

4 1 6 4 0 4



Int Cl³ D21C, 11/02

P.- 54.900

Bu/aa
OSMOSE

~~Int. Cl.² D21C~~

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

para solicitar P A T E N T E D E I N V E N C I O N por 20 años

A nombre de A K T I E S E L S K A B E T D E D A N S K E S U K K E R F A B R I K K E R

entidad danesa

con domicilio en L a n g e b r o g a d e 5 , D K - 1 0 0 1 , C o p e n h a g u e ,
Dinamarca.

por: "UN METODO PARA FRACCIONAR Y CONCENTRAR EN ETAPAS
MÚLTIPLES LIQUIDO RESIDUAL DE SULFITO"

(Clase Internacional D21c)

28-8-73

- 1 -

416404



Cuando virutas de madera u otros materia-
les vegetales que contienen celulosa son digeridos según
el método del sulfito o del bisulfito, se forma un lí-
quido residual que contiene los materiales solubles en
5 agua de la materia prima, y asciende cuantitativamente
a aproximadamente la mitad de la materia prima. La com-
posición del líquido residual del método del sulfito, o
lejías de sulfito, varía según la materia prima usada,
la base, la temperatura y el tiempo de digestión, y la
10 calidad de celulosa deseada.

Se han hecho numerosas sugerencias en cuan-
to al empleo del líquido residual de sulfito sacado de
la lejiadora, bien en un estado evaporado o seco, con o
sin su contenido de azúcar, que en muchos casos es ex-
15 traído por fermentación u oxidación.

Según un método de fraccionamiento del
líquido residual de sulfito, conocido por la Memoria
descriptiva de la patente de los EE.UU. Nº 2.838.483,
los ácidos lignosulfónicos son absorbidos sobre piel
20 curtida al cromo acidificada con agua de SO_2 , los com-
ponentes no deseables son eliminados por lavado con
agua, y los ácidos lignosulfónicos son puestos en li-
bertad luego con amoníaco. Una desventaja de este mé-
todo es que implica un gran consumo de productos quími-
25 cos, y no forma base para una elección selectiva de

416404



fracciones moleculares. Además, los ácidos lignosulfónicos se obtienen en una concentración de sólo aproximadamente el 7%, lo que da como resultado un gran coste en relación con la concentración y el secado. Además, se hace difícil cualquier empleo de los azúcares presentes en el líquido de filtración, parte a causa de su baja concentración, y en parte a causa de la contaminación con sales y trazas de cromo. Es también complicada y costosa la preparación de la piel o cuero finamente dividido.

La presente invención tiene por objeto proporcionar un método sencillo y económico de fraccionar líquido residual de sulfito, de modo que se dividen los componentes principales del líquido residual en lignosulfonato de alto peso molecular, lignosulfonato de bajo peso molecular, azúcar, sales y agua, de tal modo que cada fracción es obtenida en un estado adecuado para su uso posterior, en lo que se refiere a su concentración y composición. El líquido residual de sulfito usado como material de partida puede haber sido sometido también a una fermentación antes de su fraccionamiento.

Así pues, la invención se refiere a un método de fraccionamiento y concentración en múltiples etapas de líquido residual de sulfito, que previamente es desprovisto de SO_2 libre por arrastre con vapor, en-

416404



friado y filtrado para separar los residuos de fibras, por una combinación de ultrafiltración y ósmosis inversa, y dicho método se caracteriza porque

5 1) una cantidad medida de líquido residual de sulfito es ultrafiltrada por circulación forzada, de manera conocida per se, en determinadas condiciones de presión y temperatura, sobre membranas adaptadas al elevado peso molecular de la fracción retenida en la cara primaria de la membrana, fracción que, una vez conseguida una concentración óptima deseada, es lavada por suministro continuo de agua para extraer los componentes residuales de bajo peso molecular, y

10 2) el filtrado sobre la cara secundaria de la membrana es recogido para que sirva como materia prima para obtener fracciones que tienen un peso molecular inferior por ósmosis inversa, durante la circulación forzada indicada en 1), y por uso de membranas que muestran sucesivamente una porosidad más fina, después de lo cual las fracciones retenidas se someten, si se desea, a un lavado con agua como se ha indicado en 1). Así pues, el líquido residual es forzado a circular desde el depósito de líquido, por medio de una bomba, a través de membranas, y es devuelto de nuevo al depósito de líquido. En la cara de descarga de la membrana está dispuesto preferiblemente un regulador de presión. En la corriente cir-

15

20

25

416404



culante, es decir dentro del aparato, la presión de trabajo es de hasta aproximadamente 15 atmósferas.

En comparación con la Memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. Nº 2.838.483 antes citada, por el método de la presente invención se consiguen ventajas netas y considerables, obteniéndose un producto de mejor calidad, sin necesidad de suministrar productos químicos que impliquen problemas de descargas, y obteniéndose lignosulfonato en concentraciones considerablemente mayores, es decir de aproximadamente 25-30%, frente a aproximadamente 7% según la Memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. Nº 2.838.483. Para una cierta capacidad, hay también una necesidad considerablemente menor de inversión en equipo de producción.

El procedimiento según la invención puede efectuarse de modo continuo o discontinuo, y se explica más adelante con referencia a los dibujos esquemáticos anexos, que muestran un dispositivo para una realización discontinua de la invención. La Fig. 1 muestra una unidad de fraccionamiento, la fig. 2 muestra una batería para separar diversas fracciones, y la fig. 3 muestra los medios para lavar las fracciones retenidas.

Con referencia a la fig. 1, el líquido residual de sulfito fluye desde el depósito 1 de líquido, a través de la bomba 2 de alta presión y con alta velo-

416404



5 cidad, sobre las caras 3 de las membranas, con lo que se reduce la polarización concentradora de las membranas, y los componentes de bajo peso molecular y el agua atraviesan las membranas hasta su cara secundaria. Dicha cara secundaria se comunica con la atmósfera a través de la tubería 4 de descarga del filtrado o líquido de permeación. Esta tubería de descarga conduce al depósito 5 de filtrado, para su recogida para la siguiente operación de tratamiento.

10 La parte restante del líquido residual de sulfito es conducida de nuevo, a través de un agitador 6 y del regulador 7 de presión, al depósito de líquido. Esta fracción está enriquecida con componentes de alto peso molecular.

15 La recirculación de esta fracción se continúa hasta que la concentración ha aumentado tanto que la viscosidad y la presión osmótica del líquido son tales que la capacidad de filtración es demasiado baja. Esto tiene lugar cuando el líquido en recirculación
20 tiene una concentración de sólidos de 25-35%, que corresponde a aproximadamente 55-75% del contenido de sólidos en el líquido suministrado inicialmente.

25 Si se desea, esta fracción puede ser lavada con agua durante otra circulación a través del aparato, usando las mismas membranas durante un sumi-

416404



nistro continuo de agua. Los componentes residuales de bajo peso molecular serán separados entonces con el filtrado, y el producto obtenido es lignosulfonato de alto peso molecular puro. La pureza puede ajustarse según el tiempo de lavado.

El filtrado, así como el filtrado concentrado procedente de la operación de lavado, descargado a través de la tubería 4, puede ser concentrado a su vez y ser sometido a un fraccionamiento adicional a lignosulfonato de bajo peso molecular de la misma manera indicada anteriormente, pero usando membranas 3 más finas. La producción de lignosulfonatos de bajo peso molecular puros es efectuada de la misma manera que la descrita en relación con los componentes de alto peso molecular.

Cuando se han separado los lignosulfonatos de alto y bajo peso molecular, queda un líquido que contiene azúcares y sales de los componentes del líquido residual. Estos no pueden separarse por membranas, a causa de una diferencia demasiado pequeña en sus pesos moleculares, sino que tienen que ser separados químicamente, o por ejemplo, por fermentación previa.

En la fig. 2 se muestra una batería para efectuar un procedimiento continuo según la invención. Las diversas piezas o partes tienen los mismos símbolos

416404



de referencia que en la fig. 1, pero con un índice adicional. Así, las membranas 3 son de poro grueso, las membranas 3a tienen porosidad media, y las membranas 3c son de poro fino. Los depósitos de filtrado 5a y 5b, respectivamente, en sus respectivas etapas, corresponden al depósito 1 de líquido de la fig. 1.

En la fig. 3, 10 es un módulo de ultrafiltración u ósmosis inversa, 11 es un depósito de circulación, 12 una bomba de circulación, 13 una tubería colectora para descarga de líquido de permeación o de filtración, 14 es un regulador de presión, 15 es una válvula, controlada por nivel, para suministro de agua de lavado al concentrado, 16 es un flotador para el control de nivel, 17 es un mezclador termostático del agua de lavado para el concentrado, 18 un suministro de agua fría, 19 un suministro de agua caliente, 20 un suministro de líquido, filtrado y templado, 21 una descarga para concentrado lavado, 22 un aislamiento, 23 un suministro de agua de lavado a las membranas, 24 una descarga de agua de lavado de las membranas, y 25 y 26 son válvulas.

La cantidad de líquido que ha de ser fraccionada se introduce en el depósito 11, que está aislado por una tapadera y un aislamiento exterior. En este depósito de circulación está dispuesto un flotador 16 para control de nivel. El líquido sale del depósito 11

416404



a través de la bomba de circulación 12, y es introducido en el dispositivo o módulo 10 de ultrafiltración u ósmosis inversa en los niveles indicados por las flechas. El líquido que atraviesa la membrana que se indica por medio de líneas de trazos, fluye de nuevo, a través del regulador 14 de presión, al depósito 11 de circulación, mientras que el líquido de filtración o permeación es separado por medio de un agitador colector 13, para ser suministrado al depósito para la siguiente operación de fraccionamiento.

5

10

15

20

25

Cuando sale líquido de permeación de la unidad 10, baja el nivel en el depósito 11 de circulación. Cuando el nivel de este depósito alcanza la línea de trazos, la válvula 15 de nivel se abre para suministrar agua de lavado al concentrado. El agua de lavado suministrada es templada, constando parcialmente de agua caliente suministrada a través de la tubería 19, y parcialmente de agua fría suministrada a través de la tubería 18. En el mezclador termostático 17, el agua suministrada es templada hasta la temperatura deseada. Durante las operaciones de lavado, el nivel del depósito de circulación es controlado por el flotador 16, y se mantiene el nivel indicado por la línea de trazos. El concentrado ya lavado es sacado a través de la tubería 21, después de lo cual el depósito 11 se llena con una

416404



nueva carga de líquido de sulfito.

Para limpiar las membranas se suministra agua de lavado a través de la tubería 23, mientras son cerradas las válvulas 25 y 26. El agua de lavado atraviesa la circulación 23, 12, 10 y 14, y es descargada a través de la tubería 24.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención, y se hace referencia a la tabla de la página 21, que ilustra la distribución cuantitativa de sólidos del líquido en las diversas fracciones de los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 1

- 15 Líquido residual de sulfito usado: líquido de base Ca de la digestión de madera de pino con sulfito para pasta de papel.
- 20 Concentración de sólidos: 15,0%
Tratamiento previo: Desprovisto de SO₂ libre, enfriado hasta aproximadamente 20°C, y filtrado
- 25 Límite de separación de la membrana usada: Peso molecular de aproximadamente 20.000



17,55 kg del líquido residual de sulfito de Ca especificado, que contenían 2630 g de sólidos, se hicieron circular durante 35 minutos. Una vez completado el ensayo, había 2 fracciones diferentes, que mostraban las especificaciones siguientes:

5

I. Lignosulfonato de calcio de alto peso molecular concentrado, con lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar en concentración original, en cantidades muy pequeñas como lastre.

10

Cantidad: 7,55 kg; concentración 26,2% de sólidos

Cantidad de sólidos: 1980 g, que corresponden al 75,3% de los sólidos suministrados.

II. La cantidad dominante de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar, en concentración original.

15

Cantidad: 10,0 kg; concentración: 6,5% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 650 g, que corresponden al 24,7% de los sólidos suministrados.

Utilización de las dos fracciones:

20

Fracción I:

a) Concentración final por evaporación, y combustión para producción de vapor de agua.

b) Concentración final por evaporación, y pulverización para nodulización, dispersión.

25

c) Eliminación de lastre o residuo (componentes no de-

416404



seados) por lavado, para la producción de un ligno-sulfonato de Ca altamente refinado para dispersión más fina, precipitación en agua residual de mataderos de proteínas solubles en agua, etc.

5 Descrito en el Ejemplo 2.

Fracción II:

- 10 a) Materia prima adecuada para fermentación previa con apropiado ajuste de pH y precipitación precedente con CaO, lo que da como resultado la posibilidad de recuperar SO_3Ca , para ser devuelto a la preparación de ácido de digestión.
- b) Concentración por ósmosis inversa sobre la membrana de poro más fino, seguida de evaporación final, y combustión para la producción de vapor de agua.

15

EJEMPLO 2

Materia prima usada: Fracción I del ejemplo 1, es decir
20 lignosulfonato de Ca de alto peso molecular concentrado, con lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar en concentración original, en menores cantidades, como las-
25 tre.

416404



Límite de separación de

la membrana usada : peso molecular aproximadamente de
20.000

5 7,4 kg de dicha sustancia, con una concentración de 26,2% de sólidos, correspondiente a un contenido de sólidos de 1940 g, se lavaron en el aparato durante 65 minutos, como se ha descrito con relación con la fig. 3. Una vez completado el ensayo, había 2 fracciones distintas, que tenían la especificación siguiente:

10 I. Lignosulfonato de Ca de alto peso molecular concentrado, de alto grado de pureza, adecuado para las aplicaciones requeridas.

Cantidad: 5,25 kg; concentración, 23,9% de sólidos.

15 Cantidad de sólidos: 1255 g, que corresponden a 64,7% de los sólidos suministrados, es decir 48,7% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 1).

II. Filtrado que contiene una proporción menor de los 10 componentes moleculares del líquido en un estado diluido.

20 Cantidad: 32,65 kg; concentración 2,1% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 685 g, que corresponden a 35,3% de los sólidos suministrados, es decir el 26,6% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 1).

Utilización de las dos fracciones:

25 Fracción I:

28-8-73

416404



5 Concentración final por evaporación, y pulverización para plastificación por dispersión (agente reductor de agua) y precipitación de proteínas solubles en agua para la purificación de aguas residuales de mataderos, etc.

Fracción II:

10 Concentración por ósmosis inversa sobre la membrana de poro más fino, que retenía aproximadamente el 95% de sólidos, combinándose después con la fracción II del Ejemplo I para tratamiento posterior (Ejemplo 3).

EJEMPLO 3

15 Materia prima usada: Fracción II del Ejemplo 1, es decir aproximadamente la mitad de la cantidad de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar en concentración original.

Límite de separación

de la membrana usada: peso molecular de aproximadamente 50.

25 10,0 kg de dicha sustancia, que tenían una concentración de 6,5% de sólidos, correspondiente a un



contenido de sólidos de 650 g, se hicieron circular durante 43 minutos. Una vez completado el ensayo, había 2 fracciones diferentes, que tenían la siguiente especificación:

- 5 I. Una disolución concentrada de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar.
- Cantidad: 3,96 kg; concentración: 15,6% de sólidos.
- 10 Cantidad de sólidos: 618 g, que corresponden a 95,2% de los sólidos suministrados, es decir 23,5% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 1).
- II. Filtrado con cantidades muy pequeñas de los componentes de bajo peso molecular.
- Cantidad: 5,5 kg; concentración: 0,59% de sólidos.
- 15 Cantidad de sólidos: 32 g, que corresponden a 4,8% de los sólidos suministrados, es decir aproximadamente 1,2% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 1).

Utilización de las dos fracciones:

- 20 Fracción I:
- a) Concentración final por evaporación, y combustión para producción de vapor de agua.
- b) Materia prima para la producción de proteína de fermentación.
- 25 Fracción II:

416404



tración original, en cantidades pequeñas, como lastre.

Cantidad: 2,6 kg; concentración: 26,9% de sólidos.

5 Cantidad de sólidos: 700 g, que corresponden a 61,5% de los sólidos suministrados.

II. La cantidad dominante, de lignosulfonato de NH_4 de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, $\text{SO}_3(\text{NH}_4)_2$ y azúcar, en concentración original.

Cantidad: 7,3 kg; concentración: 6,03% de sólidos.

10 Cantidad de sólidos: 440 g, que corresponden a 38,5% de los sólidos suministrados.

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I:

- 15 a) Concentración final por evaporación, y combustión para producción de vapor de agua.
- b) Concentración final por evaporación, y pulverización para nodulización, dispersión.
- 20 c) Separación de componentes de bajo peso molecular por lavado para la producción de lignosulfonato de NH_4 de alto peso molecular puro, como se ha descrito anteriormente.

Fracción II:

- 25 a) Materia prima adecuada para fermentación previa, que contiene amoníaco, que sirve como material nutricio del fermento en un proceso adecuado de fermentación

416404



previa.

- b) Concentración por ósmosis inversa sobre la membrana de poro más fino, y a continuación evaporación final y combustión para producción de vapor de agua.

5

EJEMPLO 5

Materia prima usada : Fracción I del Ejemplo 4, es decir lignosulfonato de amonio de alto peso molecular concentrado, con lignosulfonato de amonio de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, $\text{SO}_3(\text{NH}_4)_2$ y azúcar en concentración original, en cantidades pequeñas, como lastre.

10

15

Límite de separación

de la membrana usada: Peso molecular de aproximadamente 20.000

2,6 kg de dicha sustancia, con concentración de 26,9% de sólidos, que corresponde a un contenido de sólidos de 700 g, fueron lavados durante 24 minutos. Una vez completado el ensayo, había 2 fracciones diferentes, que tenían las especificaciones siguientes:

20

25

- I. Lignosulfonato de amonio de alto peso molecular concentrado, de alta pureza.



Cantidad: 2,8 kg; concentración 17,3% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 485 g, correspondientes a 67,9% de los sólidos suministrados, es decir el 42,6% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 4).

- 5 II. Filtrado que contenía una porción pequeña de los componentes de bajo peso molecular del líquido residual en estado diluido.

Cantidad: 15,2 kg; concentración: 1,42% de sólidos.

- 10 Cantidad de sólidos: 215 g, que corresponden a 32,1% de los sólidos suministrados, es decir, el 18,9% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 4)

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I:

- 15 Directamente, o a través de la conversión con una base en sales metálicas de ácido lignosulfónico, con concentración final y pulverización para dispersión, plastificación o precipitación de proteínas solubles en agua a partir de las aguas residuales de mataderos o similares. Usando una base fuerte se alcanza
- 20 la posibilidad de recuperar amoníaco, que es separado por calentamiento.

Fracción II:

- 25 Concentración por ósmosis inversa sobre la membrana de poro más fino, que retiene aproximadamente el 95% de los sólidos, con la subsiguiente reunión con la

416404



fracción II del Ejemplo 4, para tratamiento posterior.

EJEMPLO 6

5

Materia prima usada : Fracción II del Ejemplo 4, es decir la fracción principal del lignosulfonato de NH_4 de bajo peso molecular, ácidos orgánicos,
10 $\text{SO}_3(\text{NH}_4)_2$ y azúcar, en concentración original.

Límite de separación

de la membrana : Peso molecular de aproximadamente
50.

15

7,3 kg de dicha sustancia, con una concentración de 6,03% de sólidos, que corresponde a 440 g de sólidos, se hicieron recircular durante 50 minutos. Una vez completado el ensayo, había dos fracciones diferentes, que tenían las siguientes especificaciones:

20

I. Una disolución concentrada de lignosulfonato de NH_4 de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, $\text{SO}_3(\text{NH}_4)_2$, y azúcar.

Cantidad: 2,58 kg; concentración: 16,3% de sólidos

Cantidad de sólidos: 420 g, que corresponden a 95,5%

25

de los sólidos suministrados, es decir el 36,8% de



los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 4).

- II. Filtrado (Fracción II, Ejemplo 4) con cantidades muy pequeñas de los componentes de bajo peso molecular. Cantidad: 4,72 kg; concentración: 0,42% de sólidos. Cantidad de sólidos: 20 g que corresponden al 4,5% de los sólidos suministrados, es decir, aproximadamente el 1,7% de los sólidos suministrados originalmente.

Utilización de las dos fracciones:

10 Fracción I:

- a) Concentración final por evaporación, y combustión para producción de vapor de agua.
- b) Materia prima para la producción de proteína de fermentación.

15 Fracción II:

Para desecho o nueva utilización.

EJEMPLO 7

- 20 Líquido residual de sulfito usado : Líquido de base Mg para la digestión de pino con sulfito.
- Concentración de sólidos : 11,2%
- 25 Tratamiento previo : Desprovisto de SO₂ libre por arras

416404



tre con vapor, enfriado a aproximadamente 20°C, y separadas las fibras por filtración.

Límite de separación

5 de la membrana usada : Peso molecular de aproximadamente 20.000

18,3 kg del líquido residual de sulfito de Mg especificado, que contenían 2050 g de sólidos, se hicieron recircular durante 55 minutos. Una vez completado el ensayo, había 2 fracciones diferentes que tenían las siguientes especificaciones:

15 I. Un lignosulfonato de Mg de alto peso molecular concentrado, con lignosulfonato de Mg de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Mg y azúcar, en concentración original también.

Cantidad: 4,6 kg; concentración: 30,4% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 1400 g, que corresponden a 63,4% de los sólidos suministrados.

20 II. La cantidad dominante, de lignosulfonato de Mg de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Mg , y azúcar en concentración original.

Cantidad: 13,7 kg; concentración: 4,75% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 650 g, que corresponden a 31,6% de los sólidos suministrados.

25 Utilización de las dos fracciones:

416404



Fracción I:

- a) Concentración final por evaporación y combustión para recuperar la base.
- b) Separación de los componentes de bajo peso molecular por lavado, para la producción de un lignosulfonato de Mg de alto peso molecular más o menos puro, para dispersión o como agente aglutinante para objetos especiales.

Fracción II:

- a) Concentración por ósmosis inversa sobre la membrana de poro más fino, con concentración final subsiguiente por evaporación, y combustión para recuperación de la base (Ejemplo 8).
- b) Fermentación previa del contenido de azúcar.

EJEMPLO 8

Materia prima usada : Fracción II del Ejemplo 7, un filtrado que contenía la cantidad dominante de lignosulfonato de Mg de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Mg y azúcar en concentración original.

Límite de separación

de la membrana usada : Peso molecular de aproximadamente 50

416404



13,6 kg de dicha sustancia, que contenían 645 g de sólidos en una concentración de 4,75%, se hicieron recircular durante 40 minutos. Una vez terminado el ensayo, había dos fracciones diferentes, que tenían las especificaciones siguientes:

I. Una disolución concentrada de lignosulfonato de Mg de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Mg , y azúcar.

Cantidad: 3,34 kg; concentración: 17,6% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 587 g, que corresponde a 91,2% de los sólidos suministrados, es decir el 28,9% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 7).

II. Filtrado (Ejemplo 7, fracción II) con cantidades muy pequeñas de componentes de bajo peso molecular.

Cantidad: 9,9 kg; concentración: 0,59% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 58 g, que corresponden al 8,5% de los sólidos suministrados, es decir, aproximadamente el 2,7% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 7).

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I: Concentración final por evaporación, y combustión para recuperación de la base.

Fracción II: Para desecho o re-utilización.

EJEMPLO 9

416404



- Líquido residual de sulfito usado : Líquido de base Ca de la digestión de abedul con sulfito para pasta de papel.
- 5 Concentración de sólidos : 13,5%
- Tratamiento previo : Desprovisto de SO_2 libre por arrastre con vapor, enfriado hasta 25°C , y separación de fibras por filtración.
- 10 Límite de separación de la membrana usada : Peso molecular de aproximadamente 20.000.
- 15 15,0 kg del líquido residual de sulfito de Ca especificado, que contenían 2025 g de sólidos, se hicieron recircular durante 40 minutos. Después de terminado el ensayo, había dos fracciones diferentes, que tenían las especificaciones siguientes:
- 20 I. Un lignosulfonato de Ca de abedul de alto peso molecular concentrado, con lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca , y también azúcar.
- 25 Cantidad: 4,5 kg; concentración: 25,1% de sólidos.
Cantidad de sólidos: 1130 g, que corresponden a 55,8% de los sólidos suministrados.

416404



II. La cantidad dominante de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar, en concentración original.

Cantidad: 10,5 kg; concentración: 8,52% de sólidos.

5 Cantidad de sólidos: 895 g, que corresponden a 44,2% de los sólidos suministrados.

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I:

10 a) Lavado con agua sobre la misma membrana para la producción de lignosulfonato de Ca de alto peso molecular puro de abedul, para la precipitación de proteínas en aguas residuales. Inadecuado como agente dispersante.

15 b) Concentración final por evaporación, y combustión para la producción de vapor de agua.

Fracción II:

a) Materia prima para la producción de proteína de fermentación.

b) Materia prima para la producción de pentosa (xilosa).

20 c) Concentración sobre una membrana más fina, con subsiguientes evaporación y combustión para la producción de vapor de agua.

d) Materia prima para la producción de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular puro (Ejemplo 10).

25

416404



EJEMPLO 10

5 Materia prima usada : Fracción II del Ejemplo 9, es decir la cantidad dominante de lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular, ácidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar, en concentración original.

10 Límite de separación de la membrana usada : Peso molecular de aproximadamente 1000.

15 10,4 kg de dicha sustancia, con una concentración de 8,52% de sólidos, que corresponden a un contenido de sólidos de 885 g, se hicieron recircular durante 15 minutos. Una vez completado el ensayo, había dos fracciones diferentes que tenían las especificaciones siguientes:

20 I. Lignosulfonato de Ca de bajo peso molecular concentrado, con una cantidad de ácidos orgánicos, SO_3Ca , y azúcar, en concentración original.

Cantidad: 3,5 kg; concentración: 15,6% de sólidos.
Cantidad de sólidos: 545 g, que corresponden a 61,6% de los sólidos suministrados, es decir el 27,1% de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 9).

25 II. La cantidad principal de ácidos orgánicos, SO_3Ca , y

416404



azúcar en concentraciones originales.

Cantidad: 6,9 kg; concentración: 4,9% de sólidos.

Cantidad de sólidos: 340 g, que corresponde a 38,4%
de los sólidos suministrados, es decir el 16,9% de

5 los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo 9).

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I:

a) Lavado con agua para la producción de lignosulfona-
to de Ca de bajo peso molecular puro, para la preci-
10 pitación de proteínas. El filtrado del proceso de
lavado es concentrado por ósmosis inversa y reunido
con la fracción II del Ejemplo 10.

Fracción II:

a) Materia prima para la producción de proteína de fer-
15 mentación (tórula).
b) Materia prima para la producción de pentosa (d-xilo-
sa)

EJEMPLO 11

20

Materia prima usada : Fracción II del Ejemplo 10, es de
cir la cantidad principal de áci-
dos orgánicos, SO_3Ca y azúcar, en
concentración original.

25 Límite de separación



de la membrana usada : Peso molecular de aproximadamente
50.

5 6,9 kg de dicha sustancia, que tenía una
concentración de 4,9% de sólidos, que corresponde a un
contenido de sólidos de 340 g, se recircularon durante
65 minutos. Una vez completado el ensayo, había dos frac-
ciones diferentes que tenían las especificaciones si-
guientes:

I. Acidos orgánicos, SO_3Ca y azúcar concentrado.

10 Cantidad: 3,2 kg; concentración: 10,4% de sólidos.
Cantidad de sólidos: 332,6 g, que corresponden a
97,8% de los sólidos suministrados, es decir el 16,6%
de los sólidos suministrados originalmente (Ejemplo
9).

15 II. Filtrado que contenía proporciones muy pequeñas de
los componentes de bajo peso molecular del líquido.

Utilización de las dos fracciones:

Fracción I: Materia prima para la producción de pentosa
(xilosa).

20 Fracción II: Para desecho o nueva utilización.

Los resultados se muestran en la tabla si-
guiente.

25

416404

416404

Fraccionamiento de diversos líquidos residuales de sulfito
 Examen de la distribución de sólidos entre las diferentes
 fracciones y concentraciones en éstas

Líquido resi- dual	Límite de se- paración de la membrana	Disolución entrante				I. Concentrado				II Filtrado			
		Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos % de los suministrados originales	Sólidos gramos	Sólidos % de los suministrados originales	Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos % conc.	Sólidos gramos	
1. Ca-pino	P.M. 20.000	15,0	2630	26,2	1980	75,3	75,3	6,5	650				
2. Idem 1./I.	P.M. 20.000	26,2	1940	23,9	1255	64,7	48,7	2,1	685				
3. Idem 1./II.	P.M. 50	6,5	650	15,6	618	95,2	23,5	0,59	32				
4. NH ₄ -pino	P.M. 20.000	11,5	1140	26,9	700	61,5	61,5	6,03	440				
5. Idem 4./I.	P.M. 20.000	26,9	700	17,3	485	67,9	42,6	1,42	215				
6. Idem 4./II.	P.M. 50	6,03	440	16,3	420	95,5	36,8	0,42	20				
7. Mg-pino	P.M. 20.000	11,2	2050	30,4	1400	68,4	68,4	4,75	650				
8. Idem 7./II	P.M. 50	4,75	645	17,6	587	91,2	28,9	0,59	58				
9. Ca-ebedul	P.M. 20.000	13,5	2025	25,1	1130	55,8	55,8	8,52	895				
10. Idem 9./II	P.M. 1.000	8,52	885	15,6	545	61,6	27,1	4,9	340				
11. Idem. 10/II	P.M. 50	4,9	340	10,4	333	97,8	16,6	0,2	7,4				



416404

416404

Fraccionamiento de diversos líquidos residuales de sulfito
Examen de la distribución de sólidos entre las diferentes
fracciones y concentraciones en éstas

I. Concentrado				II. Filtrado			
Sólidos % conc.	Sólidos gramos	% de los suministrados	Sólidos: % de los originales	Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos: % de los su- ministrados	Sólidos: % de los ori- ginales
26,2	1980	75,3	75,3	6,5	650	24,7	24,7
23,9	1255	64,7	48,7	2,1	685	35,3	26,6
15,6	618	95,2	23,5	0,59	32	4,8	1,2
26,9	700	61,5	61,5	6,03	440	38,5	38,5
17,3	485	67,9	42,6	1,42	215	32,1	18,9
16,3	420	95,5	36,8	0,42	20	4,5	1,7
30,4	1400	68,4	68,4	4,75	650	31,6	31,6
17,6	587	91,2	28,9	0,59	58	8,8	2,7
25,1	1130	55,8	55,8	8,52	895	44,2	44,2
15,6	545	61,6	27,1	4,9	340	38,4	16,9
10,4	333	97,8	16,6	0,2	7,4	2,2	0,36

416404

Fraccionamiento

Examen de la dis
fracciones y con

	Líquido resi- dual	Límite de se- paración de la membrana	Disolución entrante		
			Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos % conc.
5	1. Ca-pino	P.M. 20.000	15,0	2630	26,2
10	2. Idem 1./I.	P.M. 20.000	26,2	1940	23,9
	3. Idem 1./II.	P.M. 50	6,5	650	15,6
	4. NH ₄ -pino	P.M. 20.000	11,5	1140	26,9
15	5. Idem 4./I.	P.M. 20.000	26,9	700	17,3
	6. Idem 4./II.	P.M. 50	6,03	440	16,3
	7. Mg-pino	P.M. 20.000	11,2	2050	30,4
	8. Idem 7./II	P.M. 50	4,75	645	17,6
20	9. Ca-abadul	P.M. 20.000	13,5	2025	25,1
	10. Idem 9./II	P.M. 1.000	8,52	885	15,6
	11. Idem.10/II	P.M. 50	4,9	340	10,4

25

28-8-73

416404

Fraccionamiento de diversos líquidos residuales de sulfito
 Examen de la distribución de sólidos entre las diferentes
 fracciones y concentraciones en éstas

Entrante		I. Concentrado			
Sólidos gramos	Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos: % de los suministrados	Sólidos: % de los originales	Sólidos % conc.
2630	26,2	1980	75,3	75,3	6,5
1940	23,9	1255	64,7	48,7	2,1
650	15,6	618	95,2	23,5	0,59
1140	26,9	700	61,5	61,5	6,03
700	17,3	485	67,9	42,6	1,42
440	16,3	420	95,5	36,8	0,42
2050	30,4	1400	68,4	68,4	4,75
645	17,6	587	91,2	28,9	0,59
2025	25,1	1130	55,8	55,8	8,52
885	15,6	545	61,6	27,1	4,9
340	10,4	333	97,8	16,6	0,2

416404

416404

=7



idos residuales de sulfito

idos entre las diferentes

éstas

do		II Filtrado			
Sólidos:	Sólidos:	Sólidos	Sólidos	Sólidos: %	Sólidos: %
% de los	% de los	% conc.	gramos	de los su-	de los ori-
ministrados	originales			ministrados	ginales
75,3	75,3	6,5	650	24,7	24,7
64,7	48,7	2,1	685	35,3	26,6
95,2	23,5	0,59	32	4,8	1,2
61,5	61,5	6,03	440	38,5	38,5
67,9	42,6	1,42	215	32,1	18,9
95,5	36,8	0,42	20	4,5	1,7
68,4	68,4	4,75	650	31,6	31,6
91,2	28,9	0,59	58	8,8	2,7
55,8	55,8	8,52	895	44,2	44,2
61,6	27,1	4,9	340	38,4	16,9
97,8	16,6	0,2	7,4	2,2	0,36

416404



=7

II Filtrado

Sólidos % conc.	Sólidos gramos	Sólidos: % de los su- ministrados	Sólidos: % de los ori- ginales
6,5	650	24,7	24,7
2,1	685	35,3	26,6
0,59	32	4,8	1,2
6,03	440	38,5	38,5
1,42	215	32,1	18,9
0,42	20	4,5	1,7
4,75	650	31,6	31,6
0,59	58	8,8	2,7
8,52	895	44,2	44,2
4,9	340	38,4	16,9
0,2	7,4	2,2	0,36



416404

5

REIVINDICACIONES

10

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un método para fraccionar y concentrar en etapas múltiples líquido residual de sulfito, que previamente ha sido desprovisto de SO₂ libre por arrastre con vapor, enfriado y liberado de fibras por filtración, por medio de una combinación de ultrafiltración y ósmosis inversa, caracterizado por 1) someter una cantidad medida de líquido residual de sulfito a ultrafiltración por recirculación forzada de manera conocida per se, en determinadas condiciones de presión y temperatura, sobre membranas adaptadas al peso molecular superior de la fracción retenida sobre la cara primaria

25

28-8-73

- 31 -

416404



de la membrana, fracción que después de alcanzar una con-
centración óptima deseada es lavada por suministro conti-
nuo de agua para la separación de componentes residuales
de bajo peso molecular, y 2) recoger el filtrado descar-
5 gado sobre la cara secundaria de la membrana, para que
sirva como materia prima para la recuperación de fraccio-
nes que tienen bajo peso molecular, por ósmosis inversa
durante la recirculación forzada indicada en 1), y usan-
do membranas que tienen una porosidad sucesivamente más
10 fina, después de lo cual, si se desea, las fracciones re-
tenidas son sometidas a lavado con agua como se ha indi-
cado en 1).

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª,
caracterizado por efectuar el fraccionamiento a una pre-
15 sión de hasta 15 atmósferas sobre la cara primaria de la
membrana.

3ª.- Un método según la reivindicación 1ª,
caracterizado por suministrar al depósito de líquido el
filtrado obtenido del lavado, para la siguiente operación
20 del fraccionamiento.

4ª.- Un método para fraccionar y concen-
trar en etapas múltiples líquido residual de sulfito.

25

28-8-73

- 32 -

416404



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

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

Madrid, -7 SEP. 1973

P.A.

10

15

20

25

RMM
28-8-73

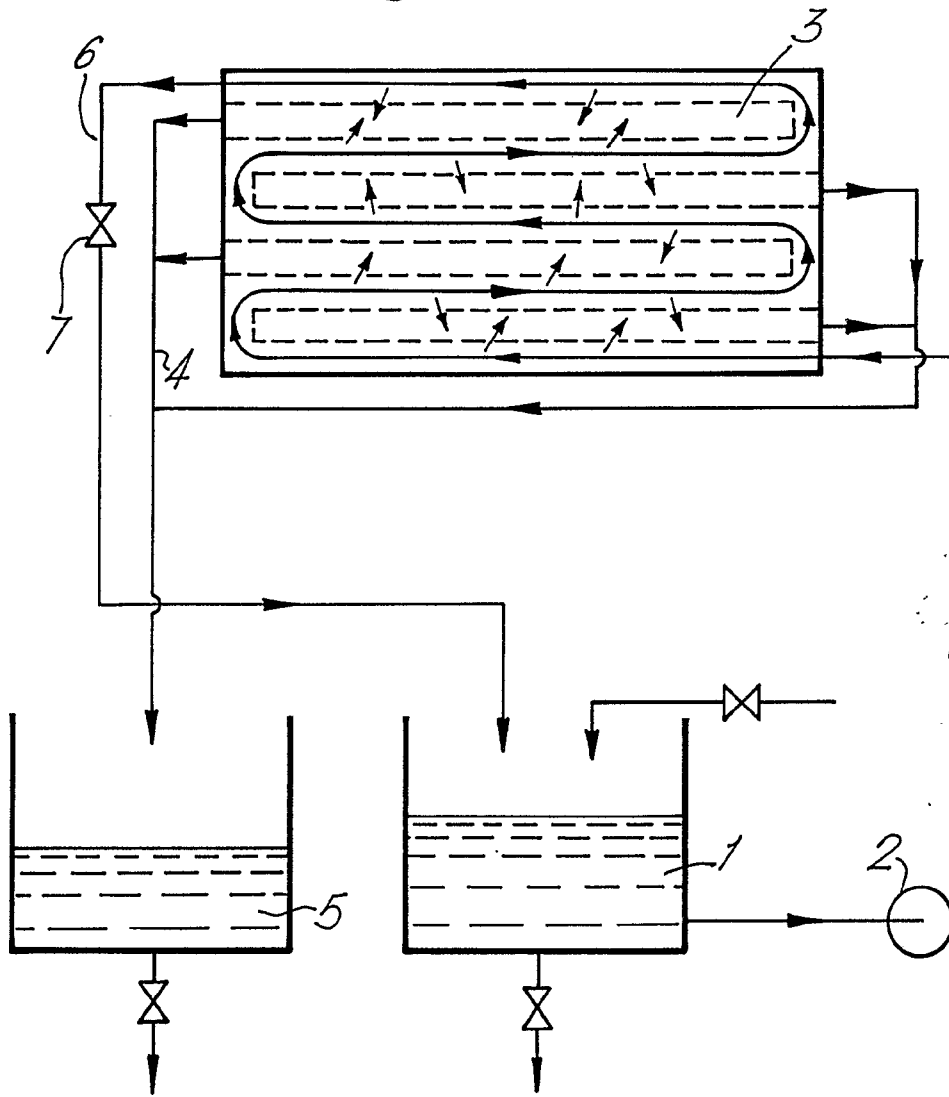
- 33 -

7-50900

416404



Fig. 1.



[Handwritten signature]



416404

416404

Fig. 2.

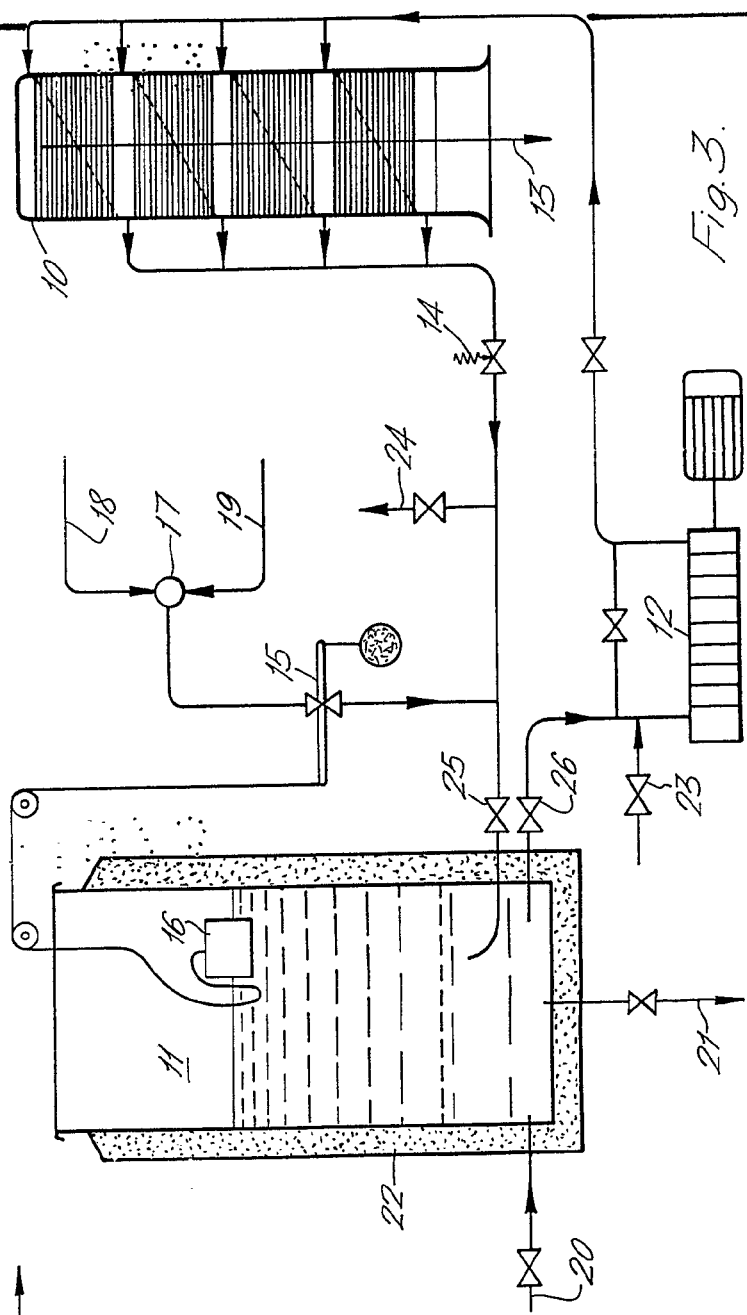
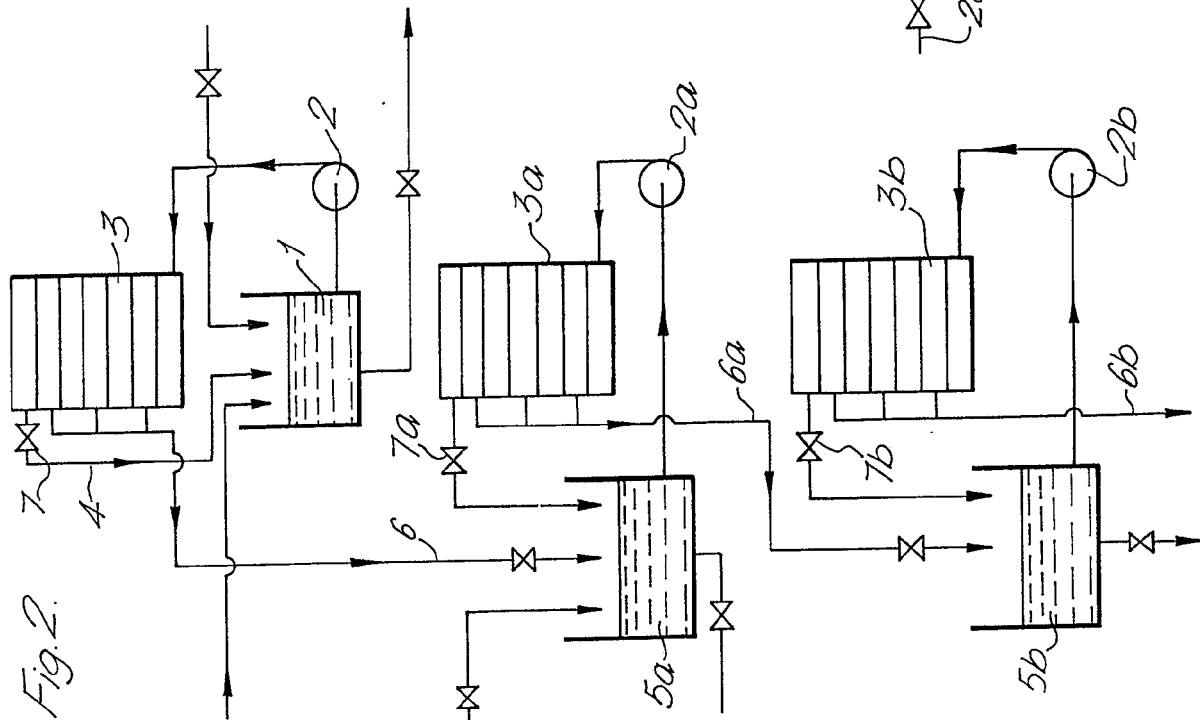
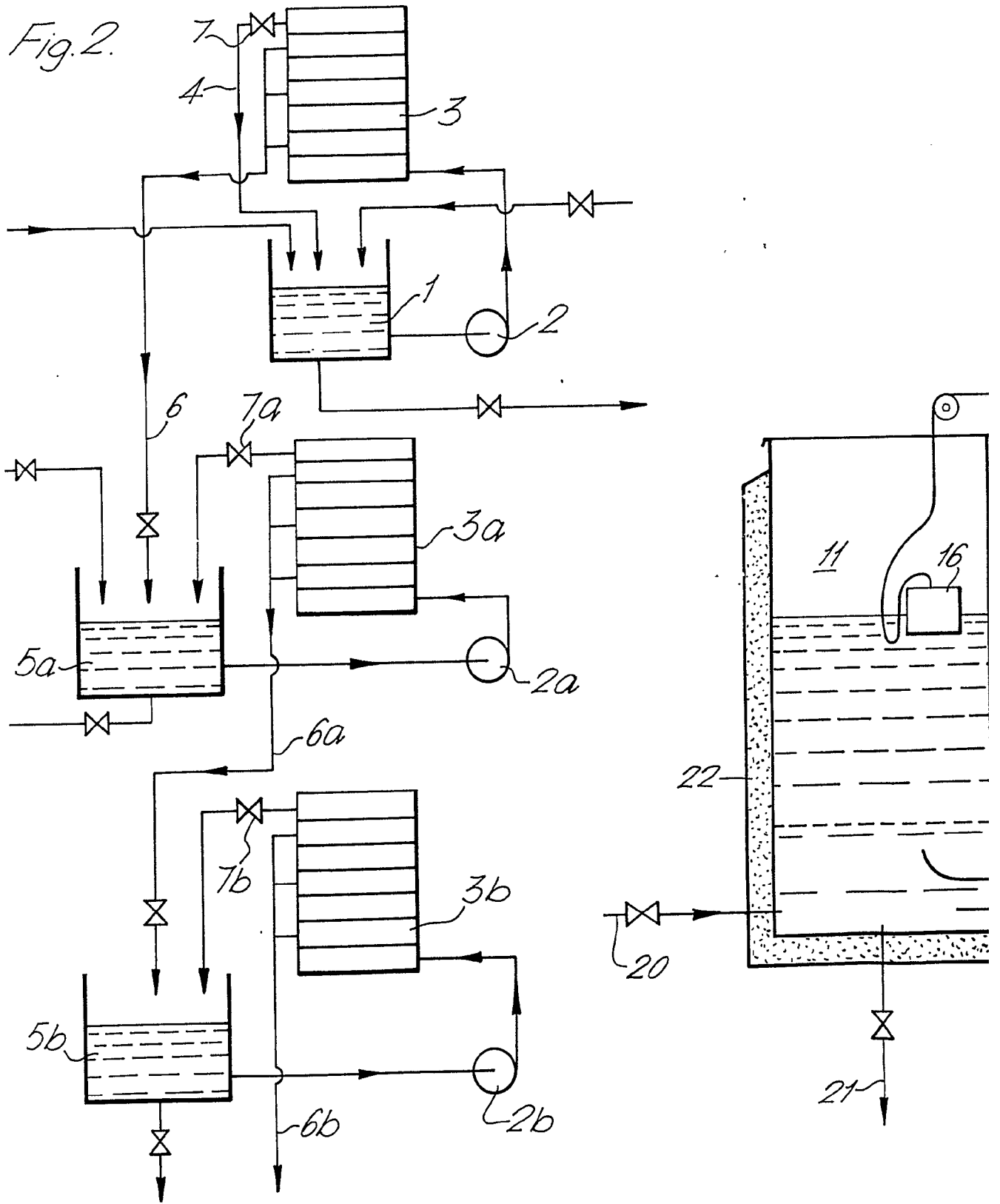


Fig. 3.

1116

416404

Fig. 2.



416404

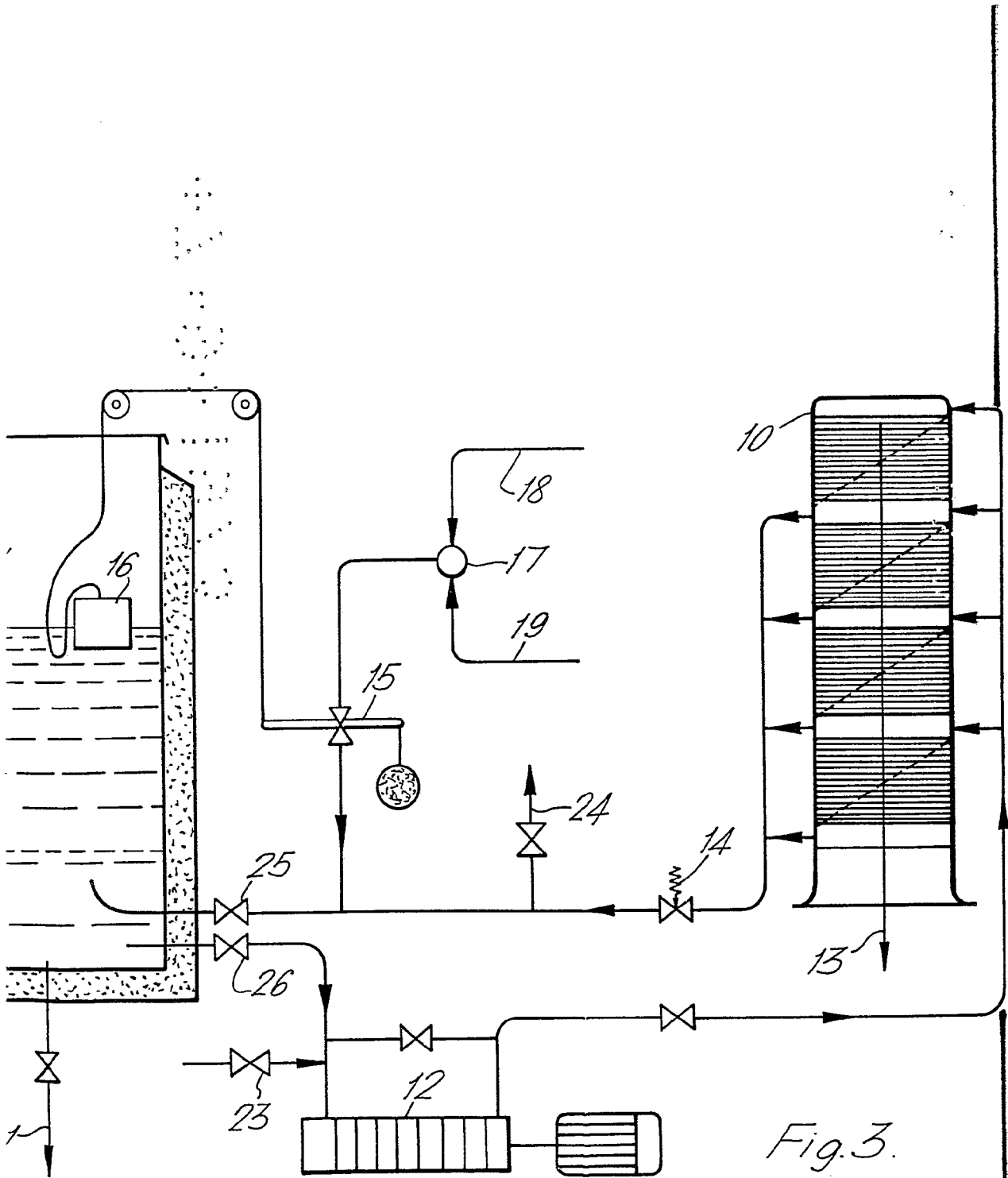


Fig. 3.

U U U