

6 FEB. 1978

ES

11	NUMERO	458434
21	FECHA DE PRESENTACION	
22		

A 1



CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	251.752		4 de mayo de 1976		Canadá.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C08H		

54	TITULO DE LA INVENCION
	Procedimiento para la deslignificación de material lignocelulósico.

71	SOLICITANTE (ES)
	CANADIAN INDUSTRIES LIMITED

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	630 Dorchester Blvd. West, Montreal, Province of Quebec, Canadá.

72	INVENTOR (ES)
	Andrew Edward YETHON.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. José Miguel Gómez-Acebo y Pombo.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para la deslignificación de material lignocelulósico, tal como pulpa de madera, bagazo y paja, empleando un tratamiento con dióxido de nitrógeno y oxígeno en secuencia.

5 Para muchas de las aplicaciones de materiales lignocelulósicos, se requiere un producto blanqueado. El blanqueo es básicamente un proceso de deslignificación. Normalmente, el material lignocelulósico tal como pulpa de madera al sulfato (kraft) se blanquea mediante tratamiento con cloro y com-
10 puestos que contienen cloro, tal como dióxido de cloro o hipoclorito. Una secuencia de blanqueo típica para pulpa de madera al sulfato consiste en cloración, extracción caústica, tratamiento con dióxido de cloro, extracción caústica y tratamiento con dióxido de cloro, abreviado del siguiente modo, C-E-D-E-D. Sin em-
15 bargo, el empleo de compuestos de cloro introduce dificultades en la manipulación del efluente del proceso de blanqueo. Los residuos que contienen cloro no pueden descargarse en masas de agua debido a su efecto adverso sobre los organismos acuáticos. Si el residuo que contiene cloro se recicla a través del sistema
20 de recuperación de licor negro del proceso al sulfato, se pueden producir daños en el evaporador y horno de recuperación. Además, se presenta una acumulación de cloruro sódico en el sistema de recuperación, disminuyendo la eficacia del horno. De este modo, constituye una ventaja el evitar el empleo de compuestos de clo-
25 ro en los procesos de blanqueo.

Ya es conocido sustituir el ingrediente cloro de una secuencia de blanqueo de pulpa por dióxido de nitrógeno, NO_2 . En un artículo de G.L. Clarke en Volumen 118 de Paper Trade Journal, febrero 24, 1944 en página 62 titulado "The Acción
30 of Nitrogen Dioxide on Unbleached Pulp, Parte I", se describe

una secuencia de blanqueo utilizando un primer tratamiento con dióxido de nitrógeno seguido por extracción caústica y tratamiento con hipoclorito. Esta secuencia de blanqueo tiene la desventaja de que causa una severa degradación de la pulpa, tal y como se indica por un valor de viscosidad mucho mas bajo en comparación con una secuencia de blanqueo análoga, de cloro, extracción caústica, hipoclorito. Cuando se aplica a pulpa de abeto del Canadá occidental, la anterior secuencia de blanqueo con dióxido de nitrógeno proporciona un producto blanqueado que tiene una viscosidad de 39 centipoises, mientras que con la secuencia de blanqueo con cloro análoga se consigue una viscosidad de 67 centipoises.

Se ha encontrado ahora que el material lignocelulósico se puede deslignificar para dar un producto de viscosidad aceptable, empleando dióxido de nitrógeno como primera etapa de una secuencia seguido por tratamiento con álcali y tratamiento con oxígeno bajo presión supraatmosférica, abreviado $\text{NO}_2\text{-O}$. La nueva secuencia parcial tiene una ventaja especial a la hora de combatir la contaminación. Es capaz de separar del 75 a 90% del residuo lignina de una pulpa Kraft convencional y, debido a la naturaleza libre de cloruros del efluente, este último se puede reciclar al horno de recuperación de productos químicos de empulpa en cantidades relacionadas con las eficacias de lavado después de la etapa de oxígeno.

De este modo, el objeto principal de la invención es proporcionar un proceso para deslignificar material lignocelulósico, en donde se reduce la carga de contaminación. Otros objetos serán evidentes a continuación.

El nuevo proceso para la deslignificación de material lignocelulósico comprende las etapas de:

(1) Tratar el material lignocelulósico en medio acuoso con dióxido de nitrógeno;

(2) Lavar con agua el material tratado con dióxido de nitrógeno;

5 (3) Tratar el material lavado en medio acuoso con material alcalino; y

(4) Tratar el material tratado con álcali con oxígeno o un gas que contiene oxígeno a presión supra-atmosférica.

10 En la primera etapa, el material lignocelulósico se trata en medio acuoso, a una consistencia del orden de 3 a 50%, preferiblemente 30 a 50% en peso. La temperatura empleada en la primera etapa oscila entre la ambiente y 120°C, con preferencia entre 70 y 90°C. La concentración de dióxido de nitrógeno empleada es de 0,5 a 10% en peso, con preferencia de 1,5 a 6% en peso. La primera etapa de tratamiento se efectúa durante un periodo de 5 a 60 minutos.

15 Después de la primera etapa de tratamiento con dióxido de nitrógeno, el material lignocelulósico se diluye con agua a una baja consistencia, por ejemplo 3%. En este punto, el pH de la pulpa acuosa lignocelulósica suele ser normalmente de 1 a 3. A continuación, el material lignocelulósico se lava totalmente con agua. La pulpa lignocelulósica se prensa entonces a una elevada consistencia, por ejemplo 35%.

25 A continuación, y en la tercera etapa del procedimiento, el material lignocelulósico se mezcla con 1 a 20% en peso de una base alcalina o alcalinaterrea. Preferiblemente, se añade también, en esta etapa, de 0,1 a 1% en peso de una sal de magnesio, tal como cloruro de magensio o sulfato de magnesio.

30 A continuación, y en la cuarta etapa del pro-

cedimiento, el material lignocelulósico, en suspensión acuosa, a una consistencia de 3 a 35% en peso, se trata en un reactor con oxígeno o un gas que contiene oxígeno, a una presión parcial de oxígeno de 2,1 a 14 kg/cm², a una temperatura del orden de 80 a 200°C, durante un periodo de 10 a 60 minutos. El material lignocelulósico se diluye entonces a una baja consistencia y se lava con agua.

La etapas anteriores pueden seguirse por las etapas de blanqueo convencionales tales como C-E-D ó D-E-D. Utilizando las secuencias de blanqueo NO₂-O-C-E-D ó NO₂-O-D-E-D, se pueden obtener propiedades finales de la pulpa equivalentes o mejores a las de una secuencia convencional C-E-D-E-D. Cuando se lleva a cabo esto las condiciones son las siguientes:

Tratamiento con cloro de la secuencia C-E-D. El material lignocelulósico en suspensión acuosa, a una consistencia de 2 a 35% en peso, se trata con 0,5 a 5% en peso de cloro. El tratamiento dura de 1 a 60 minutos a una temperatura de 15 a 60°C. El material se lava entonces con agua.

Primer tratamiento con dióxido de cloro de la secuencia D-E-D. El material lignocelulósico en suspensión acuosa, a una consistencia de 3 a 35% en peso, se trata con 0,5 a 1,5% en peso de dióxido de cloro y, opcionalmente, con suficiente agente tampon de una base o de otro material alcalino, para dar un pH de 4 aproximadamente al final del tratamiento con dióxido de cloro. El tratamiento dura de 60 a 300 minutos a una temperatura de 60 a 80°C. El material se lava entonces con agua.

Extracción cáustica (C-E-D ó D-E-D). El material lavado en suspensión acuosa, a 3-35% en peso de consistencia, se trata con 0,25 a 2% en peso de base durante 60-120 minutos, a 40-70°C. El material se lava luego con agua.

Tratamiento con dióxido de cloro (etapa final de C-E-D ò D-E-D.

El material lavado en suspensión acuosa y a una consistencia de 3 a 35% en peso, se trata con 0,1 a 1,5% en peso de dióxido de cloro durante 60-300 minutos, a 60-80°C. El material se lava luego con agua.

5

La base empleada en el presente procedimiento es normalmente hidróxido sódico. Sin embargo, se pueden utilizar otros materiales tales como hidróxido potásico, hidróxido cálcico, carbonato sódico o carbonato potásico.

10

La base empleada en la tercera etapa del presente procedimiento, antes del tratamiento con oxígeno, puede ser licor blanco procedente del sistema de recuperación alcalino de una planta de pulpación de madera.

15

En lugar de emplear agua fresca como medio de lavado, se puede utilizar "agua blanca" disponible en los molinos de pulpa.

20

El proceso de esta invención tiene la ventaja de que el efluente de las etapas de dióxido de nitrógeno y oxígeno alcalino no contiene compuestos de cloro y de este modo se puede reciclar a través del sistema de recuperación de un molino de pulpa. Esto se traduce en una reducción del efluente contaminante de un molino de pulpa, utilizando el procedimiento.

25

La secuencia parcial $\text{NO}_2\text{-O}$ de esta invención ha resultado ser adecuada para deslignificar pulpas kraft y a la sosa de alto rendimiento, resultando en ventajas de rendimiento normalmente asociadas con la deslignificación con oxígeno pero con los beneficios adicionales de combatir la contaminación. Si bien una sola etapa con oxígeno deslignificará una pulpa de alto rendimiento (número Kappa 50-100) a un número Kappa próximo a 20-30, la secuencia $\text{NO}_2\text{-O}$ deslignifica a un número kappa de

30

10 a 15 a niveles de viscosidad equivalentes o superiores a los observados para las pulpas de una sola etapa con oxígeno. De este modo se puede devolver al sistema de recuperación una porción mas grande de material contaminante.

5 Las pulpas de alto rendimiento, parcialmente deslignificadas por la secuencia de blanqueo parcial NO₂-O, se pueden llevar a un nivel totalmente blanqueado por medio de una secuencia C-E-D. La aplicación de la secuencia de blanqueo NO₂-
10 -O-C-E-D a una pulpa de alto rendimiento (número kappa 50-100), se traduce en una pulpa totalmente blanqueada con propiedades de resistencia equivalentes o superiores a las observadas para la secuencia de blanqueo C-E-D-E-D o para la pulpa kraft convencional de número kappa 30.

15 En esta memoria, todas las proporciones y porcentajes se ofrecen en peso de material seco en horno, a menos que se diga lo contrario.

Los ensayos caracterizantes del producto tratado de esta invención, se llevan a cabo mediante los siguientes métodos normalizados:

20	Número kappa	TAPPI Método T-236 M-60
	Viscosidad	TAPPI Método T-230 SU-66
	Brillantez	TAPPI Método T-217m, 218m
	Formación de hoja	
	de prueba	TAPPI T-205 M-58 (desintegración en caliente)
25	refinado	TAPPI T-227 M-58
	Resistencia a la rotura	TAPPI T-220 M-60
	Relación de la carga de estallido	TAPPI T-220 M-60
	Longitud de rotura	TAPPI T-220 M-60 (tracción)

30 El color del efluente del procedimiento se mi-

de por comparación con normas de color preparadas a partir de cloroplatinato de potasio y cloruro cobaltoso según ASTM D-1209. El color del efluente se expresa como kilogramo de platino por tonelada de pulpa.

5 La invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos, pero debe entenderse que su alcance no queda limitado por las modalidades aquí descritas.

Ejemplo 1

10 En un recipiente de reacción rotativo se colocan 50 gramos, base de peso en seco en horno, de una pulpa kraft de materia blanda (especialmente especies de abetos) de número kappa 32,4 y viscosidad 34,7 centipoises, a una consistencia del 40%. La pulpa se precalienta en el recipiente a una temperatura de 75°C. Se destila entonces dióxido de nitrógeno (3% con respecto a la pulpa) a la pulpa en rotación. La reacción se deja avanzar durante 30 minutos más, tras lo cual el reactor se evacua para separar cualquier dióxido de nitrógeno sin reaccionar. La pulpa se diluye luego a una consistencia de 4%, resultando que el pH es de 2,3. Después de lavar totalmente con agua destilada, la pulpa se prensa a una consistencia del 35% en la preparación para la etapa de oxígeno.

15

20

 A la pulpa lavada se añade 2,6% en peso de hidróxido sódico y 0,1% de ión magnesio en forma de sulfato de magnesio, y suficiente agua para dar una consistencia de 27% mientras se agita en un mezclador Hobart. La pulpa se transfiere entonces a un reactor con oxígeno. En el reactor, la pulpa alcalina se trata con oxígeno gaseoso a una presión de 6,3 kg/cm² relativos a 120°C, durante un periodo de 30 minutos. La pulpa se diluye entonces a una consistencia de 4% y el pH es de 10.

25

30 Después de lavar con agua, la pulpa tenía las siguientes propie-

dades:

Número kappa	5,1
Viscosidad	10,8 centipoises

5 La pulpa tratada con oxígeno se blanquea entonces adicionalmente por la secuencia D-E-D, siendo como sigue las cargas y condiciones químicas:

etapa D₁: 1,2% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.

10 etapa E: 0,6% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a una consistencia de 12%.

Etapa D₂: 0,4% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia de 6%.

La pulpa blanqueada por la secuencia NO₂-O-D-E-D tenía las siguientes propiedades:

15 Brillantez	90,1
Viscosidad	9,7 centipoises

Las propiedades de resistencia se muestran en la tabla adjunta.

20 Suponiendo el retorno de los efluentes de la etapa de dióxido de nitrógeno y oxígeno al sistema de recuperación kraft y una eficacia de lavado en la etapa de oxígeno del 85%, el efluente de blanqueo combinado D-E-D, tenía las siguientes propiedades:

25 Color (pH 7)	8 Kg/ton de pulpa
Carbono orgánico total	7,5 Kg/ton de pulpa
Ión cloruro	6,5 Kg/ton de pulpa

30 La misma pulpa kraft de madera blanda de número kappa 32,4 y viscosidad 34,7 centipoises, se blanquea mediante una secuencia de blanqueo convencional C-E-D-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las diversas etapas son las siguientes:

Etapa C: 6,9% de cloro a 21°C, durante una hora, sobre pulpa a una consistencia del 3%.

Etapa E₁: 3,5% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a una consistencia del 12%.

5 Etapa D₁: 1,0% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.

Etapa E₂: 0,8% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a una consistencia del 12%.

10 Etapa D₂: 0,3% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.

La pulpa, después de la etapa final de dióxido de cloro, tenía las siguientes propiedades:

Brillantez	90,8
Viscosidad	11,0 centipoises

15 Las propiedades de resistencia se muestran en la tabla. Los efluentes combinados de la secuencia de blanqueo C-E-D-E-D tenían las siguientes propiedades:

Color (pH7)	226 Kg/ton de pulpa
Carbono orgánico total	24 Kg/ton de pulpa
20 Ión cloruro	61 Kg/ton de pulpa

Se puede observar que utilizando la secuencia NO₂-O-D-E-D en lugar de la secuencia C-E-D-E-D, se obtiene una reducción del 96%, 70% y 90% en el color del efluente, carbono orgánico total e ión cloruro respectivamente.

25 Ejemplo 2

Se somete la pulpa de madera blanda del ejemplo 1 a una secuencia de blanqueo NO₂-O como en el ejemplo 1, excepto que la concentración de dióxido de nitrógeno es de 1,5% con respecto a la pulpa. La pulpa blanqueada tenía las siguientes propiedades:

30

Número Kappa	8,0
Viscosidad	18,6 centipoises

La pulpa tratada con NO₂-O se blanquea adicionalmente mediante una secuencia C-E-D con las siguientes cargas y condiciones químicas:

5

Etapa C: 1,6% de cloro a 21°C, durante una hora, sobre pulpa a una consistencia del 3%.

Etapa E: 0,8% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a una consistencia del 12%.

10

Etapa D: 0,7% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.

La pulpa blanqueada tenía las siguientes propiedades:

Brillantez	88,5
Viscosidad	15,1 centipoises

15

Las propiedades de resistencia se muestran en la tabla. El efluente C-E-D combinado de la planta de blanqueo, tenía las siguientes propiedades:

Color (pH7)	27 Kg/ton de pulpa
Carbón orgánico total	10 Kg/ton de pulpa
Ión cloruro	16 Kg/ton de pulpa

20

De este modo, se obtienen reducciones de 88%, 61% y 74% en el color, carbono orgánico total e ión cloruro respectivamente, utilizando la secuencia NO₂-O-C-E-D en lugar de la secuencia C-E-D-E-D.

25

Ejemplo 3

Una pulpa kraft de madera dura (especialmente especies de roble), que tiene un número kappa de 19 y una viscosidad de 25,7 centipoises, se blanquea mediante la secuencia NO₂-O, utilizando las mismas condiciones que en el ejemplo 1,

30

excepto que:

	Dióxido de nitrógeno	2,0% sobre pulpa
	Tratamiento con oxígeno	
	Temperatura	130°C.
5	Tiempo	15 minutos
	% hidróxido sódico	2,0

La pulpa blanqueada con $\text{NO}_2\text{-O}$ tenía las siguientes propiedades:

	Número kappa	5,8
10	Viscosidad	19,1 centipoises

La pulpa de madera dura blanqueada por la secuencia parcial $\text{NO}_2\text{-O}$ se blanquea adicionalmente por la secuencia D-E-D con las siguientes cargas y condiciones químicas:

- 15 Etapa D_1 : 1,2% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.
- Etapa E: 0,6% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a una consistencia del 12%.
- Etapa D_2 : 0,4% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa a una consistencia del 6%.

20 La pulpa blanqueada resultante tenía las siguientes propiedades:

	Brillantez	89,4
	Viscosidad	16,8 centipoises

25 La misma pulpa kraft de madera dura de número kappa 19 y viscosidad 25,7 centipoises, se blanquea mediante una secuencia convencional C-E-D-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las diversas etapas son las siguientes:

- Etapa C: 3,6% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.
- 30 Etapa E_1 : 2,5% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas,

sobre pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D₁: 0,7% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

Etapa E₂: 0,5% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa a 12% de consistencia.

Etapa D₂: 0,28% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

5

El producto blanqueado tenía las siguientes

propiedades:

10	Brillantez	88,6
	Viscosidad	18,2 centipoises

Ejemplo 4

La misma pulpa kraft de madera dura del ejemplo 3, que tiene un número kappa de 19 y una viscosidad de 15,7 centipoises, se somete a una secuencia de blanqueo NO₂-O como en el ejemplo 3, excepto que:

15

Dióxido de nitrógeno 1,5% sobre pulpa

Tratamiento con oxígeno

Temperatura 130°C

Tiempo 15 minutos

% hidróxido sódico 2,0

20

El producto blanqueado tenía las siguientes

propiedades:

número kappa 6,0

viscosidad 19,8 centipoises

25

La pulpa blanqueada por la secuencia parcial NO₂-O se blanquea adicionalmente con la secuencia C-E-D.

Las cargas y condiciones químicas en las etapas son las siguientes:

Etapa C: 1,24% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pul-

30

pa de 3% de consistencia.

Etapa E: 0,8% de hidróxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D: 0,5% de dióxido de cloro a 70°C, durante 3 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

5

El producto blanqueado tenía las siguientes propiedades:

Brillantez	88,8
Viscosidad	16,5 centipoises

10

Ejemplo 5

Una pulpa kraft de madera blanda (pino) de número kappa 50 y viscosidad 28 centipoises, se somete a una secuencia de blanqueo NO₂-O como en el ejemplo 1, excepto que:

Dióxido de nitrógeno 3,0% sobre pulpa

15

Etapa de oxígeno

Hidróxido sódico 3,0%

El producto blanqueado tiene un número kappa de 9,3 y una viscosidad de 15,2 centipoises.

20

El producto de la anterior secuencia de blanqueo parcial NO₂-O se somete a otro blanqueo por la secuencia C-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las siguientes:

Etapa C: 1,9% de cloro a 21°C durante una hora, sobre una pulpa de 3% de consistencia.

25

Etapa E: 0,9% de hidróxido sódico a 65°C durante 15 horas sobre una pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D: 0,8% de dióxido de cloro a 70°C durante 3 horas, sobre una pulpa de 6% de consistencia.

30

El producto blanqueado tiene las siguientes propiedades:

Brillantez	88,1
Viscosidad	13,7 centipoises

5 La misma pulpa kraft de madera blanda se somete a un tratamiento con oxígeno de una sola etapa bajo condiciones idénticas a las ofrecidas anteriormente en este ejemplo. La pulpa tratada con oxígeno resultante tiene un número kappa de 22,4 y una viscosidad de 17,2 centipoises. De este modo, puede observarse que la secuencia NO₂-O permite en este caso una deslignificación superior al 58% que en el caso de O sólo.

10 La pulpa tratada por la sola etapa de oxígeno se somete a una secuencia de blanqueo adicional C-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las siguientes:

Etapa C: 4,6% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.

15 Etapa E: 3,3% de hidroxido sódico a 65°C, durante 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D: 1,4% de dióxido de cloro a 70°C durante 3 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

20 El producto blanqueado tiene las siguientes propiedades:

Brillantez	86,5
Viscosidad	14,5 centipoises

25 Puede observarse que con el fin de obtener un nivel similar de brillantez, la secuencia de blanqueo O-C-E-D requiere el empleo de prácticamente mas cloro y dióxido de cloro que la secuencia NO₂-O-C-E-D.

Ejemplo 6

30 Pulpa a la sosa de madera blanda (abeto Balsámico) que tiene un número Kappa de 93, se refina para fibri- lar los rechazos y se somete luego a una secuencia parcial de

NO₂-O como en el ejemplo 1, excepto que:

Dióxido de nitrógeno 6% sobre la pulpa

Etapas de oxígeno

% hidróxido sódico 7,5

5 El producto blanqueado tiene un número Kappa de 17,6 y una viscosidad de 16,6 centipoises.

El material blanqueado con NO₂-O se somete luego a otra secuencia de blanqueo C-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las siguientes:

10 Etapa C: 3,2% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.

Etapa E: 1,8% de hidróxido sódico a 65°C durante 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

15 Etapa D: 0,6% de dióxido de cloro a 70°C durante tres horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

El producto blanqueado tiene las siguientes propiedades:

Brillantez 85,8

Viscosidad 16,7 centipoises

20 La misma pulpa a la sosa de madera blanda se somete a un tratamiento con oxígeno de una sola etapa bajo condiciones idénticas a las dadas en este ejemplo anteriormente. La pulpa tratada con oxígeno resultante tiene un número Kappa de 32,4 y una viscosidad de 11,8 centipoises.

25 La anterior pulpa a la sosa, tratada en la sola etapa de oxígeno, se somete a la secuencia de blanqueo adicional C-E-D.. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las siguientes:

30 Etapa C: 6,1% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.

Etapa E: 3,4% de hidróxido sódico a 65°C durante, 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D: 0,8% de dióxido de cloro a 70°C durante, 1,5 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

5 El producto blanqueado tiene las siguientes propiedades:

Brillantez	84,8
Viscosidad	11,2 centipoises.

Ejemplo 7

10 Una pulpa kraft mezclada de madera dura, de número Kappa 46, se refina para fibrilizar los rechazos y se somete luego a una secuencia de blanqueo parcial NO₂-O como en el ejemplo 1, excepto que:

Dióxido de nitrógeno 3% sobre pulpa

15 Etapa de oxígeno

% hidróxido sódico 4 sobre pulpa

El producto blanqueado resultante tiene un número Kappa de 8,2 y una viscosidad de 25,1 centipoises.

20 La pulpa blanqueada anterior se somete a la secuencia de blanqueo adicional C-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las siguientes:

Etapa C: 1,6% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.

25 Etapa E: 0,9% de hidróxido sódico a 65°C durante 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

Etapa D: 0,4% de dióxido de cloro a 70°C durante tres horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

El producto resultante tiene las siguientes propiedades:

30

Brillantez 88,8
Viscosidad 24,3 centipoises

Rendimiento global en pulpación y blanqueo :
51,1% sobre la madera. Las propiedades de resistencia de esta
5 pulpa se muestran en la tabla.

La anterior pulpa mezclada kraft de madera
duña se somete a un tratamiento de oxígeno en una sola etapa
bajo condiciones idénticas a las dadas anteriormente en este
ejemplo. La pulpa tratada con oxígeno resultante tiene un núme-
10 ro Kappa de 15,8 y una viscosidad de 29,9 centipoises.

La pulpa kraft anterior tratada por la sola
etapa de oxígeno se somete a la secuencia de blanqueo adicional
C-E-D. Las cargas y condiciones químicas de las etapas son las
siguientes:

- 15 Etapa C: 2,9% de cloro a 21°C durante una hora, sobre
pulpa de 3% de consistencia.
Etapa E: 1,6% de hidróxido sódico a 65°C durante 1,5 ho-
ras, sobre pulpa de 12% de consistencia.
Etapa D: 0,4% de dióxido de cloro a 70°C durante 3 horas,
20 sobre pulpa de 6% de consistencia.

La pulpa blanqueada resultante tiene las si-
guientes propiedades:

Brillantez 89,0
Viscosidad 20,7 centipoises

25 El rendimiento global en la pulpación y blan-
queo es de 51,4% sobre la madera.

Las propiedades de resistencia se ofrecen en
la tabla.

Etapa de oxígeno: gas oxígeno a una presión de 6,3 kg/cm² durante 15 minutos a 130°C sobre pulpa de 3% de consistencia, conteniendo 3% de hidróxido sódico.

5 El producto tiene un número Kappa de 9,8 y una viscosidad de 23,1 centipoises.

La pulpa tratada con oxígeno se blanquea luego totalmente mediante una secuencia C-E-D. Las condiciones y resultados son los siguientes:

10 Etapa C: 2% de cloro a 21°C durante una hora, sobre pulpa de 3% de consistencia.

Etapa E: 1% de hidróxido sódico a 65°C durante 1,5 horas, sobre pulpa de 12% de consistencia.

15 Etapa D: 0,6% de dióxido de cloro a 70°C durante 3 horas, sobre pulpa de 6% de consistencia.

El producto blanqueado tiene las siguientes propiedades:

Brillantez 88,2
Viscosidad 16,5 centipoises.

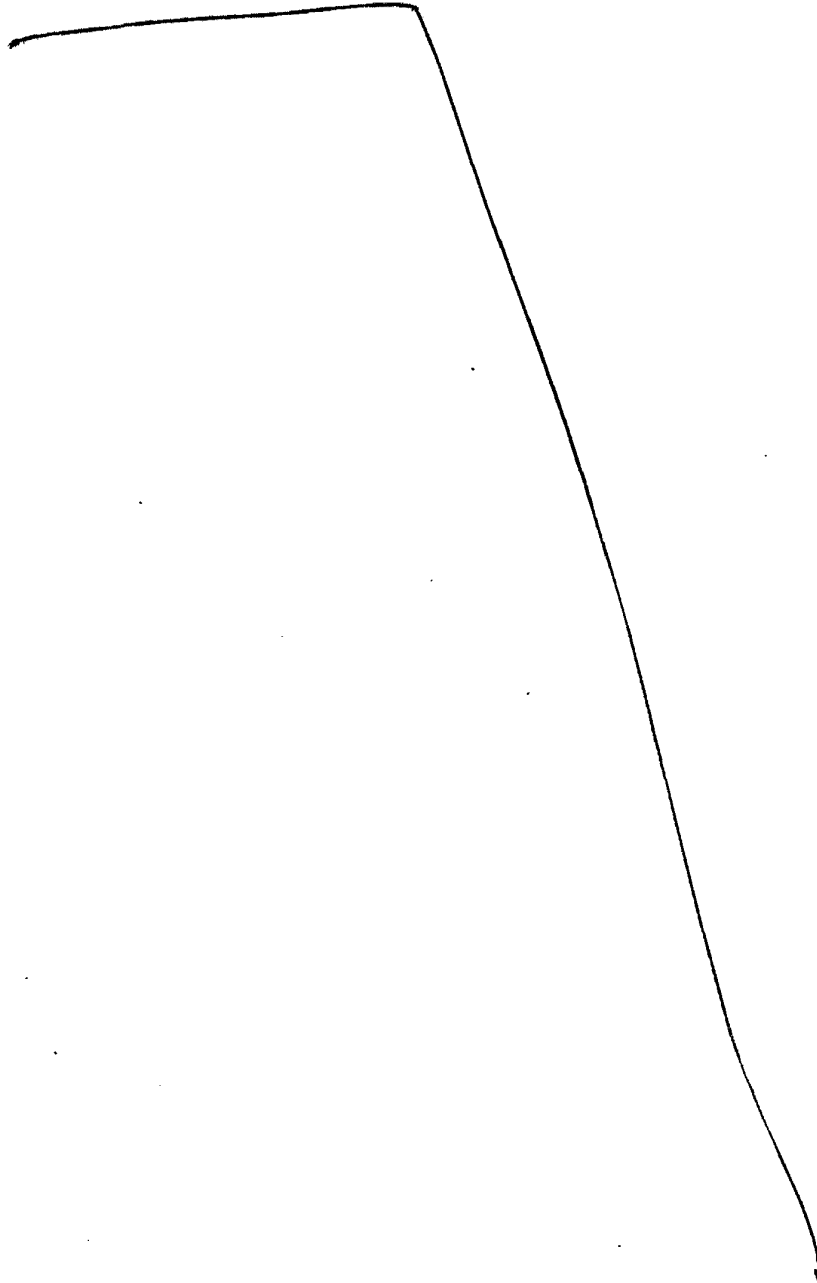
20

TABLA

Tipo madera	Número Kappa	Ejemplo	Secuencia blanqueo	CARACTERÍSTICAS DE RESISTENCIA					
				500 CSF			300 CSF		
				Resistencia rotura	Relación carga estallido	Tensión km	Resistencia rotura	Relación carga estallido	Tensión km
madera blanda	32,4	1	NO ₂ -O-D-E-D	125	75	9,2	110	76	10,0
madera blanda	32,4	2	NO ₂ -O-C-E-D	142	73	9,5	120	80	10,4
madera blanda	32,4	1	C-E-D-E-D	130	74	9,5	115	80	9,9
madera dura	46	7	NO ₂ -O-C-E-D	94	41	6,9	88	56	8,8
madera dura	46	7	C-C-E-D	94	41	7,1	89	57	9,0
madera dura	14,8	7	C-E-D-E-D	93	42	7,0	90	48	8,0

CSF = Refinado Normas Canadienses.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, se hace constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la deslignificación de material lignocelulósico, caracterizado porque comprende las etapas de:

1) tratar el material lignocelulósico en un medio acuoso con dióxido de nitrógeno;

2) lavar el material tratado con dióxido de nitrógeno con agua;

3) tratar el material lavado en medio acuoso con un material alcalino; y

4) tratar el material tratado con material alcalino con oxígeno o un gas que contiene oxígeno a presión supra-atmosférica.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material lignocelulósico se trata en la etapa

1) a una consistencia de 3 a 50% en peso y con 0,5 a 10% en peso de dióxido de nitrógeno a 20 - 120°C durante un periodo de 5 a 60 minutos.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material lignocelulósico se trata en la etapa 3) con 1 a 20% en peso de una base alcalina o alcalinoterrea.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque en la etapa 3) se añade al material lignocelulósico de 0,1 a 1% en peso de ion magnesio.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la base alcalina es hidróxido de sodio.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material lignocelulósico, a una consistencia del 3 al 35% en peso, se trata en la etapa 4) con oxígeno o un gas que contenga oxígeno, a una presión parcial de oxígeno de 2,1 a 14 kg/cm² relativos, a una temperatura de 80 a 200°C,

durante un periodo de 10 a 60 minutos.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el gas que contiene oxígeno es aire.

5 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque después del tratamiento definido, se efectúan etapas adicionales de tratamiento que comprenden, en secuencia:

- a) tratamiento en medio acuoso con cloro;
- b) extracción en medio acuoso con base alcalina; y
- c) tratamiento en medio alcalino con dióxido de cloro.

10 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento definido viene seguido por etapas adicionales de tratamiento que comprenden, en secuencia:

- a) tratamiento en medio acuoso con dióxido de cloro;
- b) extracción en medio acuoso con base alcalina; y
- c) tratamiento en medio acuoso con dióxido de cloro.

15 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material lignocelulósico es pulpa de madera producida por el proceso kraft o a la sosa.

20 11.- Procedimiento para la deslignificación de material lignocelulósico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 23 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -4 MAY 1977
CANADIAN INDUSTRIES LIMITED.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO

Por Firmado: L. Gaeta Fernández

