pa" Interscience Publishers (1965), páginas 343 a 355), mo-  
dificándose apropiadamente cuando se requiera para permitir  
25 la introducción de las sustancias químicas del tratamiento

3.6.72

403377



en el punto o puntos apropiados en el procedimiento.

La práctica de la invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos específicos, pero no limitativos. En los ejemplos, las propiedades mostradas para la pasta y para las muestras de papel, se prepararon a partir de las mismas y se determinaron mediante procedimientos normales bien conocidos para aquellas personas expertas en el arte de la industria de la pasta y del papel. Por ejemplo, el "número K" de las pastas es el número de permanganato de potasio, que es una prueba normal de la ATIPP (Asociación Técnica de la Industria de la Pulpa y el Papel, Nueva York, Nueva York), a fin de determinar la lignina residual.

Ejemplos 1 a 3

Los materiales lignocelulósicos que van a reducirse en pasta, estaban constituidos de bagazo de la caña de azúcar exento de meollo que se prepara en el aparato con el método descrito en la patente Norteamericana anteriormente mencionada Número 3.537.142. Se llevaron a cabo tres pruebas separadas, usando las soluciones de cocción que tenían la composición mostrada en el Cuadro I, con un pH que variaba de 9 a 11. Todas las operaciones de digestión ("cocciones") se llevaron a cabo a una relación de aproximadamente 4 partes en peso de licor de cocción

3.6.72

403377



por cada parte en peso (sobre base de peso en seco) del material lignocelulósico alimentado. Las digestiones cada una de ellas se llevó a cabo durante 30 minutos, en un recipiente cerrado a una presión de vapor de 7 a 7,7 kilogramos por centímetro cuadrado. Justamente antes de descargarse hacia el tanque de soplado, las pastas de prueba se trataron con 1 por ciento en peso de silicato de sodio. Después de la operación de sopladura, se limpiaron las pastas, se centrifugaron y se lavaron de la manera usual. Luego, los períodos de tiempo de batido o de refinación de las pastas hacia varios grados de goltura Normal Canadiense se determinaron y se probaron ciertas propiedades de los papeles preparados a partir de las pastas batidas. Para fines de comparación se preparó una pasta a partir del mismo material fibroso de bagazo de la caña de azúcar de la misma manera que se describe en lo que antecede, usando sosa cáustica (hidróxido de sodio) como la única substancia química de digestión alcalina y sin silicato de sodio añadido, y las propiedades de los papeles de muestra de esta pasta, se determinaron asimismo. Los resultados de las pruebas se muestran en los siguientes Cuadros II y III.

25

3.6.72

403377



CUADRO I  
Soluciones de Cocción

		Porcentaje en Peso (como Na <sub>2</sub> O)			
5	Substancia Química de Cocción	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Prueba de Comparación A
	NaHSO <sub>3</sub>	6,85	6,80	6,55	-
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1,38	1,38	1,22	-
	NaOH	3,78	3,83	4,26	10,5
10	Total de Na <sub>2</sub> O	12,01	12,01	12,03	10,6
	pH	9	10	11	-

CUADRO II  
Propiedades de la Pasta

15		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Prueba de Comparación A
	Rendimiento de la pasta (% en peso, base de peso en seco)	68,1	67,0	65,2	56,3
20	Número K	25,6	25,5	24,6	23,5
	Blancura (% G.E.)	34,0	36,5	41,0	27,0

CUADRO III

Propiedades Físicas de las Muestras de Papel

Pulpa del	Tiempo de batido (min.)	Solubilidad Normal Canadiense (ml)	Peso Seco (seco en horno a 100°C por m)	Factor de rotura	Rotura a la tensión (metros)	Factor de reven-tamiento	Densidad (gramos por centímetro cúbico)	Número de doblez
Ej. 1	0	785	-	-	-	-	-	-
	20	555	63,5	91,0	2662	13,1	0,31	15
	28	425	60,6	73,3	3600	19,0	0,36	16
	36	360	59,6	67,0	4140	22,0	0,41	18
	44	285	59,6	59,7	4643	25,0	0,41	30
	55	215	59,6	52,2	4935	28,7	0,48	40
Ej. 2	0	733	-	-	-	-	-	-
	8	520	64,6	68,8	3880	22,8	0,38	28
	16	425	64,6	62,0	4954	27,5	0,41	32
	24	335	64,1	57,3	5387	29,1	0,44	56
	32	235	64,1	52,0	5700	32,5	0,48	60
	40	185	64,1	48,5	6073	34,7	0,48	81

403377



CUADRO III (continuación)

Propiedades Físicas de las Muestras de Papel

Pulpa del	Ej.	Tiempo de batido (min.)	Soltura Normal Canadiense (ml)	Peso Bésico (se- cado en horno $g/m^2$ )	Factor de rotura	Rotura a la tensión (metros)	Factor de reven- tamiento	Densidad (gramos- por cen- tímetro cúbico)	Número de doblez
	3	0	760	-	-	-	-	-	-
		7	675	59,6	67,1	4330	19,8	0,35	21
		14	440	59,6	59,6	5147	28,8	0,41	22
		21	335	59,6	52,2	5700	31,7	0,44	36
		28	245	61,1	47,2	6273	34,5	0,45	58
		35	175	61,1	43,6	6710	36,5	0,50	243
Prueba de Com- paración A		0	760	-	-	-	-	-	-
		15	15	59,6	63,4	4140	18,	0,33	10
		16	485	59,6	59,7	4923	24,6	0,41	20
		24	360	59,6	56,0	5483	28,5	0,44	22
		32	255	59,6	52,2	6042	32,0	0,48	62
		40	175	59,6	48,5	6423	35,2	0,53	104

403377



403377



Los trazos gráficos de los datos mostrados en el Cuadro III anterior, indican que las muestras de pastas y de papel tienen las propiedades representativas que se muestran en el siguiente Cuadro IV a una Soltura Normal Canadiense equivalente.

5

CUADRO IV

Comparación a Soltura Normal Canadiense equivalente

10	A Soltura Normal Canadiense de 360 mililitros	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Prueba de comparación A
	Tiempo de Batido	36,0	21,5	19,5	24,0
	Factor de rotura	67,0	58,5	54,5	56,0
	Rotura a la tensión	4140	5300	5550	5480
15	Factor de reventamiento	22,0	29,0	31,0	28,0
20	A Soltura Normal Canadiense de 215 mililitros	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Prueba de comparación A
	Tiempo de Batido	55,0	36,0	31,0	36,0
	Factor de Rotura	52,2	50,5	45,5	50,5
	Rotura a la tensión	4935	5940	6450	6230
	Factor de Reventamiento	28,7	33,0	35,3	33,5

25  
3.6.72

403377



5 Como se ve de los Ejemplos anteriores, el método de esta invención proporciona aumentos en el rendimiento hasta del 22 por ciento en comparación con el uso de la sosa cáustica sola como la substancia química de cocción (com  
párese el dato de rendimiento del Ejemplo 2 y de la prueba A). Excepto en lo que se refiere al Ejemplo 2, los tiempos de batido con respecto a la Soltura Normal Canadiense equi-  
valente son iguales o menores que en la prueba de compara-  
ción A. En todos los ejemplos 2 a 4, resulta un mayor bri-  
llo de la pasta especialmente en el Ejemplo 4. Las propie-  
dades físicas totales de los papeles preparados a partir  
de las pastas de los Ejemplos 3 y 4 son buenas a excelen-  
tes a aumentos de rendimiento de la pasta de aproximada-  
mente 16 a 20 por ciento en comparación con la Prueba A.

15

EJEMPLOS 4 a 10

20 Se llevaron a cabo pruebas del procedimiento de reducción a pasta alcalino de esta invención en una unidad piloto de Escandinavia. La materia prima lignocelulósica era la fracción fibrosa del bagazo de la caña de azúcar pre-  
parado en América Latina, mediante una separación del meollo "en seco" primaria, mediante una separación del meollo en húmedo secundaria (tal y como se describe en la solici-  
tud de patente española 393.105) y embarcada a Escan-  
dinavia para las pruebas. El material se secó al aire has-

25

24.8.72

403377



ta un contenido de humedad promedio de 40 por ciento, antes de embalsarse para embarque. Tal y como se analizó en la planta de separación de meollo, tenía un contenido de lignina de 17,8 por ciento y un contenido de pentosano de 22,9 por ciento y proporcionó el siguiente análisis de materiales solubles:

	<u>Porcentaje en Peso de los Materiales Solubles</u>
En Agua Fría	2,91
En Agua Caliente	8,46
En 1% de NaOH	28,8
En Alcohol/Benceno	1,68

En estas pruebas, el equipo de prueba usado era una unidad Desfibradora Asplund, Modelo No. CVP-20 de tipo de disco 5821, que funcionaba a una graduación de disco de 0,05 milímetros a 1500 revoluciones por minuto y equipada con un precalentador horizontal. La materia prima lignocelulósica se alimentó al precalentador horizontal, mediante un dispositivo de alimentación giratorio de dos cavidades. Cuando se usó la prehidrólisis, el período de tiempo de la prehidrólisis se fijó ajustando la velocidad del tornillo de transporte en el precalentador horizontal. El licor de la cocción se añadió al material por el extremo del precalentador horizontal y la materia prima luego se dejó caer

25  
3.6.72

403377



dentro del aparato digestor cónico vertical, en donde se controló el período de tiempo de la cocción mediante un medidor de nivel de radiación. El material se calentó mediante vapor de agua directo en el precalentador horizontal y en el aparato digestor vertical. Además, el aparato digestor estaba equipado con una camisa de vapor a fin de reducir al mínimo la condensación. En el fondo del aparato digestor, el producto digerido se alimenta hacia un Desfibrador Asplund, mediante un agitador y un transportador de tornillo sinfín. Como es bien sabido en el ramo, el aparato desfibrador trata la pasta mientras que está todavía bajo la presión del aparato digestor. La pasta desfibrada se hizo soplar directamente hacia y se refinó en el aparato de refinación Asplund o se recogió sin refinar desde el dispositivo ciclón que recibe el material desde la desfibración.

Todas las pruebas se llevaron a cabo a temperatura de 170° C., durante la prehidrólisis, (cuando ésta se usa) y durante la digestión usando vapor de agua a una presión absoluta de 8 kilogramos por centímetro cuadrado. Todos los licores de cocción se prepararon de sustancias químicas de calidad técnica que se disolvieron en agua en las relaciones para proporcionar un pH de aproximadamente 10,5. Las composiciones específicas se muestran en el Cuadro V. El silicato de sodio, cuando se añade se introduce en el transportador de tornillo sinfín del desfibrador jus-

3.6.72

403377



tamente antes de la desfibración como una solución acuosa de pentahidrato de silicato de sodio ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) que tiene una concentración de 100 gramos por litro.

5 El bagazo se pre-remoja en agua o en licor de cocción antes de tratarse. El tiempo de tratamiento total fue de 14 minutos en cada prueba. Este se dividió igualmente en un tiempo de prehidrólisis de 7 minutos y un tiempo de digestión de 7 minutos, cuando se usó la prehidrólisis. Los datos de la reducción a pulpa se muestran en el Cuadro

10 VI. Los números Kappa se determinaron de acuerdo con la prueba Escandinava - Cl: 59. Los rendimientos se determinaron separadamente duplicando las pruebas en un aparato desfibrador Asplund a escala de laboratorio en una muestra de 300

15 gramos (sobre una base completamente seca) del bagazo y pesando la cantidad de la pasta recuperada después de lavarse y secarse al aire.

20 Las pastas se refinaron a una consistencia de 20 por ciento y las muestras de pasta se recogieron a dos graduaciones de disco diferentes. Las pastas refinadas se lavaron sobre una tela de alambre de malla 100 y luego se formaron en hojas de acuerdo con el método Normal Sueco CCA-17 y se probaron de acuerdo con los métodos Escandinavos.

Los resultados se muestran en el Cuadro VII.

25  
3.6.72

403377



CUADRO V  
Soluciones de Cocción

5	Substancia química de cocción	Concentración (gramos por litro)	
		Ejemplos 4, 5, 6, 7	Ejemplos 8, 9, 10
	$\text{NaHSO}_3$	100	60
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	35	20
10	$\text{NaOH}$	35	20
	pH	10,5	10,3

3.6.72

403377



CUADRO VI

Datos de Reducción a Pasta

	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10
Licor para remojar	Agua	Agua	Agua	Agua	Solución de cocción	Solución de cocción	Solución de cocción
pH después del premojado	5,5	5,5	5,5	5,5	10,3	10,3	10,3
Período de tiempo de prehidrólisis (minutos)	7	7	7	7	Ninguno	Ninguno	Ninguno
pH después de la prehidrólisis	4,6	4,6	4,6	4,6	-	-	-
Total de Na <sub>2</sub> O en la solución de cocción (como porcentaje en peso de las fibras de bagazo, completamente secas)	3,8	3,3	10,3	11,3	3,4	9,4	9,4
Silicato de sodio añadido	Si	No	Si	No	Si	Si	No
Total de Substancias químicas como Na <sub>2</sub> O, incluyendo silicato, en porcentaje en peso del bagazo completamente seco	4,1	3,3	10,9	11,3	4,0	9,9	9,4

CUADRO VI (continuación)

Datos de Reducción a Pasta

Licor para pre-remojarse	Ejemplo 4 Agua	Ejemplo 5 Agua	Ejemplo 6 Agua	Ejemplo 7 Agua	Ejemplo 8 Solución de cocción	Ejemplo 9 Solución de cocción	Ejemplo 10 Solución de cocción
Tiempo de digestión (minutos)	7	7	7	7	14*	14*	14*
pH después de la desfi-bración	6,7	6,2	9,5	9,3	6,8	9,7	9,7
Rendimiento (%)	86,6	86,0	80,8	80,6	85,1	72,1	71,4
No. Kappa	93,8	95,8	33,4	43,7	92,2	25,3	29,4
Brillo, Escandinavo	28,4	26,5	30,2	32,7	22,5	35,7	38,0

\* No se sometió a prehidrólisis separada. El bagazo se remojó en el licor de cocción antes de introducirse en el precalentador horizontal.

403377



# 403377



## CUADRO VII

### Propiedades del Papel

		Ejemplo 4			Ejemplo 5		
		a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>	a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>
5	Soltura normal Canadiense (mililitros)	480	250	120	610	240	180
	Peso de la hoja (gm por metro cuadrado)	104,3	91,5	93,1	106,2	96,0	97,8
	Grueso (milímetros)	0,282	0,184	0,180	0,294	0,203	0,200
	Volumen (cm <sup>3</sup> por gm)	2,70	2,01	1,93	2,75	2,11	2,04
10	Resistencia al reventamiento (kg/cm <sup>2</sup> )	0,9	1,5	1,7	0,8	1,4	1,7
	Factor de reventamiento	8,2	16,8	18,7	7,5	15,0	17,0
	Rotura a la tensión (metros)	1950	3980	4780	1810	3280	3580
	Factor de rotura	66	49	47	63	52	45
15	Doblez (Köhler-Molin carga de 800 gm)	4	10	8	2	6	7
	Brillo, Escandinavo	28,4	29,1	28,8	26,5	27,6	27,1
	Opacidad, Escandinavo (60 gramos por metro cuadrado)	96,3	98,0	97,3	98,2	98,0	97,7

20

- 1 - Antes de la refinación
- 2 - Después de que la pasta se refinó a una relación de disco de 0,10 mm. (Ej. 4, 8), de 0,15 mm (Ej. 5, 9,10) ó de 0,20mm. (Ej. 6, 7).
- 3 - Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,01 mm. (Ejemplos 4, 5, 8, 9, 10) ó de 0,05 mm. (Ejemplos 6, 7)

25

3.6.72

403377



## CUADRO VII (continuación)

## Propiedades del Papel

		Ejemplo 6			Ejemplo 7		
		a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>	a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>
5	Soltura normal Canadiense (mililitros)	350	260	110	380	230	110
	Peso de la hoja (gm. por metro <sup>2</sup> )	101,3	99,5	106,9	108	93,1	97,6
	Grueso (milímetros)	0,174	0,135	0,141	0,171	0,135	0,131
	Volumen (cm <sup>3</sup> /gramo)	1,72	1,36	1,32	1,58	1,45	1,34
10	Resistencia al revesntamiento (kg/cm <sup>2</sup> )	2,9	4,3	4,6	3,4	3,7	4,3
	Factor de reventamiento	28,4	43,0	43,4	31,3	39,3	44,3
	Rotura a la tensión (metros)	4920	6600	6750	5180	6130	6790
	Factor de Rotura	68	51	48	65	57	52
15	Doblez (Köhler-Molin carga de 800 gm)	120	150	565	190	125	320
	Brillo, Escandinavo	30,2	37,3	28,0	32,7	33,8	32,0
	Opacidad, Escandinavo (60 gramos por metro cuadrado)	86,1	84,8	87,7	84,7	83,7	81,6
20	1 - Antes de la refinación						
	2 - Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,10 milímetros (Ej. 4, 8), de 0,15 mm (Ej. 5, 9, 10), de 0,20 mm. (Ej. 6, 7).						
	3 - Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,01 mm (Ejemplos 4, 5, 8, 9, 10) ó de 0,05 mm (Ejemplos 6, 7)						

25  
3.6.72

403377



CUADRO VII (Continuación)

		Ejemplo 8			Ejemplo 9		
		a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>	a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>
5	Soltura Normal Canadiense (mililitros)	580	290	170	430	250	170
	Peso de la hoja (gm. por metro cuadrado)	103,0	106,6	107,5	103,4	95,4	97,0
	Grueso (milímetros)	0,228	0,195	0,192	0,150	0,125	0,126
	Volumen (cm <sup>3</sup> /gramo)	2,21	1,83	1,79	1,45	1,31	1,30
10	Resistencia al reventamiento (kg/cm <sup>2</sup> )	1,2	1,9	1,8	3,9	4,0	4,3
	Factor de reventamiento	11,9	17,2	16,9	37,3	42,1	44,5
	Rotura a la tensión (metros)	2440	3440	3500	5370	6350	7020
	Factor de Rotura	65	53	49	58	48	46
15	Doblez (Köhler-Molin carga de 800 gm.)	6	8	7	110	290	265
	Brillo, Escandinavo	22,5	21,6	20,6	35,7	36,8	36,1
	Opacidad, Escandinavo (60 gramos por metro cuadrado)	97,9	98,1	98,4	84,4	83,6	85,4

20

- 1- Antes de la refinación  
 2- Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,10 milímetros (Ejemplos 4, 8), de 0,15 milímetros (Ejemplos 5, 9, 10) de 0,20 milímetros (Ejemplos 6, 7)  
 3- Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,01 milímetros (Ejemplos 4, 5, 8, 9, 10) ó de 0,05 milímetros (Ejemplos 6, 7).

25  
 3.6.72

403377



CUADRO VII (continuación)

Propiedades del Papel

		Ejemplo 10		
		a <sup>1</sup>	b <sup>2</sup>	c <sup>3</sup>
5	Soltura normal Canadiense (mililitros)	450	215	180
	Peso de la hoja (gramos por metro cuadrado)	105,0	97,3	106,6
	Grueso (milímetros)	0,145	0,126	0,134
	Volúmen (centímetros cúbicos por gramo)	1,38	1,29	1,26
10	Resistencia al reventamiento (kilogramos por centímetro cuadrado)	4,1	4,2	4,3
	Factor de reventamiento	39,0	43,5	40,2
	Rotura a la tensión (metros)	5910	6360	5925
	Factor de Rotura	55	48	52
15	Doblez (Köhler-Molin carga de 800 gm)	130	160	245
	Brillo, Escandinavo	38,0	37,5	37,0
	Opacidad, Escandinavo (60 gramos por metro cuadrado)	86,0	84,6	84,6
20	1 - Antes de la refinación			
	2 - Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,10 milímetros (Ejemplos 4, 8), de 0,15 milímetros (Ejemplos 5, 9, 10) de 0,20 milímetros (Ejemplos 6, 7).			
	3 - Después de que la pasta se refinó a una graduación de disco de 0,01 milímetros (Ejemplos 4, 5, 8, 9, 10) ó de 0,05 milímetros (Ejemplos 6, 7).			

25  
3.6.72

403377



Los trazos gráficos de los datos mostrados en el Cuadro VII, indican que las muestras de papel tienen propiedades representativas mostradas en el siguiente Cuadro VIII que se comparan a niveles equivalentes de Soltura Normal Canadiense.

CUADRO VIII

Comparación a Soltura Normal Canadiense Equivalente (SNC)".

	Ejemplo No.							
	4	5	6	7	8	9	10	
A SNC de 350 mililitros								
Factor de Reventamiento	14,5	13,2	31,0	33,6	16,0	39,0	41,0	
Rotura a la tensión	3350	2875	5250	5400	3200	5850	6100	
Factor de Rotura	54	57,5	64	63,8	53	55	41,9	
A SNC de 250 mililitros								
Factor de reventamiento	17,0	15,2	38,0	38,1	17,5	42,0	42,6	
Rotura a la tensión	4000	3300	6050	6000	3400	6400	6290	
Factor de Rotura	50	52,7	56	58,7	49	52	49	

Como puede verse de las pruebas anteriores, se obtuvieron los mayores rendimientos de la pasta cuando se usaron las proporciones más bajas, las substancias químicas alcalinas en total cargadas en el procedimiento, dando por resultado un pH prácticamente neutro de 6,2 a 6,8 al final

25  
3.6.72

403377



5 del período de cocción (Ejemplos 4, 5 y 8). Los rendimien-  
tos fueron prácticamente iguales, y el número Kappa de las  
pastas fueron prácticamente iguales a estas proporciones  
más bajas de substancias químicas alcalinas con respecto  
al bagazo, independientemente de si el material de aliment-  
tación lignocelulósico se había prehidrolizado (Ejemplos  
4 y 5), o no se había prehidrolizado (Ejemplo 8). El factor  
de reventamiento, el intervalo de tiempo de rotura a la ten-  
sión y el factor de rotura de los papeles preparados a par-  
tir de estas pruebas, en estos tres ejemplos eran, con pe-  
queñas excepciones, considerablemente más insatisfactorios  
10 que en los otros cuatro Ejemplos (es decir, los Ejemplos  
6, 7, 9 y 10.).

15 Como puede verse de los Ejemplos 9 y 10, cuan-  
do se usó una proporción más elevada de las substancias quí-  
micas alcalinas totales sin prehidrólisis, el pH final, al  
terminar la cocción fue considerablemente más elevado (es  
decir de 9,7). Los rendimientos son todavía mayores del 70  
por ciento (en comparación con 55 por ciento más o menos  
20 en la práctica actual en la industria, usando solamente NaOH  
para la composición) y hubo una disminución notable en el  
número Kappa hasta la escala de 20 a 25 (indicando una ma-  
yor facilidad en la refinación). Como se indica en el Cua-  
dro VIII, los papeles de la muestra fabricados de las pas-  
tas preparadas en estas pruebas, tienen propiedades totales  
25

3.6.72

403377



excelentes.

Los Ejemplos 6 y 7 demuestran la deseabilidad de combinar la prehidrólisis con proporciones más elevadas de las sustancias químicas alcalinas. Comparando estos dos ejemplos con los Ejemplos 9 y 10, se verá que la prehidrólisis proporcionó un aumento incremental de aproximadamente 8 por ciento en el rendimiento de la pasta, mientras que representa todavía un número Kappa significativamente más bajo (en comparación con los Ejemplos 4, 5 y 8). Como se indica nuevamente mediante el Cuadro VIII, las propiedades físicas totales de los papeles preparados a partir de las pastas de los Ejemplos 6 y 7, son de muy buenas a excelentes.

De los Ejemplos 4 y 10 se llega a la conclusión de que el procedimiento de esta invención se lleva a cabo deseablemente con un paso de prehidrólisis con cantidades suficientes de sustancias químicas alcalinas (de aproximadamente 8 a 12 por ciento en peso), v.gr., de 9 a 11 por ciento en peso de  $\text{Na}_2\text{O}$  en total, basándose en el peso seco de la alimentación de fibra (para proporcionar un pH de la pasta, mayor de aproximadamente 9,) al final de la cocción si es que se desea, para obtener la combinación total óptima de rendimiento y propiedades del papel. Las propiedades óptimas, con un rendimiento algo reducido, pero todavía muy bueno, se obtienen con proporciones semejantes, de substan-

3,6.72

403377



cias químicas totales, pero sin un paso de prehidrólisis.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 1 de Junio de 1971, bajo el Nº 149.000, 24 de Enero de 1972 Nº 220.390 y 21 de Marzo de 1972 Nº 236.589 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

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:

1. Método para la producción de pasta celulósica de brillo aumentado a partir de un material lignocelulósico por ejemplo, bagazo de la caña de azúcar, exento de meollo, a un rendimiento de pasta aumentado que comprende digerir el material con una solución acuosa que incluye un hidróxido de metal alcalino por ejemplo en la cantidad de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 4,5 por ciento en peso, caracterizado en que la solución tiene un pH de aproximadamente 8,5 a aproximadamente 11,5, de preferencia aproximadamente 10,0 y que consiste esencialmente de agua, de -

*mte*

403377



aproximadamente 6 a aproximadamente 7 por ciento en peso de bisulfito de metal alcalino, de aproximadamente 1 a aproximadamente 1,5 por ciento en peso de carbonato de metal alcalino y el hidróxido de metal alcalino, expresándose los porcentajes en peso como el óxido de metal alcalino correspondiente, y el metal alcalino siendo de preferencia sodio.

5  
2. El método de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado en que las sustancias químicas de digestión de metal alcalino totales en la solución de digestión que se expresan como óxido de metal alcalino y constituyen de aproximadamente 8 a aproximadamente 12 por ciento en peso del peso en seco del material lignocelulósico que va a digerirse.

10  
15  
3. El método de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado en que la digestión se lleva a cabo a presiones manométricas de vapor de aproximadamente 7 a aproximadamente 8,8 kilogramos por centímetro cuadrado durante un período de aproximadamente 15 a aproximadamente 20 50 minutos.

25  
3.6.72  
4. El método de conformidad con cualesquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que el material lignocelulósico, se prehidroliza antes de la digestión a un pH de aproximadamente 4,0 a 5,8, de preferencia de 4,5 a 5,5 en presencia de aproximadamente 70 a aproximadamente

ME

100 por ciento en peso de humedad, basándose en el peso seco del material y bajo presiones de vapor autógenas a temperaturas dentro de la escala de aproximadamente 160° C., a 188° C., después de que se lleva a cabo la digestión más o  
5 menos a la misma temperatura y a la misma presión de vapor.

5.- El método de conformidad con la reivindicación 4, en donde el material es bagazo de la caña de azúcar exenta de mollo, caracterizado en que la temperatura es de aproximadamente 160° C., el pH de la prehidrolización es de  
10 4,5 a 5,5, el pH de la solución de digestión a 9,0 a 10,5 y las duraciones de las operaciones prehidrólisis y de digestión cada una son de aproximadamente 5 a 10 minutos.

6.- Método para la producción de pasta celulósica de brillo aumentado.

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

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

Madrid, 19 12 1972

P.A.

Alberto de Lizasoain  
Per Ponce

MLC

MAL/8.12.72