



Ya se ha descrito (véase, por ejemplo,  
Bach, G. Fiehn, Zellstoff und Papier 21, 3 (1972);  
H.H. Holton, Pulp and Paper Canada 78, 19 (1977); US-PS  
4.012.280; US-PS 4.036.680; US-PS 4.036.681; CA-PS  
5 986.662; JA-OS 112.903/75; JA-OS 43403/76; JA-OS 109.303/76  
y DD-PS 98.549), que la antraquinona, determinados deri-  
vados de antraquinona y determinados dicetohidroantra-  
cenos tienen un efecto favorable en determinados procedi-  
mientos para la obtención y blanqueo de celulosa de ma-  
10 teriales de lignocelulosa tales como madera, paja y bagazo,  
si se emplean en un 0,001 hasta 10% en peso, referido al  
material de lignocelulosa. Además de la antraquinona,  
antrahidroquinona así como productos de adición según  
Diels-Alder de butadieno y sus derivados a p-benzoquinona  
15 ó 1,4-naftoquinona se recomiendan para ésto los derivados  
de mono- y polialquilo, -alcoxi, -amino, -hidroxi y/o -sulfo  
de estos compuestos. A continuación se denominan estas  
sustancias en forma resumida como aditivos.

Los aditivos se obtienen por lo general en  
20 forma de polvos. La introducción de tales aditivos pulveru-  
lentos en los procedimientos para la obtención de celulosas  
a partir de materiales de lignocelulosa y su blanqueo es  
sin embargo problemático. Si los aditivos pulverulentos  
se agregan al material de lignocelulosa a emplear entonces  
25 se ha de contar con que las partículas más finas de los

aditivos lleguen en forma de polvo al medio ambiente y por lo tanto en parte queden excluidos del empleo a que se destinan, molesten a las personas que trabajan en las proximidades de lugar de alimentación y pueden provocar el peligro de explosiones de polvo. Además, con la cantidad relativamente reducida de aditivos necesarios, resulta difícil una distribución igualada. Una distribución igualada de los aditivos es sin embargo deseable para lograr una cavidad de celulosa unitaria.

Una distribución igualada de los aditivos resulta además dificultada debido a que los aditivos por lo general son muy poco solubles en agua y en las soluciones de electrolito acuosas empleadas para la obtención de celulosa (por ejemplo en un litro de agua a 50°C solo se disuelven  $6 \cdot 10^{-4}$  g de 9,10-antraquinona).

Además, los aditivos son tan mal humectados por el agua y las soluciones acuosas de electrolito, tal y como se emplean para la obtención de celulosa, de manera que las partículas más finas de los aditivos pulverulentos no se pueden ó solo imperfectamente agitar y sin humectar en caso dado bajo inclusión de aire, flotan sobre la superficie. Además, los aditivos tienen un peso específico relativamente alto, (por ejemplo la antraquinona tiene a 20°C un peso específico de  $1,438 \text{ g/cm}^3$ ), de manera que las partículas más bastas de los aditivos pulverulentos,

que se pueden introducir y agitar en el agua ó la solución de electrolito sedimentan de nuevo muy rapidamente y después de un breve reposo forman en el fondo del recipiente una capa compacta que solo se puede volver a remolinar con dificultad. La adición de los aditivos directamente a la lejía de ebullición, a la mezcla del material de lignocelulosa y lejía de ebullición ó en forma de una suspensión en agua o soluciones diluidas de electrolito tampoco es un camino para lograr con seguridad una repartición igualada de los aditivos.

Se ha encontrado ahora un medio para emplear en la obtención de celulosa que se caracteriza porque contiene compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi, en forma finamente repartida y agentes tendioactivos. Aquí y a continuación se entienden bajo la expresión obtención de celulosa todos los procedimientos y etapas de procedimiento en las cuales sobre lignina en materiales que contienen lignina y celulosa se actua por vía química. Ejemplos de ésto son los procedimientos de desdoblamiento alcalinos, neutros y ácidos de los materiales de lignocelulosa tales como madera, paja, bagazo y hiervas, así como procedimientos de blanqueo en los materiales de lignocelulosa parcial ó ampliamente desdoblados.

Como compuestos orgánicos cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi entran preferentemente en conside-

ción los compuestos carbocíclicos, por ejemplo, los compues-  
tos mono-, di- y/o policíclicos, especialmente los compuestos  
mono- di- y/o tricíclicos, con especial preferencia los  
5 compuestos tricíclicos, en especial los compuestos tricí-  
clicos con anillos condensados que contienen en cada caso  
dos grupos ceto y/o dos grupos hidróxi y que preferentemen-  
te son hidrocarburos con excepción de los grupos ceto y/o  
hidróxi y/o otros sustituyentes. Preferentemente entran  
aquí en consideración p-benzoquinona, 1,4-naftoquinona,  
10 9,10-antraquinona, productos de adición según Diels-Alder  
de 1,3-dienos, por ejemplo, de butadieno insustituido o  
sustituido a p-benzoquinona y/o 1,4-naftoquinona, y/o sus  
derivados de mono- y polialquilo, -hidroxi, -amino, -alcoxi,  
-alquilamino y/o -sulfo. Los grupos alquil-, alcoxi- y  
15 alquilamino pueden contener en cada caso, por ejemplo,  
1 hasta 12, preferentemente 1 hasta 4 átomos de carbono.  
Por ejemplo, las dispersiones según la presente invención  
pueden contener 9,10-antraquinona, 2-metilantraquinona,  
2-etilantraquinona, 2,3-dimetil-9,10-antraquinona, 2,6-  
20 dimetilantraquinona, 2,7-dimetilantraquinona, 2-aminoantra-  
quinona, 1-metoxiantraquinona, 1,4, 4a,9a-tetrahidro-9,10-  
dicetoantraceno, 2-etil-1,4,4a,9a-tetrahidro-9,10-diceto-  
antraceno, 2,3-dimetil-1,3,4a,9a-tetrahidro-9,10-dicetoan-  
traceno, 1,3,4a,5,8,8a,9a,10a-octahidro-9,10-dicetoantraceno,  
25 1,3-dimetil-1,4,4a,9a-tetrahidro-9,10-dicetoantraceno y

2,3,6,7-tetrametil-1,4,4a,5,8,8a,9a,10a-octahidro-9,10-dice-  
toantraceno. Compuestos que asimismo se pueden emplear son  
aquellos que son una forma reducida de los compuestos ante-  
riormente mencionados que, en lugar de grupos ceto, con-  
5 tienen grupos hidroxilo, por ejemplo, hidroxiquinona o antra-  
hidroquinona. La dispersión según la presente invención  
puede contener dos ó más de estas sustancias, especial-  
mente dos ó más de estas sustancias que tengan pesos es-  
pecíficos que se encuentren muy próximos entre sí. También  
10 es posible emplear compuestos que lleven dos ó más de los  
sustituyentes mencionados, por ejemplo, grupos hidroxilo y  
grupos amino. Preferentemente contiene la dispersión según  
la presente invención sin embargo solo una de estas sus-  
tancias, con especial preferencia, la 9,10-antraquinona.  
15 A continuación se denominan los compuestos orgánicos, cí-  
clicos, conteniendo grupos ceto y/o grupos hidroxilo como  
agentes auxiliares de desdoblamiento.

Es una característica especial del medio se-  
gún la presente invención que los agentes auxiliares de  
20 desdoblamiento, especialmente la 9,10-antraquinona, se pre-  
sentan en forma finamente repartida.

Por ejemplo los medios auxiliares de desdobra-  
miento, especialmente la 9,10-antraquinona, se pueden com-  
poner como mínimo en un 80% en peso de partículas con la  
25 granulometría inferior a 10  $\mu$ m. Los medios auxiliares de

desdoblamiento, especial la 9,10-antraquinona, se componen preferentemente como mínimo en un 80% en peso de partículas con una granulometría inferior a 5  $\mu$ m.

5 Como agentes tensioactivos que están contenidos en el medio de la presente invención entran prácticamente en consideración todos los agentes tensioactivos catiónicos, no -iónicos y aniónicos.

10 Como agentes tensioactivos catiónicos entran en consideración, por ejemplo, las aminas cuaternarias de cadena larga y/o oxetiladas, los compuestos de piridinium cuaternarios ó los compuestos de fosfonium de cadena larga. Cadena larga significa aquí una cadena de carbonos con como mínimo 4 átomos de carbono, preferentemente con como mínimo 6 átomos de carbono.

15 Ejemplos de agentes tensioactivos catiónicos son especialmente: bromuro de trimetil-hexadecil-amonium, bromuro de cetil-piridinium, cloruro de lauril-dimetilbencil-amonium, monoéster de la trietanolamina con ácido esteárico como sales ácido fórmicas ó ácido acéticas, N-lauril-metil-bencimidazol-clorohidrato y bromuro de dodecil-trimetil-fos-

20 fonium.

Una gran parte de estos compuestos y otros agentes tensioactivos catiónicos que entran en considera-

25 ción se describen, por ejemplo, en K. Lindner, Tenside - Textilhilfsmittel - Waschrohstoffe, tomo 1 páginas 963,1041

(1964).

Como agentes tensioactivos no iónicos entran en consideración, por ejemplo, los productos de adición de óxidos alquilénicos, especialmente óxido etilénico, a ácidos grasos superiores, alcoholes, fenoles, amidas de ácido, mercaptanos, aminas ó alquilfenoles. Los productos de adición se pueden obtener, por ejemplo, de 5 hasta 50 moles de óxido alquilénico y 1 mol de ácido graso, alcohol, fenol, amida de ácido, mercaptano, amina ó alquilfenol, que muestran como mínimo 4, preferentemente como mínimo 6 átomos de carbono. Como agentes tensioactivos no -ionógenos entran también en consideración los productos de adición de óxidos alquilénicos, especialmente óxido etilénico, a óxido polipropilénico ó a azúcar, así como los derivados de azúcar oxetilados y no -oxetilados, tales como éster de ácido graso de la pentaeritrita ó de la sacarosa.

Ejemplos de agentes tensioactivos no -iónógenos, son, especialmente: los productos de adición de 5 hasta 20 moles de óxido etilénico a ácido esteárico, alcohol oleílico, polipropilenglicol, nonilfenol, amida de ácido oléico y dodecilamina.

Una gran parte de estos compuestos y de otros agentes tensioactivos no ionógenos que entran en consideración se describen, por ejemplo, en N. Schönfeldt, Grenzflächenaktive etilenoxi-Addukte, páginas 42 hasta 95 (1976) y en K. Lindner, Tenside-Textilhilfsmittel - Waschrohstoffe, tomo 1, páginas 837 hasta 917 (1964).

Preferentemente contiene el medio de la presente invención agentes tensioactivos aniónicos. Como agentes tensioactivos aniónicos entran en consideración, por ejemplo, los alquilsulfonatos, los ácidos grasos superiores insaturados sulfatados, los sulfonatos de ésteres de ácidos policarboxílicos, alquilbenceno sulfonatos, alcoholes alifáticos sulfatados con un ácido inorgánico polibásico, tal como ácido fosfórico o, especialmente, ácido sulfúrico, los productos de adición de óxido etilénico a aminas superiores, ácidos, fenoles o alcoholes transformados en ésteres ácidos, así como los ligninsulfonatos o los derivados de ligninsulfonatos, los productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos y formaldehído y polifosfatos.

Ejemplos de agentes tensioactivos aniónicos son, especialmente: dodecilsulfonato sódico, laurilsulfato sódico, dodecylbencenosulfonato sódico, dibutilnaftalinsulfonato, los ésteres de ácido sulfúrico ácidos del producto de adición de 2 moles de óxido etilénico a un mol de nonilfenol, dioctilsulfosuccinato sódico, los productos de condensación de cresol, ácido 2-naftol-6-sulfónico y formaldehído, así como los ácidos sulfónicos de naftalina, terfenilo o ditoliléter, en cada caso condensados con formaldehído. Todos los agentes tensioactivos aniónicos se emplean preferentemente en forma de sus sales alcalinas y/o amónicas.

Una gran parte de estos compuestos y otros agen-

tes tensioactivos aniónicos, que entran en consideración, se describen en K. Lindner, Tenside-Textilhilfsmittel-Waschrohstoffe, tomo 1, páginas 571 hasta 835 (1964).

5 El medio de la presente invención contiene con especial preferencia ligninsulfonatos y/o productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos y formaldehído como agente tensioactivo.

10 El medio de la presente invención puede contener también mezclas arbitrarias de agentes tensioactivos aniónicos y no-iónicos.

15 El medio de la presente invención se puede poner a disposición en dos formas, en forma de una mezcla pulverulenta que contiene en forma finamente repartida los compuestos orgánicos cíclicos conteniendo los grupos ceto y/o hidróxi y agentes tensioactivos, o en forma de una dispersión que contiene los componentes anteriores dispersados en agua y/o en un disolvente orgánico, miscible con agua, con un punto de ebullición superior a 80°C. El disolvente orgánico tiene preferentemente un punto de ebullición superior a los 100°C. Como disolventes orgánicos entran en consideración, por ejemplo, alcoholes, especialmente los alcoholes polivalentes, así como las amidas de ácido y las amidas de ácido sustituidas. Ejemplos son: dimetilformamida, propilenglicol, glicolmonoetiléter, dietilenglicolmonoetiléter, formamida, glicol, glicerina, di-, tri-

20

25

y polioles. En compuesto con agua actúan estos disolventes con puntos de ebullición superiores a 100°C también como agentes evitadores del secado. En caso de que la dispersión de la presente invención contenga agua y disolventes orgánicos se pueden presentar estos componentes en una proporción de mezcla arbitraria. Preferentemente contiene una dispersión de éstas un 5 hasta 20% en peso de disolvente (referido a la dispersión total).

La mezcla pulverulenta de la presente invención puede contener, por ejemplo, un 30 hasta 98% en peso de uno o varios medios auxiliares de desdoblamiento, especialmente 9,10-antraquinona, en forma finamente repartida y un 2 hasta 70% en peso de uno o varios agentes tensioactivos. Preferentemente contiene la mezcla pulverulenta según la presente invención un 50 hasta 95% en peso de uno o varios agentes auxiliares de desdoblamiento, especialmente 9,10-antraquinona, en forma finamente repartida y un 5 hasta 50% en peso de uno o varios agentes tensioactivos.

Las mezclas pulverulentas según la presente invención se pueden obtener, por ejemplo, molturando en seco los componentes individualmente y después mezclándolos o preparando primero una mezcla de los componentes y molturando esta. La molturación se efectúa preferentemente de manera que después del proceso de molturación como mínimo un 80% en peso del agente auxiliar de desdoblamiento muestre

una granulometría inferior a 10  $\mu$ m. preferentemente inferior a 5  $\mu$ m. Para la realización de un proceso de molturación de estos entran en consideración los aparatos de desmenuzación en seco usuales, por ejemplo, molinos de bolas, molinos de rotor-estator, molinos de discos de púas, molinos de martillo y molinos de chorro. Los molinos de chorro se pueden accionar, por ejemplo, con aire o vapor de agua.

Los agentes tensioactivos no precisan estar presentes en forma finamente repartida, esto es, que no es necesario molturarlos ya que por lo general al emplear la mezcla pulverulenta se disuelven fácilmente en los procesos para la obtención de celulosa. Sin embargo tiene preferencia el agregar los agentes tensioactivos antes del proceso de molturación. De esta manera se puede evitar en caso dado una aglomeración de las partículas molturadas.

En caso de que las mezclas pulverulentas según la presente invención se hallan de emplear en procesos para la obtención de celulosa que se realiza en medio alcalino, pudiera ser ventajoso agregarle a la mezcla reducidas cantidades de una sustancia de reacción alcalina. Tales sustancias, por ejemplo, NaOH, KOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ó LiOH se pueden agregar, por ejemplo, en cantidades de un 0,2 hasta 5% en peso (referido a la mezcla total).

La mezcla pulverulenta de la presente invención se puede emplear directamente en los procedimientos

para la obtención de celulosa. Pero también se puede transformar la mezcla pulverulenta de la presente invención, primeramente, por introducción y agitación en agua, por ejemplo, en un 30 hasta 300% en peso de agua, (referido a la mezcla pulverulenta) en una dispersión y emplear esta dispersión en el procedimiento para la obtención de la celulosa.

En caso de que la mezcla pulverulenta de la presente invención se transforme en una dispersión acuosa antes del empleo en un procedimiento para la obtención de celulosa puede ser ventajoso agregarle a la mezcla pulverulenta sustancias que produzcan una estabilización de las dispersiones. Tales sustancias pueden ser, por ejemplo, ácido silícico altamente disperso, silicatos de magnesio y aluminio, montmorillonitas, que también pueden contener bases orgánicas, creta y/o agentes espesadores, tales como celulosa metílica, celulosa hidroximetílica, celulosa hidroxietílica, celulosa carboximetílica, así como poliacrilatos y/o polimetacrilatos y/o sus copolímeros, así como las combinaciones de las sustancias mencionadas. Tales sustancias se pueden agregar, por ejemplo, en cantidades de un 0 hasta 5% en peso, de la mezcla pulverulenta según la presente invención. Preferentemente se agregan tales sustancias en cantidades de un 0,1 hasta 1% en peso de la mezcla pulverulenta según la presente invención.

El medio de la presente invención, en forma de una dispersión, puede contener, por ejemplo, un 30 hasta 70% en peso de uno o varios medios auxiliares de desdoblamiento en forma finamente repartida, especialmente 9,10-antraquinona, 0,5 hasta 30% en peso de uno o varios agentes tensioactivos y como mínimo un 30% en peso de agua y/o disolventes orgánicos, no miscibles con agua, con un punto de ebullición superior a 80°C. Preferentemente contiene el medio de la presente invención en forma de una dispersión un 45 hasta 65% en peso de agente auxiliar de desdoblamiento en forma finamente repartida, en especial 9,10-antraquinona, un 1 hasta 10% en peso de agente tensioactivo y como mínimo un 35% en peso de agua y/o disolvente orgánico.

El medio según la presente invención, en forma de una dispersión, puede contener adicionalmente otras sustancias, por ejemplo, agente de conservación, medios para evitar el secado, sino se ha agregado ya uno de los disolventes orgánicos mencionados, y/o medio para estabilizar dispersiones.

Como agente de conservación entran en consideración sustancias que evitan, por ejemplo, la formación de moho y/o el ataque por bacterias. Para ello son adecuados los agentes de conservación usuales, tales como sodio pentaclorofenólico, los productos de adición de paraformal-

dehido con alcoholes aromáticos, especialmente alcohol bencílico y/o soluciones de formaldehido. Los agentes de conservación se pueden agregar al medio de la presente invención, en forma de una dispersión, por ejemplo, en cantidades de un 0 hasta 3% en peso, preferentemente en cantidades de un 0,05 hasta 0,5% en peso.

Como medio para evitar el secado entran en consideración, por ejemplo, los medios para evitar el secado solubles usuales que pueden ser idénticos a los disolventes miscibles con agua, anteriormente descritos con más detalle, con un punto de ebullición superior a 80°C. Especialmente adecuados son, por ejemplo, formamida, glicol, los derivados del glicol, glicerina, di-, tri- y polioles. Los agentes para evitar el secado se pueden agregar al medio de la presente invención, si se presenta en forma de una dispersión, por ejemplo, en cantidades de un 2 hasta 20% en peso, preferentemente en cantidades de un 5 hasta 10% en peso (en cada caso referido a la dispersión total).

Como medios que producen una estabilización de las dispersiones se pueden emplear los mismos medios que anteriormente se han indicado para los medios pulverulentos de la presente invención. Los agentes de estabilización se pueden agregar al medio de la presente invención, en forma de una dispersión, por ejemplo en cantidades de un 0 hasta

2% en peso, preferentemente en cantidades de un 0,1 hasta 1% en peso.

Los medios según la presente invención, en forma de una dispersión, se pueden obtener, por ejemplo, alimentando agua o mezclas de agua y los disolventes anteriormente descritos, o solo uno de los disolventes anteriormente descritos, agentes tensioactivos, uno o varios medios auxiliares de desdoblamiento, en especial la 9,10-antraquinona, y, en caso dado, agentes de estabilización, mezclados en la proporción deseada a un aparato desmenuzador en mojado usual. Aparatos desmenuzadores en mojado adecuados son, por ejemplo, amasadoras, tornillos sinfín amasadores, molinos de bolas, molinos de rotor-estator, disolvedores, molinos de muelas de corundo y molinos oscilantes. Preferentemente se emplean molinos con mecanismo agitador de marcha rápida con cuerpos de molturación, presentando los cuerpos de molturación, preferentemente un diámetro en la zona de 0,1 hasta 10 mm. La molturación se efectúa preferentemente hasta que las partículas sólidas muestran como mínimo en un 80% en peso una granulometría inferior a 10  $\mu\text{m}$ , preferentemente inferior a 5  $\mu\text{m}$ . Los agentes de conservación y/o los agentes para evitar el secado se pueden agregar, en caso dado, antes o después de la molturación de la dispersión.

25

Además de las posibilidades de obtención ante-

riormente descritas para el medio según la presente invención en forma de una mezcla pulverulenta se pueden obtener las mezclas pulverulentas según la presente invención también de los medios según la presente invención en forma de una dispersión por secado. Un secado de estos se puede realizar, por ejemplo, en un armario con aire en circulación, en secadores de palas continuos o discontinuos, en secadores de rodillos, en secadores de contacto de capa delgada y en secadores por congelación.

10 Ventajosamente se emplea para el secado un secador pulverizador con discos pulverizadores, toberas para dos materiales o toberas para un material. Se puede obtener así un granulado fluido.

15 En caso de que el medio según la presente invención se haya de emplear en forma de una dispersión en los procesos para la obtención de celulosa que se realizan en medio alcalino puede ser ventajoso agregarle a la dispersión cantidades pequeñas de una sustancia de reacción alcalina. Tales sustancias, por ejemplo, lejía sódica acuosa o lejía potásica acuosa se pueden agregar, por ejemplo, en cantidades de un 0 hasta 2% en peso.

20 El medio de la presente invención, especialmente un medio conteniendo 9,10-antraquinona se emplea en los procedimientos para la obtención de celulosa. El medio según la presente invención se puede alimentar en la

25

obtención de celulosa antes de la cocción, ventajosamente, sin embargo, ya antes de la impregnación en la que el material de lignocelulosa se impregna a una temperatura de 80 hasta 100°C con la solución acuosa de los productos químicos de desdoblamiento. La solución acuosa de los productos químicos de desdoblamiento sirve también como medio de transporte para la alimentación del impregnador y/o coccionador con material de lignocelulosa. El medio según la presente invención, especialmente un medio conteniendo 9,10-antraquinona se puede dosificar en la solución reciclante o en la solución cargada con los recortes, en caso dado también directamente al impregnador o coccionador.

La cantidad del medio según la presente invención en su empleo para la obtención de celulosa se puede dimensionar de manera que, referido al material de lignocelulosa, se agregen, por ejemplo, un 0,001 hasta 10% en peso del medio según la presente invención.

Al emplear el medio según la presente invención se reparte el medio auxiliar de desdoblamiento finamente de el líquido de desdoblamiento.

El medio según la presente invención en forma de una dispersión, especialmente en forma de una dispersión conteniendo 9,10-antraquinona tiene ventajas adicionales. Así, la obtención de esta dispersión es sencilla. El medio según la presente invención en forma de una dispersión es

bombeable, es decir, se puede dosificar con ayuda de una bomba adecuada para el bombeo de dispersiones, por ejemplo, una bomba de manga comprimible, una bomba de tornillo sin-fín excéntrico ó una bomba de énvolo, e impulsara través de tuberías. El medio según la presente invención en forma de una dispersión se mantiene como dispersión estable durante largo tiempo. Una dispersión de éstas se puede almacenar como mínimo algunos días, por lo general una o varias semanas sin que las sustancias dispersadas sedimenten o bien floten, o solo tan reducidamente que con medios sencillos, por ejemplo, un agitador de marcha lenta, se puedan volver a poner en estado dispersado. Esto tiene la ventaja de que en una sola vez se puede preparar una cantidad mayor de dispersión cuya dosificación se puede efectuar entonces, por ejemplo, mediante una simple medición de volúmen o cantidad.

Según la posibilidad que parezca más ventajosa se puede preparar el medio de la presente invención también como mezcla pulverulenta de la que, en caso dado, poco antes del empleo en la obtención de la celulosa se puede preparar una dispersión.

Mediante el empleo del medio según la presente invención en los procedimientos para la obtención de celulosa, inclusive el blanqueo de la celulosa, se pueden aprovechar óptimamente los efectos ventajoso de la presencia de

sustancias orgánicas, cíclicas, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi, ya que se logra su repartición igualada. Se ha de considerar como destacadamente sorprendente que los medios según la presente invención cumplan totalmente las exigencias para el empleo en la obtención de celulosa inclusive el blanqueo de celulosa, ya que debido a la reducida pero apreciable solubilidad de los compuestos orgánicos, cíclicos, que contienen grupos ceto y/o hidróxi, especialmente de la 9,10-antraquinona en el agua se habría de contar con una recristalización bajo aumento del tamaño de las partículas y por lo tanto no se podía esperar que se mantuviese el estado finamente repartido y con ello unas dispersiones estables durante tiempos más largos.

Se ha descubierto además un procedimiento para la obtención de celulosa a partir de materiales de lignocelulosa en presencia de compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi, que se caracteriza porque los compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi, se emplean en forma del medio según la presente invención. Con excepción del empleo del medio según la presente invención se puede realizar el procedimiento en forma en sí conocida. Por ejemplo se puede realizar este procedimiento digiriendo los materiales de lignocelulosa en una solución de sulfito que puede ser ácida, neutra o alcalina, y alimentando a la solución de digestión antes o des

pués de la adición del material de lignocelulosa el medio según la presente invención. El medio de la presente invención se puede emplear también en los conocidos procedimientos para la obtención de celulosa que se denominan como procedimientos Kraft y procedimiento de polisulfuro. El medio de la presente invención se puede emplear asimismo en el conocido procedimiento de oxígeno-alcalí para la obtención de celulosa y/o en el procedimiento de blanqueo conocido para la obtención de celulosa.

5  
10 En el procedimiento de la presente invención para la obtención de celulosa y el blanqueo de la celulosa se puede emplear el medio de la presente invención, por ejemplo, en una cantidad de un 0,001 hasta 10% en peso (referido al material de lignocelulosa).

15 Preferentemente se emplea en el procedimiento de la presente invención la 9,10-antraquinona en forma del medio según la presente invención. Especialmente preferente es aquí el empleo de los medios denominados como especialmente preferentes dentro del marco de los medios según la presente invención.

20 El procedimiento de la presente invención tiene una serie de ventajas. Así es, por ejemplo, posible la dosificación y repartición igualada de los compuestos orgánicos, cíclicos, que contienen grupos ceto y/o hidróxi, sin dificultades y como consecuencia de ello se obtienen ce-

25

lulosas de calidad unitaria. Además es posible realizar los efectos positivos determinados bajo condiciones ideales en escala de laboratorio de la adición de los compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidróxi en las instalaciones en escala industrial para la obtención de celulosa.

En los experimentos de laboratorio se movieron por ejemplo, el material de lignocelulosa en el líquido de desdoblamiento o bien de blanqueo, lo que facilita la distribución de los aditivos. En las instalaciones de obtención industrial en gran escala de la celulosa esto solo es posible en medida subordinada y por lo tanto se dificulta la repartición de los aditivos sino se emplean en forma del medio según la presente invención.

#### EJEMPLOS

##### EJEMPLO 1.-

Una suspensión de 500 g de 9,10-antraquinona en una mezcla de 248 cc de agua, 2 g de sodio pentaclorofenólico, 100 g de etilenglicol y 150 g de ligninsulfonato al 50%, tal y como se presenta en la obtención de la celulosa, se moltura en un molino de mecanismo agitador de giro rápido, tal y como se describe en la publicación "Farbe und Lack" 71 (1965), página 377, durante 15 minutos con perlas de vidrio del diámetro 0,3 hasta 0,4 mm. Después de terminar la molturación se encuentra el tamaño de partícula de la antra-

quinona en la dispersión bombeable obtenida por debajo de 10  $\mu$ m. Aproximadamente un 95% de las partículas son inferiores a 5  $\mu$ m. La antraquinona tampoco sedimenta después de reposar durante varias semanas a temperatura ambiente.

5 EJEMPLO 2.-

Una suspensión de 600 g de 9,10-antraquinona en 316 cc de agua y 60 g de etilenglicol se moltura bajo adición de 20 g de dinaftilmetansulfonato sódico en un molino de mecanismo agitador de giro rápido según el ejemplo 1. Terminada la molturación resulta el tamaño de partícula de la antraquinona como indicado en el ejemplo 1. A continuación se introducen y agitan en la dispersión como agente espesador 4 g de un silicato de aluminio o de magnesio esponjable. La dispersión fluible de la antraquinona no sedimenta y da al introducir y agitar en la lejía de desdoblamiento de la madera en el proceso según Kraft o el proceso de sosa una dispersión estable en la lejía de desdoblamiento de la madera.

10

15

EJEMPLO 3.-

Una suspensión de 600 g de 9,10-antraquinona en una mezcla de 312 g de agua, 60 g de etilenglicol, 20g de producto de condensación de naftalinsulfonato y formaldehído, 4 g de silicato de aluminio esponjable, 3 g de lejía sódica al 45% y 2 g de un compuesto de depósito de formaldehído se mezcla previamente en un disolvedor y se moltura

20

25

en un molino según el ejemplo 1. El tamaño de partícula de la antraquinona es, después de la molturación, como indicado en el ejemplo 1. Se obtiene una dispersión bombeable que tampoco se desmezcla después de un largo reposo y que se puede dispersar bien en la así llamada lejía blanca (=solución acuosa de los productos químicos de desdoblamiento) en el proceso de Kraft y de sosa.

EJEMPLO 4.-

Análogo al ejemplo 2 se molturan 600 g de 9,10-antraquinona en 100 g de etilenglicol, 250 g de agua y 30 g de ligninsulfonato sódico y se espesa con 20 g de creta o 5 g de celulosa metilica, y se conserva mediante productos de adición de formaldehído. Se obtiene, como en el ejemplo 1, una dispersión estable, bombeable.

EJEMPLO 5.-

Análogo al ejemplo 2 se molturan 600 g de 9,10-antraquinona en 90 g de etilenglicolmonoetiléter, 250 g de agua y 20 g de producto de condensación de naftalinsulfonato y formaldehído, se espesa con 20 g de creta y se pone alcalino con 3 g de lejía sódica al 45%. Se obtiene, como en el ejemplo 4, una dispersión estable, bombeable, que se puede introducir y agitar bien en las lejías de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft y de sosa.

EJEMPLO 6.-

500 g de 9,10-antraquinona se molturan en 490 g

de la lejía de desdoblamiento acuosa (= lejía negra) conteniendo los ligninsulfonatos que se obtienen en el proceso de obtención de celulosa, como indicado en el ejemplo 1, y se espesa con 1% en peso de silicato de aluminio esponjable con lo que se obtiene una dispersión de antraquinona estable, bombeable, que se puede introducir y agitar bien en la lejía de desdoblamiento de madera.

EJEMPLO 7.-

Una suspensión de 500 g de 9,10-antraquinona en una mezcla de 323 cc de agua, 2 g de sodio pentaclorofenólico, 100 g de etilenglicol y 75 g de un producto de condensación de cresol, ácido 2-nafteno-6-sulfónico y formaldehído se desmenuza conforme al ejemplo 1. De la dispersión obtenida no sedimenta la antraquinona.

EJEMPLO 8.-

Una dispersión obtenida según el ejemplo 1 sin sodio pentaclorofenólico y con la cantidad adicional correspondiente de agua en lugar de etilenglicol se mezcla con 516 g de ligninsulfonato sódico acuoso al 50%. A continuación se seca esta dispersión en el secador por pulverización (temperatura de entrada 180°C, temperatura de salida 90°C), El granulado obtenido, compuesto de un 60% en peso de antraquinona y un 40% en peso de ligninsulfonato sódico, se puede repartir fácilmente por introducción y agitación en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso

de Kraft o de sosa.

EJEMPLO 9.-

5 Conforme al ejemplo 8 se obtiene por adición de 850 g de ligninsulfonato sódico acuoso al 50% un granulado fácilmente dispersable en agua o en la lejía de desdoblamiento del proceso de Kraft o de sosa, que contiene un 50% en peso de antraquinona y un 50% en peso de ligninsulfonato sódico.

EJEMPLO 10.-

10 Conforme al ejemplo 8 se obtiene por adición de 2084 g de ligninsulfonato sódico acuoso al 50% un granulado muy fácilmente dispersable en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft o de sosa, compuesto de un 30% en peso de antraquinona y un 70% en peso de ligninsulfonato sódico.

EJEMPLO 11.-

20 Preparados de antraquinona, preparados análogo a los ejemplos 8 hasta 10, donde sin embargo en lugar de ligninsulfonato sódico se emplea un producto de condensación de naftalinsulfonato y formaldehído, se reparten fácilmente mediante simple introducción y agitación en agua o en la lejía de desdoblamiento del proceso de Kraft o de sosa.

25 Los preparados de antraquinona que se prepararon en forma correspondiente, pero con un producto de condensa-

5 ción de ditoliléter sulfonado y formaldehído, o de un producto de condensación de difeniléter sulfonado y formaldehído, o de un producto de condensación de terfenil sulfonado y formaldehído, se pueden repartir asimismo, mediante simple introducción y agitación en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft o de sosa.

EJEMPLO 12.-

10 500 g de 9,10-antraquinona, que se desmenuzó por molturación de chorro con aire a tamaños de partículas inferiores a 10  $\mu$ m, se mezcla intensamente con 333 g de ligninsulfonato sódico. Mediante introducción y agitación de este preparado en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft o de sosa se obtiene una dispersión de buena distribución fina.

15 EJEMPLO 13.-

Mediante mezcla de 500 g de 9,10-antraquinona, que se desmenuzó según el ejemplo 12, y 500 g de ligninsulfonato sódico se obtiene un preparado que introducido y agitado en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft o de sosa da una buena distribución fina.

20 EJEMPLO 14.-

25 Mediante mezcla de 500 g de 9,10-antraquinona, que se desmenuzó según el ejemplo 12, con 1117 g de ligninsulfonato sódico se obtiene un preparado que contiene un 30% en peso de antraquinona y un 70% en peso de ligninsulfona-

to sódico. Este preparado conduce, introducido y agitado en agua o lejía de desdoblamiento de madera del proceso de Kraft o de sosa, a una dispersión de buena distribución fina.

5 EJEMPLO 15.-

500 g de 9,10-antraquinona y 50g de un producto de condensación de sulfonato de naftaleno, sulfonato de difeniléter, o sulfonato de ditoliléter y formaldehído se molturan en un molino de chorro, accionado por aire, a un tamaño de partícula inferior a 10  $\mu$ m. Este preparado conduce, introducido y agitado en 290 g de agua o cantidades correspondientes de lejía de desdoblamiento según Kraft o sosa, a una dispersión bombeable, estable durante largos períodos de tiempo, que se reparte bien en ulterior lejía de desdoblamiento de Kraft o de sosa.

15

EJEMPLO 16.-

500 g de 9,10-antraquinona y 10g del producto de condensación de sulfonato de naftalina y formaldehído se molturan conjuntamente. La mezcla pulverulenta finamente repartida obtenida da, introducida y agitada en 330 g de mezcla de agua/glicol en proporción de 2:1 hasta 10:1 ó correspondientes cantidades de lejía de desdoblamiento de Kraft o bien de sosa, dispersiones estables, bombeables, que se reparten muy bien en las lejías de desdoblamiento de Kraft o bien de sosa. Los mismos resultados se obtienen

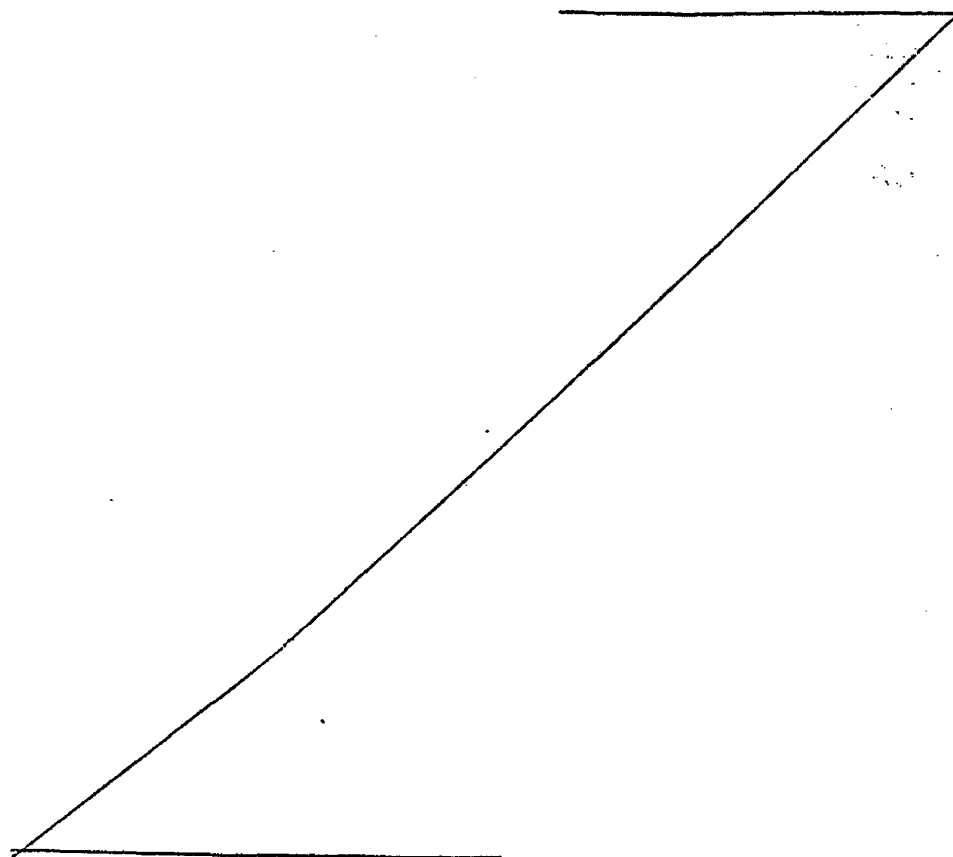
20  
25



EJEMPLO 19.-

400 g de 9,10-antraquinona se molturan en 580 g de etilenglicol y 20 g de dinaftilmetansulfonato sódico, análogo al ejemplo 1 en el molino de bolas. Se obtiene, como en el ejemplo 3 y 4, una dispersión bombeable que es estable y se puede introducir y agitar bien en las lejías de desdoblamiento de madera de los procesos de Kraft y de sosa.

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



### REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de celulo  
sa, a partir de materiales de lignocelulosa en presencia  
de compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto  
5 y/o hidroxí, caracterizado porque la deslignificación se  
efectua en presencia de compuestos orgánicos, cíclicos,  
conteniendo grupos ceto y/o hidroxí que se emplean en for  
ma de un medio que contiene los compuestos orgánicos cícli  
cos, conteniendo grupos ceto y/o hidroxí, en forma finamen  
10 te repartida y agentes tensioactivos.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1,  
caracterizado porque el medio contiene compuesto mono-,  
di- y/o policíclicos, que contienen dos grupos ceto y/o  
dos grupos hidroxí.

15 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1  
y 2, caracterizado porque el medio contiene 9,10-antraquino  
na.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones  
1 hasta 3, caracterizado porque en el medio los compuestos  
20 orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidroxí,  
se componen en como mínimo un 80% en peso de partículas  
con una granulometría inferior a 10  $\mu\text{m}$ .

5.- Procedimiento según las reivindicaciones  
1 hasta 4, caracterizado porque en el medio los compuestos  
25 orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidroxí,  
se componen en como mínimo un 80% de partículas con una  
granulometría inferior a 5  $\mu\text{m}$ .

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque el medio contiene agentes tensioactivos aniónicos.

5 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque el medio contiene lignin sulfonatos y/o productos de condensación de ácidos sulfónicos aromáticos y formaldehído como agentes tensioactivos.

10 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque el medio se compone de una mezcla pulverulenta que contiene un 30 hasta 98% en peso de uno o varios compuestos orgánicos, cíclicos, con teniendo grupos ceto y/o hidroxí, y un 2 hasta 70% en peso de uno o varios agentes tensioactivos.

15 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque el medio se compone de una dispersión que contiene un 30 hasta 70% en peso de uno o varios compuestos orgánicos, cíclicos, conteniendo grupos ceto y/o hidroxí, un 0,5 hasta 30% en peso de uno o varios agentes tensioactivos y como mínimo un 30% en peso de agua y/o disolventes orgánicos, miscibles con agua, con un punto de ebullición superior a 80°C.

20

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el medio contiene adicionalmente agentes de conservación, agentes para evitar el secado y/o medios para estabilizar dispersiones.

25

11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 10, caracterizado porque el medio se emplea en una cantidad de un 0,001 hasta 10% en peso (referido al material de lignocelulosa).

12.- Procedimiento para la obtención de celulosa, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 32 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

20 JUN 1979

Madrid,

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GONZÁLEZ ROMERO  
Director General de Investigación y Desarrollo