

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 806 475**

51 Int. Cl.:

D21C 3/02 (2006.01)

D21C 9/10 (2006.01)

D21C 9/16 (2006.01)

D21C 11/00 (2006.01)

D21H 11/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.04.2016** **PCT/HR2016/000014**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.10.2017** **WO17178849**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2016** **E 16722693 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2020** **EP 3443159**

54 Título: **Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
17.02.2021

73 Titular/es:

MIKULIC, MARINKO (100.0%)

Luksic Gornji 7

10000 Zagreb, HR

72 Inventor/es:

MIKULIC, MARINKO

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 806 475 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa

Campo técnico

- 5 La invención se refiere a un proceso continuo mejorado para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura, >90 %, y contenido de lignina <5 % p/p, a partir de materia prima tipo hierba triturada tal como miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Anderson).

Problema técnico

- 10 El problema técnico principal, resuelto por la presente invención, es la formación del novedoso proceso para la producción de pulpa de celulosa que tenga alta blancura, a partir de una materia prima tipo hierba de una manera eficaz. Esta manera eficaz se consigue usando tan poco como sea posible de productos químicos ambientalmente aceptables baratos y bajo condiciones de digestión y blanqueo tan suaves como sean posibles. Además, tal proceso debería asegurar la máxima conservación de las fibras naturales de celulosa de la materia prima de partida.

- 15 La fabricación de pulpa de celulosa convencional usa productos químicos basados en azufre con alto consumo de agua y energía o procesos basados en hidróxido de sodio más suaves pero con alto consumo de energía en la intensa dispersión ("dispersing") de pulpa, todo junto tiene un gran impacto negativo en conjunto sobre el medioambiente.

Los rasgos más importantes de cualquier producción de pulpa con éxito a partir de materia prima tipo hierba son para asegurar:

- 20 (i) digestión tan suave como sea posible del material vegetal triturado para eliminar la fracción no celulósica indeseada, principalmente lignina;
- (ii) el uso de fuerza de corte mecánica mínima incluyendo dispersión suave y procesamiento adicional de una suspensión de pulpa;
- (iii) blanqueo cuidadoso y eficaz; para conservar las fibras naturales de celulosa lo cual es la base clave para un papel de alta calidad;
- 25 (iv) eliminación eficaz de la lignina y otros subproductos no celulósicos hasta el nivel aceptable, preferiblemente a <5 % p/p; y con
- (v) regeneración eficaz de los productos químicos de digestión y el agua del procesamiento del licor negro para asegurar el ciclo cerrado del equilibrio del material de proceso y, por tanto, mínimo impacto ambiental.

- 30 El primer problema técnico resuelto con la invención descrita es el uso de reactivos químicos más suaves y optimizados durante las etapas de digestión y blanqueo y muy alta blancura, mayor que 90 %, evitando así condiciones de fabricación duras y de alto consumo de energía, productos químicos peligrosos y basados en azufre, y contaminación ambiental con aguas residuales que contienen residuos de todos estos productos químicos del procesamiento.

- 35 El problema técnico resuelto con la invención descrita es encontrar una solución dentro del marco de la tecnología química "verde", caracterizada por:

- (a) condiciones de digestión y blanqueo muy suaves con un novedoso sistema de blanqueo basado en peróxido de hidrógeno (H_2O_2) sin el uso de hidróxido de sodio;
- (b) alta concentración de la suspensión de celulosa durante la digestión; por tanto alta producción de celulosa por volumen (productividad);
- 40 (c) alta conservación de las fibras naturales de la materia prima usando condiciones suaves de las reacciones de digestión y blanqueo, así como mínima sollicitación mecánica durante la dispersión y el cribado opcional; y
- (d) la regeneración completa de los productos químicos de digestión y las aguas del proceso prácticamente sin afectar al medioambiente, de manera integrada, para la eliminación de la lignina y otros subproductos no celulósicos del licor gastado (negro) y el agua residual se acompaña de la regeneración de la solución de los
- 45 productos químicos de digestión - denominada "licor blanco".

- Según nuestro mejor conocimiento, esto es el primer proceso ecológico para la fabricación de pulpa de celulosa que se realiza a tales condiciones suaves de digestión, con muy bajo consumo de agua, bajo consumo de energía, que puede producir celulosa de muy alta blancura, mayor que 90 %, con <5 % de lignina, que puede producir papel de calidad superior de excelentes propiedades mecánicas. El proceso según esta invención funciona bien solamente
- 50 cuando se emplea materia prima tipo hierba.

Estado anterior de la técnica

La producción de pulpa de celulosa para la fabricación de papel a partir de materia prima vegetal renovable, de fácil crecimiento y más económica es de una importancia creciente en la industria papelera moderna. De esta manera, los procesos basados en madera clásicos llegan a ser reemplazados por materia prima tipo hierba como miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Anderson), pasto varilla (*Panicum virgatum*, Linne), sorgo (*Sorghum sp.*, Linne), carrizo (*Phragmites australis*, Cav.), caña (*Arundo donax*, Linne), paja de diversos cereales, etc.

Por ejemplo, miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Anderson) es una de la materia prima tipo hierba más adecuada para tal uso; véanse las referencias 1 y 2:

1) G. Wegener: "Pulping innovations in Germany", *Ind. Crops. Prod.* 1 (1992) 113-117;

2) C. Cappelletto, F. Mongardini, B. Barberi, M. Sannibale, M. Brizzi, V. Pignatelli: "Papermaking pulps from the fibrous fraction of *Miscanthus x giganteus*", *Ind. Crops. Prod.* 11 (2000) 205-210.

Dentro del proceso de fabricación de pulpa, la fase más importante es la digestión. Esto significa la cocción del material lignocelulósico triturado en la solución acuosa de los productos químicos de digestión adecuados. Existe diversos procesos de producción de pulpa en relación con los productos químicos usados. Las tecnologías más conocidas se basan en la digestión con soluciones de:

(i) productos químicos que contienen azufre: carbonato de sodio (Na_2CO_3) y sulfito de sodio (Na_2SO_3), hidróxido de magnesio [$\text{Mg}(\text{OH})_2$] y sulfito de magnesio (MgSO_3), hidróxido de amonio (NH_4OH) y sulfito de amonio [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$], hidrosulfato de calcio [$\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$], hidrosulfato de magnesio [$\text{Mg}(\text{HSO}_3)_2$], hidróxido de sodio (NaOH), sulfuro de sodio (Na_2S) y sulfato de sodio (Na_2SO_4);

(ii) productos químicos que no contienen azufre: carbonato de sodio (Na_2CO_3), hidróxido de sodio (NaOH); y

(iii) ácidos como el ácido nítrico (HNO_3).

Tal solución de los productos químicos de digestión también se conoce como "licor blanco", que representa o bien solución fresca o regenerada de los productos químicos de digestión. El licor blanco ayuda a eliminar los materiales no celulósicos, los cuales así se disuelven en la solución, dejando fibras de celulosa relativamente puras suspendidas en esta fase líquida.

La materia prima cocida con los materiales no celulósicos eliminados, es decir, una "pulpa", está, al final de la digestión, suspendida en la solución usada, la cual contiene diversas formas químicas de ingredientes vegetales no celulósicos y conserva los productos químicos de digestión. Esta fase acuosa se denomina el "licor negro". Por tanto, la pulpa después de la digestión es una suspensión de fibras de celulosa básicamente puras en el licor negro.

Con respecto al tipo de digestión, como uno de los aspectos tecnológicos más importantes de la fabricación de pulpa, los procesos que se basan en el uso disminuido de los productos químicos basados en azufre son de ventajas significativas. La razón más destacada es la ecológica. El uso de procesos sin azufre son de la más alta importancia en la conservación del medioambiente, evitando también los problemas de corrosión en el equipo de producción, así como los asuntos toxicológicos.

Uno de los procesos sin azufre más ecológicos usa tecnología basada en hidróxido de sodio. El uso de hidróxido de sodio (NaOH) como el único producto químico de digestión es conocido en la técnica y también específicamente en el procesado basado en materia prima tipo hierba tal como paja de arroz, esparto, junco, yute y otros. Uno de los procesos se realiza con solución acuosa al 5 % de hidróxido de sodio (NaOH) a 90 °C durante varias horas; véase la referencia 3:

3) GB 770.687; "Method of producing cellulose"; solicitante Aschaffenburg Zellstoffwerke (DE).

Las etapas de digestión se pueden realizar con calentamiento asistido por microondas (MO). Por tanto, Zhu y colaboradores describieron el proceso de pretratamiento de miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Anderson) con solución de hidróxido de sodio (NaOH) a temperaturas muy altas (130 a 200 °C) a presiones elevadas durante 20 minutos bajo calentamiento por MO. Tal miscanto pretratado dio además un rendimiento mucho mejor en la hidrólisis catalizada por ácido sulfúrico (H_2SO_4) a glucosa como materia prima para la fermentación en bioetanol; véase la referencia 4:

4) Z. Zhu, D. J. Macquarrie, R. Simister, L. D. Gomez, S. J. McQueen-Mason: "Microwave assisted chemical pretreatment of *Miscanthus* under different temperature regimes", *Sustain. Chem. Process* 3 (2015) DOI: 10.1186/s40508-015-0041-6.

Aunque este proceso se centra en la producción de glucosa a partir de miscanto, tal pretratamiento sugiere algo de potencial en el uso de MO para la digestión de miscanto. Por supuesto, las condiciones de reacción descritas en la referencia 4 son muy duras y claramente no compatibles con la producción de fibras de celulosa de alta calidad con alta blancura.

Además de la digestión, el blanqueo es otra etapa clave importante en la fabricación de celulosa de alta blancura es la etapa de blanqueo. Los sistemas más comunes para el blanqueo de celulosa son aquellos basados en los sistemas que contienen cloro, por ejemplo, hipoclorito de sodio (NaOCl), o sistemas basados en peróxido de hidrógeno (H_2O_2), siendo estos últimos los preferidos.

5 Por tanto, la patente GB681661 describe un proceso para blanquear la pulpa de celulosa mediante el uso del siguiente sistema de blanqueo:

(a) 0,30 a 1,75 % de peróxido de hidrógeno (H_2O_2);

(b) 0,75 a 3,25 % de hidróxido de sodio (NaOH);

(c) 20 a 65 % de pulpa de celulosa (materia seca); y

10 (d) agua del proceso hasta el 100 %;

a temperaturas por debajo de $54,4^\circ\text{C}$ (130°F). Opcionalmente, la solución de silicato de sodio ($\text{xNa}_2\text{O}\cdot\text{ySiO}_2$) se usa como un estabilizador de peróxido de hidrógeno; véase la referencia 5:

5) Documento GB681661A; "Treatment of Chemical Pulp"; solicitante: Buffalo Electro-Chemical Co., Inc. (US).

15 Este documento sugiere el uso de una combinación de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) e hidróxido de sodio (NaOH) como el sistema de blanqueo para materiales celulósicos a condiciones de reacción relativamente suaves, por debajo de $54,4^\circ\text{C}$. El uso de solución de silicato de sodio se menciona solamente en el contexto de su acción estabilizante sobre H_2O_2 .

20 La presente invención también se basa en blanqueo con peróxido de hidrógeno (H_2O_2), pero la principal diferencia crucial y ventajosa está en el uso de una combinación de solución de H_2O_2 y silicato de sodio ($\text{xNa}_2\text{O}\cdot\text{ySiO}_2$), básicamente sin el uso de hidróxido de sodio (NaOH) como coreactivo que, en la reacción con H_2O_2 , genera concentración en equilibrio de aniones de hidropéroxido (HOO^-) como especie oxidante real.

Además del calentamiento convencional en el proceso de blanqueo de pulpa de celulosa, también se ha empleado calentamiento asistido por microondas (MO). De esta manera, Law describió el método y el aparato para el blanqueo asistido por MO de pulpa de celulosa; véase la referencia 6:

25 6) Documento CA2038651A1; K. N. Law: "Method and apparatus for bleaching pulps"; solicitantes: K. N. Law, J. L. Valade (US).

30 Además, Law y colaboradores describieron el método para el blanqueo de pulpa de celulosa mediante el uso de calentamiento por MO y una combinación de productos químicos blanqueadores que consiste en peróxido de hidrógeno (H_2O_2) e hidróxido de sodio (NaOH). En este proceso, la solución de silicato de sodio también se puede emplear opcionalmente como el estabilizador para H_2O_2 ; véase la referencia 7:

7) K. N. Law, S. G. Luo, J. L. Valade: "Characteristics of Peroxide Bleaching of Microwave-Heated Thermomechanical Pulps", *J. Pulp Paper Sci.* 19 (1993) J181-J-186.

35 Ambos documentos enseñan que, en general, se puede usar MO como medio de calentamiento alternativo en los procesos de blanqueo de pulpa de celulosa. Sin embargo, estos documentos permanecen en silencio sobre el efecto del sistema de peróxido de hidrógeno (H_2O_2)-silicato de sodio ($\text{xNa}_2\text{O}\cdot\text{ySiO}_2$) combinados, sin el uso de hidróxido de sodio (NaOH) altamente alcalino, sobre la eficacia (rendimiento, calidad y blancura) del blanqueo de pulpa de celulosa a partir de materia prima tipo hierba.

40 Además, un rasgo del proceso para la fabricación de pulpa de celulosa de muy alta blancura es ciertamente si los productos químicos de cocción de la fase de digestión se eliminan de la pulpa o se pueden retener en la pulpa antes de la etapa de blanqueo.

Los procesos antiguos realizaban la eliminación del líquido negro que contiene los productos químicos de digestión, lignina, y otros subproductos no celulósicos.

45 Abu y colaboradores describieron un proceso para la producción de material de celulosa fibroso que incluye: (1) triturar el material vegetal, (2) mezclarlo con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) acuosa al 0,5 a 1 %, (3) tamizar, (4) pasar el material así obtenido desde la extrusora en donde se mezcla el material con peróxido de hidrógeno (H_2O_2) a 120 a 150°C a 2×10^6 Pa (20 bar), y (5) descargarlo fuera de la extrusora y lavarlo con agua; véase la referencia 8:

8) Documento DE19603491A1; "Production of fibrous cellulose material free from other plant components"; solicitantes: S. I. Abu, D. Kistmacher, R. Berg (DE).

Este documento sugiere la posibilidad de procesamiento continuo del material vegetal que contiene celulosa con productos químicos de digestión tales como hidróxido de sodio (NaOH) y blanqueo adicional con peróxido de hidrógeno (H₂O₂), sin el uso de lavado intermedio de los productos químicos de digestión (NaOH) antes del blanqueo.

- 5 La presente invención también se caracteriza por uno de los detalles clave que no implica el lavado de los productos químicos de cocción restantes después de la fase de digestión, sino que directamente se somete a etapas de dispersión y blanqueo.

Sin embargo, la diferencia clave entre el proceso de la presente invención y del documento DE19603491A1 está en los hechos de que el proceso anterior usa:

- 10 (i) sistema de digestión basado en concentraciones optimizadas específicas de los productos químicos de digestión NaOH y NaCl; y
- (ii) sistema de blanqueo basado en también concentraciones específicas y optimizadas de H₂O₂ y silicato de sodio, básicamente sin NaOH adicional.

- 15 Mikulic describió un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa a partir de materia prima tipo hierba tal como miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson), usando un digestor vertical con paredes internas lisas sin ningún elemento de cribado o mezcla dentro, mediante el uso de productos químicos de cocción muy diluidos, hidróxido de sodio (NaOH) y cloruro de sodio (NaCl) o sulfito de sodio (Na₂SO₃), con la siguiente composición media de la suspensión de digestión:

- (a) 0,90 % a 1,50 % p/p de NaOH;
- 20 (b) 0,15 % a 0,40 % p/p de NaCl o Na₂SO₃;
- (c) 15 a 18 % p/p de materia prima tipo hierba triturada; y
- (d) agua del proceso hasta el 100 %;

en donde el proceso de digestión se calienta por medios convencionales, o bien a través de calentamiento directo del digestor o con medio de calentamiento; véase la referencia 9.

- 25 Además de un nuevo tipo de digestor vertical simplificado, este proceso también se basa en el posterior procesamiento de la pulpa cocida dentro del dispositivo de cribado y fraccionamiento que aísla una fracción de pulpa de celulosa buena y separa la inapropiada. Esta última se somete además a molienda de pulpa en uno o más molinos de pulpa adecuados produciendo la pulpa de celulosa apropiada. Esta además se puede blanquear opcionalmente con productos químicos blanqueadores convencionales para producir celulosa de alta calidad
- 30 adecuada para la producción de papel.

Según nuestro mejor conocimiento, este es el documento de la técnica anterior más detallado para la presente invención; véase la referencia 9:

9) Documento WO2015/150841A1; M. Mikulic: "A continuous process for production of cellulose pulp from grass-like feedstock"; solicitante: M. Mikulic.

- 35 Al contrario que el documento WO2015/150841A1, el proceso de la presente invención emplea una combinación de:
- (a) concentración específica y optimizada de los productos químicos de digestión, hidróxido de sodio (NaOH) y cloruro de sodio (NaCl), y a un contenido inferior de materia prima en la suspensión de digestión, 10 a 15 % p/p de materia seca;
- (b) dispersión; básicamente sin la eliminación de los productos químicos de cocción restantes, posteriormente,
- 40 (c) proceso de blanqueo modificado basado en soluciones de peróxido de hidrógeno (0,50 a 2,00 % p/p de H₂O₂) y silicato de sodio (0,50 a 2,00 % p/p de xNa₂O·ySiO₂) de concentraciones específicas y optimizadas, básicamente sin uso de hidróxido de sodio (NaOH) adicional con el propósito de blanqueo; así como
- (d) regeneración electrolítica integrada de los productos químicos de cocción y el aislamiento de lignina y otros subproductos, lo cual posibilita la fabricación de celulosa de alta eficacia con ciclo completamente cerrado de los
- 45 materiales del proceso.

Los procesos de digestión (a) y blanqueo (c) se pueden realizar mediante calentamiento asistido por microondas (MO) con buenos resultados comparables dentro del periodo significativamente más corto de tiempo para cada etapa.

- 50 La combinación de las etapas (a)-(c) da como resultado pulpa de celulosa de muy alta calidad de muy alta blancura, >90 %, con <5 % p/p de lignina, la cual no se puede producir mediante el proceso descrito en la referencia 9.

La eliminación de la lignina y otros subproductos de la solución licor negro mediante el uso de reactor electrolítico (célula) es conocida en la técnica. Ejemplo típico de tal tecnología fue descrito por Edel y colaboradores; véase la referencia 10:

- 5 10) Documento US4584076A; E. Edel, J. Feckl, C. Grambov, A. Huber, D. Wabner: "Process for obtaining lignin from alkaline solutions thereof"; solicitante: MD Organocell Zellst Umwelttec (DE).

En resumen, durante la electrolisis de la solución licor negro mediante el uso de corriente directa (CD) dentro de los electrodos adecuados, la lignina y otros subproductos se separan en el compartimiento del ánodo, mientras que la regeneración de hidróxido de sodio (solución de cocción o licor blanco) se regenera en el compartimiento del cátodo.

- 10 El proceso de esta invención usa en líneas generales reactor electrolítico similar para la eliminación de la lignina y otros subproductos y para la regeneración en paralelo de los productos químicos de cocción, solución de NaOH + NaCl (licor blanco), pero la diferencia principal y crucial está en el hecho de que el proceso electrolítico en esta invención funciona con la solución licor negro que comprende lignina de sodio y cloruro de sodio (NaCl) diluidos. De esta manera, la solución licor negro de esta invención es de mejor conductancia debido a la presencia de cloruro de sodio, mientras que el proceso de la referencia 10 se basa en el procesamiento de lignina de sodio sola de la tecnología Organosolv para la fabricación de celulosa.

15 El proceso de la presente invención proporciona celulosa de muy alta calidad de muy alta blancura, >90 %, a alto rendimiento, a muy bajo consumo de agua y energía.

La tecnología para la producción de pulpa de celulosa a partir de materia prima tipo hierba según esta invención representa una tecnología novedosa e inventiva, como se describe en la descripción detallada de la invención.

20 **Compendio de la invención**

La presente invención describe un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura a partir de materia prima vegetal tipo hierba. Comprendiendo el proceso las etapas de:

- 25 (i) preparación de la materia prima vegetal tipo hierba mediante trituración para producir una materia prima con tamaño longitudinal distribuido de 5 a 30 mm y diámetro de 0,1 a 2 mm, y con partículas de polvo finas eliminadas mediante desempolvamiento de dicha materia prima con ventilador;

(ii) digestión continua de una materia prima vegetal sin polvo tipo hierba preparada en la etapa (i) en un digestor continuo (1) formado como una columna longitudinal internamente equipada con un transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento; en donde la materia prima vegetal tipo hierba se alimenta de manera continua directamente en la parte superior de dicho digestor por el transportador (4);

- 30 en donde paralelamente a dicha alimentación de materia prima, los productos químicos para la digestión, hidróxido de sodio (NaOH) y cloruro de sodio (NaCl), y agua fresca y/o el licor blanco regenerado, se introducen de manera continua en la parte superior de dicho digestor (1); manteniendo la temperatura de digestión de 70 a 120 °C y la composición media de la suspensión así formada durante dicha digestión continua se mantiene dentro de los siguientes intervalos:

- 35 (a) 0,50 a 2,00 % p/p de NaOH;
- (b) 0,50 a 1,50 % p/p de NaCl;
- (c) 10 a 15 % p/p de materia prima vegetal tipo hierba; y
- (d) agua del proceso; hasta el 100 % p/p de la suspensión;

en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total;

- 40 en donde una disolución de las sustancias no celulósicas de la materia prima vegetal tipo hierba se da durante la transferencia de masa de uno a otro lado de dicho digestor longitudinal que dura 1,5 a 3 horas;

- (iii) en donde la pulpa cocida se descarga de manera continua, a la misma tasa que a la que se alimenta la materia prima dentro del digestor (1), de dicho digestor (1), por el transportador, directamente dentro del dispersor ("disperger") (5), en donde la pulpa de celulosa suspendida se somete a principal dispersión, produciendo fibras de celulosa finamente dispersadas;

(iv) en donde la suspensión fina así obtenida de la pulpa de celulosa dispersada se somete además a blanqueo:

- (a) sin ninguna eliminación de los productos químicos de la fase de digestión (ii); y
- (b) sin el uso de NaOH adicional con el propósito de blanqueo; y

en donde la pulpa de celulosa dispersada se alimenta de manera continua dentro del reactor de blanqueo continuo (6) que, análogamente al digestor (1), está formado como una columna longitudinal internamente equipada con transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento;

en donde los productos químicos blanqueadores son:

- 5 (a) solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) acuosa al 20 a 40 % p/p ; y
- (b) solución de silicato de sodio ($xNa_2O \cdot ySiO_2$) acuosa al 30 a 45 % con la relación molar $Na_2O:SiO_2=1:1$ a 3,3:1; los cuales se introducen a través del colector (7) dentro del reactor de blanqueo (6), manteniendo la temperatura de blanqueo de 70 a 100 °C, durante 45 minutos a 1,5 h, y la composición media de la suspensión así formada durante el proceso de blanqueo completo se mantiene dentro de los siguientes intervalos:
- 10 (a) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de H_2O_2 ;
- (b) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de $xNa_2O \cdot ySiO_2$;
- (c) 10 a 15 % p/p de celulosa; y
- (d) agua del proceso; hasta el 100 % p/p de la suspensión;
- 15 en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total;
- (v) la suspensión de la pulpa de celulosa blanqueada así obtenida, descargada de la etapa de blanqueo (iv), opcionalmente se procesa más a través del dispersor (8); y a continuación se transfiere a la desagadora (9);
- (vi) en donde la pulpa de celulosa blanqueada y finalmente además dispersada se desagua, se separa del líquido negro produciendo:
- 20 (a) pulpa de celulosa blanqueada de 10 a 15 % p/p en materia seca; y
- (b) el licor negro que contiene lignina y otros subproductos de cocción y blanqueo; y
- (vii) la pulpa de celulosa blanqueada se lava además en el recipiente de lavado (12) con agua fresca adicional, que se introduce a través del colector (13), dando:
- 25 (a) pulpa de celulosa blanqueada y lavada final, de muy alta blancura, mayor que 90 %, de 10 % p/p en materia seca, y contenido de lignina >5 % p/p, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (14); y
- (b) cantidad adicional de agua del proceso de lavado, que se transfiere por el colector (15), junto con el licor negro de la etapa de desagüe (vi), que se transporta por el colector (10), al reactor electrolítico (19);
- 30 (viii) en donde el licor negro y el agua del proceso de lavado se someten a electrolisis con la corriente eléctrica directa (CD) entre dos electrodos, a potencial eléctrico de 3 a 30 V, y densidad de corriente eléctrica de 1 a 10 A/dm², a 10 a 95 °C, en donde la lignina y los subproductos se separan en la parte superior de la solución de electrolito en el compartimento del ánodo, y de manera continua se eliminan del reactor electrolítico; y
- en donde la solución de electrolito resultante con solución de NaOH y NaCl regenerada, que representa el licor blanco, se regenera del compartimento del cátodo de vuelta al proceso de cocción, por el colector (21), al digestor continuo (1), cerrando así el proceso completo de fabricación de celulosa.
- 35 El proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según la presente invención además implica opcionalmente las siguientes etapas de fabricación:
- (ix) cribado y fraccionamiento, en donde la suspensión diluida de la etapa (vii) se procesa a través de un dispositivo de cribado y fraccionamiento (22) equipado con tamiz de 0,1 a 0,5 mm, produciendo dos fracciones;
- 40 (a) la primera fracción que no pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm; y
- (b) la segunda fracción que pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm, que se considera una pulpa de celulosa buena de muy alta blancura, mayor que 90 %, adecuada para la fabricación de papel de calidad superior o láminas de celulosa, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (23); y
- 45 (x) molienda de la pulpa de celulosa; en donde la (a) fracción de la pulpa de celulosa de la etapa (ix), se somete a uno o dos procesamientos posteriores a través de los molinos de pulpa (24,25) produciendo la pulpa de celulosa, que se transfiere, por el colector (26), al dispositivo de cribado y fraccionamiento (22).

En otra realización de esta invención, los productos químicos de cocción para la etapa de digestión (ii) se introducen como una mezcla de soluciones acuosas concentradas de 20 a 50 % p/p de NaOH y 10 a 30 % p/p de NaCl.

La fase de digestión continua (ii) se lleva a cabo preferiblemente a 90 a 100 °C.

- 5 Además, en otra realización de la presente invención, los productos químicos blanqueadores para la etapa de blanqueo (iii) se introducen al reactor de blanqueo continuo (6) en forma de soluciones acuosas concentradas de 30 a 45 % p/p de silicato de sodio ($x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2$); y 20 a 40 % p/p de peróxido de hidrógeno (H_2O_2).

El proceso de blanqueo continuo se realiza preferiblemente a 85 a 100 °C.

- 10 El proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según la presente invención se puede llevar a cabo alternativamente mediante el uso de calentamiento asistido por microondas (MO). En este caso, las unidades de calentamiento en el digestor continuo (1) y/o el reactor de blanqueo continuo (6) son magnetrones generadores de microondas (MO).

- 15 La materia prima tipo hierba que se puede procesar por el proceso de esta invención incluye los tallos de especies vegetales seleccionadas del grupo de: trigo (*Triticum vulgare*, Linne); arroz (*Oryza sativa*, Linne); cebada (*Horedum vulgare*, Linne); avena (*Avena sativa*, Linne); lino (*Linum usitatissimum*, Linne); maíz (*Zea mays*, Linne); mijos: mijo (*Panicum miliaceum*, Linne), mijo perla (*Pennisetum glaucum*, Linne); "browntop millet" (*Panicum ramosum*, Linne), y mijo japonés (*Echinochloa frumentaceae*, Linne); triticale ($x\text{Triticosecale}$, Wittm. ex A. Camus); trigo sarraceno (*Fagopyrum esculentum*, Moench); miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson); pasto varilla (*Panicum virgatum*, Linne); sorgo (*Sorghum sp.*, Linne); carrizo (*Phragmites australis*, Cav.), caña (*Arundo donax*, Linne), caña de seda (*Neyraudia reynaudiana*, Kunth.), enea (*Typha sp.*, Linne), papiro (*Cyperus papyrus*, Linne), esparganio (*Sparganium sp.*, Linne), junco de techo de paja (*Thamnochortus insignis*, Linne); esparto (*Stipa tenacissima*, Linne y *Lygeum spartum*, Linne); yute (*Corchorus olitorius*, Linne); bambú (*Bambusoideae sp.*; Linne); bagazo; o mezcla de las mismas.
- 20

En un caso específico, la materia prima tipo hierba es miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson).

Breve descripción de los dibujos

- 25 Figura 1 - muestra un diagrama de bloques del proceso para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura a partir de materia prima tipo hierba triturada según la invención; las etapas claves son: digestión continua, dispersión, blanqueo continuo, dispersión opcional, desagüe que elimina el licor negro, y lavado de la pulpa resultante produciendo pulpa de celulosa blanca.

- 30 El licor negro opcionalmente se evapora parcialmente y se procesa más mediante electrolisis, aislando la lignina y otros subproductos no celulósicos, y para regenerar la solución de los productos químicos de cocción.

En las etapas de digestión y blanqueo, se puede emplear opcionalmente calentamiento por microondas (MO); marcado con línea discontinua.

- 35 Figura 2 - muestra un diagrama de bloques del proceso para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura según la invención; con énfasis en las etapas adicionales: cribado y fraccionamiento y molienda de la pulpa de celulosa, las cuales se realizan opcionalmente.

En las etapas de digestión y blanqueo, se puede emplear opcionalmente el calentamiento por microondas (MO); marcado con línea discontinua.

Descripción detallada de la invención

- 40 La invención se refiere a un proceso continuo mejorado para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura, mayor que 90 %, de 10 % p/p de materia seca, y contenido de lignina <5 % p/p, a partir de materia prima tipo hierba triturada tal como miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson).

Tal materia prima tipo hierba normalmente contiene aproximadamente 30 a 45 % p/p de celulosa con 15 a 32 % p/p de lignina; véase la referencia 11 de la bibliografía:

- 45 11) C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, R. Santas: "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production", *Industrial Crops Prod.* 19 (2004) 245-254.

Gran parte de esta lignina se tiene que eliminar de una manera muy suave para asegurar la conservación máxima de las fibras de celulosa para pulpa de celulosa de calidad para papel de calidad superior de muy alta blancura.

Según la presente invención, el proceso se realiza de una manera continua a través de varias fases de fabricación, como se muestra en las Figuras 1 y 2:

- 50 (i) Preparación de la materia prima vegetal tipo hierba

La materia prima se prepara mediante trituración, para producir un material con tamaño longitudinal distribuido de 5 a 30 mm y diámetro de 0,1 a 2 mm. La trituración del material de partida tipo hierba se lleva a cabo por dispositivos convencionales para la trituración o se suministra directamente desde los campos, si los cultivos se recogieron por cosechadora adecuada equipada con dispositivo de corte adecuado produciendo el material vegetal de las dimensiones de partículas anteriormente indicadas.

Principalmente, la trituración se debería realizar de una manera suave produciendo material fibroso predominantemente trituración a lo largo de las fibras, para conservarlas.

Esta es la razón por la que la trituración no se muestra en la Figura 1, debido a que representa o bien pretratamiento convencional o incluso se puede llevar a cabo durante la cosecha en el campo.

A continuación, el material triturado se somete a desempolvamiento mediante la eliminación de material vegetal fino, polvoriento, no fibroso el cual de otra manera reduciría la calidad de la pulpa de celulosa resultante. Esto se hace por ventilador adecuado que produce una fuerte circulación de aire que permite soplar lejos las partículas ligeras finas.

Este polvo fino no entra en absoluto en el proceso, ahorrando así cantidades significativas de productos químicos de digestión que de otra manera se gastaría a través de la reacción de este material con hidróxido de sodio (NaOH). Además, los efluentes no se contaminan con tal nivel de materia orgánica, que afectaría significativamente de manera negativa el medioambiente. Este material fino no fibroso principalmente procede de la parte central de los tallos de la planta. En el caso de miscanto, el porcentaje de esta fracción es aproximadamente de 8 a 9 % p/p.

Por tanto, el polvo no fibroso fino recogido se puede usar en el proceso como combustible en la producción de energía o como material de partida en la fabricación de xilano.

(ii) Digestión continua de la materia prima vegetal tipo hierba

La digestión continua o la cocción de un materia prima vegetal sin polvo tipo hierba preparada en la etapa (i) se realiza en un digestor continuo (1) formado como una columna longitudinal, internamente equipada con transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento, en donde la materia prima vegetal tipo hierba se alimenta de manera continua directamente en la parte superior de dicho digestor por el transportador (4).

Paralelamente a dicha alimentación de materia prima, los productos químicos para la digestión, hidróxido de sodio (NaOH) y cloruro de sodio (NaCl), y agua fresca y/o el licor blanco regenerado, se introducen de manera continua en la parte superior de dicho digestor (1); manteniendo la temperatura de digestión de 70 a 120 °C y la composición media de la suspensión así formada durante dicha digestión continua se mantiene dentro de los siguientes intervalos:

- (a) 0,50 a 2,00 % p/p de NaOH;
- (b) 0,50 a 1,50 % p/p de NaCl;
- (c) 10 a 15 % p/p de materia prima vegetal tipo hierba; y
- (d) agua del proceso; hasta el 100 % p/p de la suspensión;

en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total.

Bajo esta digestión (cocción) de la materia prima tipo hierba, la disolución de las sustancias no celulósicas se da durante la transferencia de masa de uno a otro lado de dicho digestor longitudinal. La fase de digestión o cocción dura 1,5 a 3 horas.

Preferiblemente, el proceso de digestión continua según esta invención se realiza mediante la introducción de productos químicos de cocción como soluciones acuosas concentradas de 20 a 50 % p/p de hidróxido de sodio (NaOH) y 10 a 30 % p/p de cloruro de sodio (NaCl). Alternativamente las soluciones de hidróxido de sodio y cloruro de sodio se pueden añadir como una mezcla previamente preparada.

En relación con la temperatura del proceso de digestión, el intervalo preferido es de 90 a 100 °C.

(iii) Dispersión continua

La pulpa de celulosa cocida se descarga de manera continua, a la misma tasa que a la que se alimenta la materia prima dentro del digestor (1), de dicho digestor (1), por el transportador, directamente dentro del dispersor (5) para realizar la fase de dispersión (iii), en donde la pulpa de celulosa suspendida se somete a principal dispersión, produciendo fibras de celulosa finamente dispersadas/separadas.

El uso de dispersor (5) en esta fase del proceso es absolutamente esencial para la pulpa de celulosa de alta calidad.

(iv) Blanqueo continuo

La suspensión fina así obtenida de pulpa de celulosa dispersada, después del dispersor (5), se somete además a la fase de blanqueo (iv):

- (a) sin ninguna eliminación de los productos químicos de la fase de digestión (ii); y
- (b) sin el uso de NaOH adicional con el propósito de blanqueo.

5 En la fase de blanqueo (iv), la pulpa de celulosa previamente dispersada se alimenta de manera continua en el reactor de blanqueo continuo (6) que es,

(b) sin el uso de NaOH adicional con el propósito de blanqueo.

10 En la fase de blanqueo (iv), la pulpa de celulosa previamente dispersada se alimenta de manera continua en el reactor de blanqueo continuo (6) que está formado, análogamente al digestor (1), como una columna longitudinal internamente equipada con transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento.

El blanqueo se lleva a cabo con una solución de los productos químicos blanqueadores que son:

- (a) solución de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) acuosa al 20 a 40 % p/p;
- (b) solución de "waterglass" o silicato de sodio ($xNa_2O \cdot ySiO_2$) acuosa al 30 a 45 % p/p con la relación molar $Na_2O:SiO_2=1:1$ a $3,3:1$; y
- (c) básicamente sin el uso de hidróxido de sodio (NaOH) adicional.

Estos se introducen a través del colector (7) dentro del reactor de blanqueo (6), manteniendo la temperatura de blanqueo de 70 a 100 °C, durante 45 minutos a 1,5 h.

La composición media de la suspensión así formada durante el proceso de blanqueo completo se mantiene dentro de los siguientes intervalos:

- 20 (a) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de H_2O_2 ;
- (b) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de $xNa_2O \cdot ySiO_2$;
- (c) 10 a 15 % p/p de celulosa; y
- (d) agua del proceso; hasta el 100 % p/p de la suspensión;

25 en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total. Preferiblemente, el proceso de blanqueo continuo según la presente invención se lleva a cabo a temperaturas de 85 a 100 °C.

30 Además, los productos químicos blanqueadores preferiblemente se introducen en el reactor de blanqueo continuo (6) por separado en la forma que es bien conocida en la técnica. Ejemplo típico de dicho blanqueador óptico es Tinopal ABP-A líquido (de CIBA Specialty Chemicals Corporation), el cual contiene 22 a 24 % de materia seca de blanqueador fluorescente de tipo triazinil estilbeno. Tales productos generalmente se añaden a dosis de 0,25 a 0,50 % al contenido de materia seca de pulpa de celulosa.

Este tratamiento se puede realizar para incrementar más la blancura de la celulosa final cuando se fabrican los productos de calidad superior, la máxima posible.

(v) Dispersión continua (opcional)

35 A continuación, la suspensión de la pulpa de celulosa blanqueada así obtenida, descargada de la etapa de blanqueo (iv), opcionalmente se somete además a dispersión adicional (fase v), a través del dispersor (8).

(vi) Desagüe continuo

En la fase adicional (vi), la pulpa de celulosa se transfiere a la desaguadora (9), en donde la pulpa de celulosa blanqueada y finalmente además dispersada se desagua, se separa del licor negro produciendo:

- 40 (a) pulpa de celulosa blanqueada de 10 a 15 % p/p de materia seca; y
- (b) el licor negro que contiene lignina y otros subproductos de cocción y blanqueo.

El licor negro de la etapa de desagüe (vi) se transporta por el colector (10) al reactor electrolítico (19) para la regeneración de la solución de los productos químicos de cocción y el aislamiento de lignina y otros subproductos no celulósicos.

En la presente invención, el término “licor negro” incluye el efluente del proceso de ambas fases de digestión (ii) y blanqueo (iv); contiene hidróxido de sodio residual (NaOH), cloruro de sodio (NaCl), lignina solubilizada, otros subproductos no celulósicos, y finalmente trazas de peróxido de hidrógeno restantes.

- 5 Alternativamente, el licor negro se puede concentrar parcialmente en el evaporador (16) para producir agua regenerada que se transporta de vuelta a la etapa de lavado (vii) y el licor negro concentrado que se lleva al reactor electrolítico (19) por el colector (18).

(vii) Proceso de lavado continuo

La pulpa de celulosa blanqueada además se lava (fase vii) en el recipiente de lavado (12) con agua fresca adicional, que se introduce a través del colector (13), dando:

- 10 (a) pulpa de celulosa blanqueada y lavada final de muy alta blancura, mayor que 90 %, de 10 % p/p de materia seca, y contenido de lignina >5 % p/p, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (14); y
- (b) cantidad adicional de agua del proceso de lavado, que se transfiere por el colector (15), junto con el licor negro de la etapa de desagüe (vi), que se transporta por el colector (10), al reactor electrolítico (19).

- 15 En la presente invención, el término “agua del proceso de lavado” incluye el efluente de proceso del proceso de lavado continuo (fase vii); contiene residuos del licor negro que siempre permanecen adsorbidos sobre las fibras de celulosa dentro de la pulpa que sale de la fase de desagüe (vi). Por lo tanto, el agua del proceso de lavado es más probable como licor negro muy diluido.

(viii) Regeneración electrolítica continua de la solución de los productos químicos de cocción y aislamiento de lignina y otros subproductos no celulósicos

- 20 La regeneración electrolítica continua de la solución de los productos químicos de cocción (licor blanco) y el aislamiento de lignina y otros subproductos no celulósicos se realiza o bien:

(a) directamente con licor negro combinado que llega por el colector (10) y el agua del proceso de lavado que llega por el colector (15), sin concentración previa en el evaporador (16); u

- 25 (b) opcionalmente, el licor negro combinado y el agua del proceso de lavado se concentran particularmente en el evaporador (16) produciendo licor negro concentrado que se transfiere por el colector (18) al reactor electrolítico (19).

En el caso de la concentración opcional del licor negro, el grado opcional de la concentración de licor negro es preferiblemente hasta 0,9 a 1,05 p/p de sodio (como Na⁺) en el licor negro concentrado que entra en el reactor electrolítico (19).

- 30 El término “evaporador” implica no solamente los dispositivos de evaporación clásicos que se basan en o bien destilación o destilación al vacío, sino también todos los otros medios de eliminación del agua de las soluciones acuosas, por ejemplo, por ósmosis inversa, proceso de intercambio iónico, electrodesionización, etc.

- En el reactor electrolítico (19), o bien el licor negro combinado original (“tal como es”) (a) o el licor negro concentrado (b) se somete a electrolisis con corriente eléctrica directa (CD) entre dos electrodos, a potencial eléctrico de 3 a 30 V, y densidad de corriente eléctrica de 1 a 10 A/dm², a 10 a 95 °C, en donde la lignina y los subproductos se separan en la parte superior de la solución de electrolito en el compartimento del ánodo, y se elimina de manera continua del reactor electrolítico.
- 35

- La eliminación electrolítica de lignina se realiza en la célula electrolítica similar o idéntica a las descritas en la referencia 10 de la bibliografía, en donde los compartimentos del cátodo y el ánodo están separados por una membrana o diagrama semipermeable adecuado.
- 40

Los electrodos, el cátodo y el ánodo, están hechos de materiales electro-conductivos adecuados resistentes a productos químicos altamente reactivos formados en sus compartimentos, por ejemplo, a NaOH de alto valor de pH. Tales materiales adecuados son: metales tales como acero al carbono o aceros inoxidables, grafito, magnetita, etc.

- Preferiblemente, el cátodo está hecho de un acero al carbono, por ejemplo, de tipo A36, o aceros inoxidables, por ejemplo, de tipos AISI 304, 316, 321, mientras que el ánodo está formado de grafito o magnetita.
- 45

Los electrodos se pueden formar en diversas formas, de las cuales las placas y la malla de alambre son las preferidas.

- El diafragma está hecho de materiales seleccionados del grupo que comprende: amianto, lana de roca (lana de piedra), cemento Portland, óxido de aluminio (Al₂O₃), dióxido de titanio (TiO₂), dióxido de zirconio (ZrO₂), polietileno (PE), polietersulfona (PES), cloruro de polivinilo (PVC), politetrafluoroetileno (PTFE; Teflon®), fluoruro de
- 50

polivinilideno (PVDF), politetrafluoroetileno sulfonado (Nafion®), arcilla y silicato de sodio, de combinaciones de dichos materiales, o de otros materiales químicamente resistentes adecuados.

Preferiblemente, la eliminación electrolítica de lignina y la regeneración del licor blanco se conduce a un potencial eléctrico de 3 a 10 V y densidad de corriente eléctrica de 3 a 7 A/dm².

5 El licor negro alcalino del proceso de fabricación de celulosa se introduce en el compartimento del ánodo.

Durante la electrolisis de la solución licor negro la lignina y otros subproductos se separan en la parte superior de la solución de electrolito del compartimento del ánodo (+), y se sacan del proceso por medios mecánicos convencionales, por el colector o similar.

10 La separación de la lignina dentro del compartimento del ánodo (+) se facilita mediante la evolución del oxígeno gaseoso (O₂) como un subproducto de la electrolisis del agua acompañante.

A la vez, en el compartimento del cátodo (-) la reacción principal es evolución de hidrógeno (H₂), que se acompaña de concentración creciente de hidróxido de sodio (NaOH). La solución de hidróxido de sodio así regenerada del compartimento del cátodo, junto con cloruro de sodio (NaCl) que permanece en la solución, se transporta de vuelta al digestor (1) por el colector (21).

15 La solución de electrolito resultante con solución regenerada de hidróxido de sodio (NaOH) y cloruro de sodio (NaCl), que representa el licor blanco, se regenera de vuelta al proceso de digestión/cocción, por el colector (21), al digestor continuo (1), cerrando el proceso de fabricación de celulosa completo.

20 En la presente invención, el término "licor blanco" incluye el efluente del proceso de la fase (viii) de la regeneración electrolítica continua de la solución de los productos químicos de cocción, NaOH y NaCl. Contiene principalmente hidróxido de sodio y cloruro de sodio diluidos, con cantidades traza de lignina y otros productos no celulósicos que se originan del licor negro.

La lignina se está separando en la parte superior de la solución de electrolito en el compartimento del cátodo y se está eliminando de manera continua por el colector convencional tipo transportador (20).

25 La presencia de estas cantidades trazas de ingredientes residuales de origen vegetal no influye en el rendimiento del proceso completo y la calidad de la pulpa de celulosa final tras el uso de este licor blanco regenerado como el único agua del proceso durante los ciclos de proceso repetidos.

30 El término "reactor electrolítico" en la presente invención incluye solo o una batería (serie) de varios o un gran número de células electrolíticas combinadas. Esto depende de la capacidad o la escala de la fabricación de la pulpa de celulosa usando el proceso según esta invención. Por ejemplo, la instalación de fabricación mayor puede comprender una serie de 10 a 100 células electrolíticas. En el caso de instalación de fabricación de alto tonelaje, tal "reactor electrolítico" puede comprender varios cientos de tales células electrolíticas.

Opcionalmente, el proceso para la producción de pulpa de celulosa, de blancura muy alta, según la presente invención comprende además las etapas de fabricación de cribado, fraccionamiento, y molienda.

35 El proceso de fabricación de celulosa completo según la presente invención a través de las fases (i)-(vii) se presenta en el Esquema 1.

(ix) Cribado y fraccionamiento de la pulpa de celulosa

En estas operaciones la suspensión diluida de la etapa (viii) se procesa además a través de un dispositivo de cribado y fraccionamiento (22) equipado con tamiz de 0,1 a 0,5 mm, produciendo dos fracciones;

(a) la primera fracción que no pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm; y

40 (b) la segunda fracción que pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm, que se considera una buena pulpa de celulosa adecuada para la fabricación de papel de calidad superior o láminas de celulosa, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (23).

(x) Molienda de la pulpa de celulosa

45 Esto se requiere para procesar la (a) fracción de la pulpa de celulosa de la etapa (ix) a través de una o dos etapas de molienda posteriores usando los molinos de pulpa (24,25), produciendo pulpa de celulosa que se transfiere, por el colector (26), de vuelta al dispositivo de cribado y fraccionamiento (22). De esta manera, la cantidad total de fracción de pulpa de celulosa finalmente inapropiada se procesa hasta el producto final deseado que sale del proceso completo por el colector (23).

50 El proceso de fabricación de celulosa completo según la presente invención a través de las fases (i)-(vii) incluyendo las fases opcionales (ix) y (x) se presenta en el Esquema 2.

El uso de medios alternativos de calentamiento

Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa, de muy alta blancura, según la presente invención se puede realizar empleando el calentamiento por microondas (MO) en el digestor continuo (1) y/o el reactor de blanqueo continuo (6) de la manera que se conoce en la técnica. En este caso, las unidades de calentamiento en el digestor continuo (1) y/o el reactor de blanqueo continuo (6) son magnetrones generadores de microondas (MO), o una serie de los magnetrones.

Materia prima tipo hierba

La materia prima tipo hierba que se puede usar como materia prima de partida para el proceso de la presente invención incluye tallos de especies vegetales seleccionadas del grupo de: trigo (*Triticum vulgare*, Linne); arroz (*Oryza sativa*, Linne); cebada (*Horedum vulgare*, Linne); avena (*Avena sativa*, Linne); lino (*Linum usitatissimum*, Linne); maíz (*Zea mays*, Linne); mijos: mijo (*Panicum miliaceum*, Linne), mijo perla (*Pennisetum glaucum*, Linne); "browntop millet" (*Panicum ramosum*, Linne), y mijo japonés (*Echinochloa frumentaceae*, Linne); triticale (*xTriticosecale*, Wittm. ex A. Camus); trigo sarraceno (*Fagopyrum esculentum*, Moench); miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson); pasto varilla (*Panicum virgatum*, Linne); sorgo (*Sorghum sp.*, Linne); carrizo (*Phragmites australis*, Cav.), caña (*Arundo donax*, Linne), caña de seda (*Neyraudia reynaudiana*, Kunth.), enea (*Typha sp.*, Linne), papiro (*Cyperus papyrus*, Linne), esparganio (*Sparganium sp.*, Linne), junco de techo de paja (*Thamnochortus insignis*, Linne); esparto (*Stipa tenacissima*, Linne y *Lygeum spartum*, Linne); yute (*Corchorus olitorius*, Linne); bambú (*Bambusoideae sp.*; Linne); bagazo; o mezcla de las mismas. La materia prima tipo hierba preferida es miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson).

Resultados de los análisis de celulosa fabricada por el proceso de la presente invención

Las características superiores de la celulosa fabricada por la presente invención se puede ver claramente cuando los resultados de los análisis de las muestras del papel resultante se comparan con celulosa también buena fabricada por el proceso similar descrito en la técnica anterior más detallada; véase la referencia 9 de la bibliografía.

Los resultados del análisis de celulosa y la comparación con los mismos parámetros para la celulosa obtenida mediante el proceso de la técnica anterior más detallada se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Comparación de las propiedades del papel preparado a partir de la celulosa obtenida mediante el proceso de la presente invención y de la celulosa obtenida mediante el proceso de la técnica anterior más detallada, referencia 9 (como control).

N.º	Parámetro	Método	Unidad	Celulosa de la técnica anterior, ref. 9 ^a	Celulosa de la invención ^b
1	Contenido de lignina	TAPPI T222	%	<5,0 ^c	4,8
2	Peso base	EN ISO536:2012	g/m ²	96,11	100,92
3	Resistencia a la tracción	EN ISO1924-2:2009	km	4,800	5,410
4	Resistencia al estallido	EN ISO2758:2014	kPam ² /g	2,95	3,25
5	Opacidad	EN ISO2471:2011	%	83,40	85,13
6	Brillo	EN ISO2470-1:2013	%	<80,00 ^d	97,94
7	CMT (0)	ISO7263:2011	N	aproximadamente 152	188,8
8	CMT (30)	ISO7263:2011	N	n.a	150,2

^a La muestra de papel de la pulpa de celulosa control se fabricó mediante el proceso de la técnica anterior más detallada (véase la referencia 9); en la etapa de blanqueo, se empleó H₂O₂ + NaOH como sistema de blanqueo. La concentración de H₂O₂ se mantuvo igual que en la presente invención.

^b La muestra de papel de la pulpa de celulosa preparada mediante el proceso de la presente invención.

^c El contenido de lignina en la pulpa de celulosa generalmente es de <5 % p/p, calculado sobre la materia seca, ya que esto asegura unas buenas propiedades mecánicas del papel resultante.

^d Basado en experimentos anteriores.

n.a = no analizado.

Los resultados experimentales mostraron propiedades mecánicas significativamente mejores (resistencias a la tracción y al estallido) de la celulosa y del papel así resultante al mismo gramaje (comparable) (peso base alrededor de 100 g/m²). La resistencia a la tracción era de 5,410 frente a 4,800, lo cual representa mejora de +13 %, y la resistencia al estallido 3,25 frente a 2,95, lo cual es un aumento de +10 %. Estos resultados claramente sugieren mejores propiedades mecánicas de la celulosa de la presente invención lo cual probablemente asegura la conservación mejorada de las fibras de celulosa originales durante el procesamiento.

Además el brillo (blancura) de la celulosa se mejoró significativamente por encima del 90 % (97,94 %) frente a como máximo el 80 % que se podría conseguir mediante el uso del proceso de la técnica anterior más detallada (referencia 9 de la bibliografía).

Los cambios finales de los parámetros del proceso pueden dar como resultado alguna mejora adicional de los parámetros de calidad claves de la celulosa resultante, pero tales cambios se consideran que están dentro del alcance de esta invención.

Aplicabilidad industrial

La presente invención es obviamente industrialmente aplicable.

Además, el proceso de la presente invención se caracteriza por los siguientes rasgos claves:

(i) proceso de digestión y blanqueo muy suave para la materia prima tipo hierba que da como resultado pulpa de celulosa muy conservada con propiedades mecánicas mejoradas, contenido de lignina de <5 % p/p, y blancura > 90 %, haciéndolo adecuado para la producción de papeles de calidad superior;

(ii) dispersión suave entre las fases de digestión y blanqueo, básicamente sin ninguna eliminación del líquido negro después de la fase de digestión;

(iii) en donde ambos procesos de digestión y de blanqueo se optimizan tecnológicamente para asegurar el consumo mínimo de los productos químicos;

(iv) en donde el proceso de blanqueo realizado por el novedoso sistema de peróxido de hidrógeno (H₂O₂)-silicato de sodio (xNa₂O•ySiO₂), básicamente sin ningún uso de hidróxido de sodio (NaOH); y

(v) eliminación electrolítica de lignina integrada y eficaz de la solución líquido negro con regeneración de solución de hidróxido de sodio (+NaCl) acompañada, que se reusó de nuevo en el proceso de cocción como licor blanco, cerrando así el ciclo de fabricación completo sin ningún residuo significativo ni impacto ambiental.

Listado de referencias

1 - digestor continuo

2 - colector para introducir agua fresca

3 - colector para introducir productos químicos de digestión

4 - transportador para la alimentación de la materia prima tipo hierba triturada

5 - dispersor

6 - reactor de blanqueo continuo; básicamente igual al digestor continuo

7 - colector para introducir los productos químicos blanqueadores

8 - dispersor; esto es opcional; marcado con línea discontinua

9 - desaguadora

10 - colector para el transporte del licor negro desde la desaguadora al reactor electrolítico para la eliminación de lignina, u opcionalmente, al evaporador 16

11 - colector para el transporte de la pulpa de celulosa desaguada al recipiente de lavado 12

12 - recipiente de lavado de la pulpa de celulosa

13 - colector para la introducción de agua fresca

14 - colector para la salida de la pulpa de celulosa blanca final

15 - colector para el transporte del agua del proceso gastada del lavado de la pulpa de celulosa al reactor electrolítico para la regeneración, u opcionalmente, al evaporador 16

- 16 - evaporador opcional; para la concentración parcial del licor negro + agua del proceso de lavado combinados
- 17 - colector opcional para el transporte de agua limpia regenerada del evaporador de vuelta al recipiente de lavado de celulosa
- 5 18 - colector para el transporte del licor negro al reactor electrolítico 16, u opcionalmente, el licor negro concentrado si se emplea el evaporador
- 19 - reactor electrolítico para la eliminación de lignina y otro subproducto
- 20 - colector para la salida de lignina y otros subproductos no celulósicos
- 21 - colector para transportar los productos químicos de cocción regenerados de vuelta al digestor 1
- 22 - dispositivo de cribado y fraccionamiento
- 10 23 - colector para la salida de pulpa de celulosa blanca cuando se realiza el cribado y el fraccionamiento opcional
- 24 - molino de pulpa
- 25 - molino de pulpa
- 26 - colector para transportar la pulpa de celulosa blanca molida de vuelta al dispositivo de cribado y fraccionamiento

REIVINDICACIONES

1. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa de muy alta blancura a partir de materia prima vegetal tipo hierba, en donde dicho proceso comprende las etapas de:

5 (i) preparación de la materia prima vegetal tipo hierba mediante trituración para producir una materia prima con tamaño longitudinal distribuido de 5 a 30 mm y diámetro de 0,1 a 2 mm, y con partículas de polvo fino eliminadas mediante despolvamiento de dicha materia prima con ventilador;

10 (ii) digestión continua de una materia prima vegetal sin polvo tipo hierba preparada en la etapa (i) en un digestor continuo (1) formado como una columna longitudinal internamente equipada con transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento; en donde la materia prima vegetal tipo hierba se alimenta de manera continua directamente en la parte superior de dicho digestor por el transportador (4);

caracterizada por que

15 paralelamente a dicha alimentación de materia prima, los productos químicos para la digestión: NaOH, NaCl, y agua fresca y/o el licor blanco regenerado; se introducen de manera continua en la parte superior de dicho digestor (1); manteniendo la temperatura de digestión de 70 a 120 °C y la composición media de la suspensión así formada durante dicha digestión continua se mantiene dentro de los siguientes intervalos:

- (a) 0,50 a 2,00 % p/p de NaOH;
- (b) 0,50 a 1,50 % p/p de NaCl;
- (c) 10 a 15 % p/p de materia prima vegetal tipo hierba; y
- (d) agua del proceso; hasta el 100 % de la suspensión;

20 en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total; y

en donde una disolución de sustancias no celulósicas de la materia prima vegetal tipo hierba se da durante la transferencia de masa de uno a otro lado de dicho digestor longitudinal que dura 1,5 a 3 horas;

25 (iii) en donde la pulpa cocida se descarga de manera continua, a la misma tasa que a la que se alimenta la materia prima en el digestor (1), de dicho digestor (1), por el transportador, directamente dentro del dispersor (5), en donde la pulpa de celulosa suspendida se somete además a dispersión principal, produciendo fibras de celulosa finamente dispersada;

(iv) en donde la suspensión fina de la pulpa de celulosa dispersada de la etapa (iii) se somete además a blanqueo:

- (a) sin ninguna eliminación de los productos químicos de la fase de digestión (ii); y
- 30 (b) sin el uso de NaOH adicional con el propósito de blanqueo;

en donde la pulpa de celulosa dispersada se alimenta de manera continua dentro del reactor de blanqueo continuo (6) que está formado como una columna longitudinal equipada con transportador de tornillo sin fin y una unidad de calentamiento; y

en donde los productos químicos blanqueadores son:

- 35 (a) solución de peróxido de hidrógeno /H₂O₂/ acuosa con 20 a 40 % p/p de H₂O₂; y
- (b) solución de silicato de sodio /xNa₂O•ySiO₂/ acuosa con 30 a 45 % p/p de Na₂O+SiO₂ combinados, con la relación molar Na₂O:SiO₂=1:1 a 3,3:1;

40 y en donde dichos productos químicos se introducen a través del colector (7) en el reactor de blanqueo (6), manteniendo la temperatura de blanqueo de 70 a 100 °C, durante 45 minutos a 1,5 h, y la composición media de la suspensión así formada durante el proceso de blanqueo completo se mantiene dentro de los siguientes intervalos:

- (a) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de H₂O₂;
- (b) 0,50 a 2,00 % p/p de dicha solución de xNa₂O•ySiO₂;
- (c) 10 a 15 % p/p de celulosa; y
- 45 (d) agua del proceso; hasta el 100 % p/p de la suspensión;

en donde los porcentajes de peso de los ingredientes se calculan sobre el peso de la suspensión total;

(v) la suspensión de la pulpa de celulosa blanqueada así obtenida, descargada de la etapa de blanqueo (iv), opcionalmente se procesa más a través del dispersor (8); y a continuación se transfiere a la desagadora (9);

5 (vi) en donde la pulpa de celulosa blanqueada y finalmente además dispersada de la etapa (v) se desagua, se separa del licor negro produciendo:

(a) pulpa de celulosa blanqueada de 10 a 15 % p/p de materia seca; y

(b) el licor negro que contiene lignina y otros subproductos de cocción y blanqueo; y

(vii) la pulpa de celulosa blanqueada se lava además en el recipiente de lavado (12) con agua fresca adicional, que se introduce a través del colector (13) dando:

10 (a) pulpa de celulosa blanqueada y lavada final de muy alta blancura, mayor que 90 %, de 10 % p/p de materia seca, y contenido de lignina <5 % p/p, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (14); y

(b) cantidad adicional de agua del proceso de lavado que se transfiere por el colector (15), junto con el licor negro de la etapa de desagüe (vi), que se transporta por el colector (10) al reactor electrolítico (19);

15 (viii) en donde el licor negro y el agua del proceso de lavado se someten además a electrolisis con corriente eléctrica directa entre dos electrodos, a potencial eléctrico de 3 a 30 V, y densidad de corriente eléctrica de 1 a 10 A/dm², a 10 a 95 °C, en donde la lignina y los subproductos se separan en la parte superior de la solución de electrolito en el compartimento del ánodo, y se extraen de manera continua del reactor electrolítico; y

20 en donde la solución de electrolito resultante con solución de NaOH y NaCl regenerada, que representa el licor blanco, se regenera del compartimento del cátodo de vuelta al proceso de cocción, por el colector (21), al digestor continuo (1), cerrando así el proceso de fabricación de celulosa completo.

2. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según la reivindicación 1, caracterizado por que comprende además las etapas de:

25 (ix) cribado y fraccionamiento, en donde la suspensión diluida de la etapa (viii) en la reivindicación 1, se procesa a través de un dispositivo de cribado y fraccionamiento (22) equipado con tamiz de 0,1 a 0,5 mm, produciendo dos fracciones;

(a) la primera fracción que no pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm; y

30 (b) la segunda fracción que pasa a través del tamiz de 0,1 a 0,5 mm, que se considera una buena pulpa de celulosa de muy alta blancura, mayor que 90 %, adecuada para la fabricación de papel de calidad superior o láminas de celulosa, que se transporta fuera del proceso completo a través del colector (23); y

(x) en donde la fracción (a) de la pulpa de celulosa de la etapa (ix) se somete a uno o dos procesamiento posteriores a través de los molinos de pulpa (24, 25) produciendo la pulpa de celulosa, que se transfiere, por el colector (26), de vuelta al dispositivo de cribado y fraccionamiento (22).

35 3. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que los productos químicos para la digestión en la etapa (ii) de la reivindicación 1 se introducen como una mezcla de soluciones acuosas concentradas de 20 a 50 % p/p de NaOH y 10 a 30 % p/p de NaCl.

4. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que la temperatura de digestión se mantiene en el intervalo de 90 a 100 °C.

40 5. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que la temperatura de blanqueo se mantiene en el intervalo de 85 a 100 °C.

6. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que las unidades de calentamiento en el digestor continuo (1) y el reactor de blanqueo continuo (6) son magnetrones generadores de microondas (MO).

45 7. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que el licor negro y las aguas del proceso de lavado combinados que salen de las etapas del proceso (vi) y (vii) en la reivindicación 1 por los colectores (10) y (15) se concentran opcionalmente hasta el contenido de sodio total 0,90 a 1,05 % p/p en el evaporador (16) antes de procesamiento adicional en el reactor electrolítico (19).

8. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado por que la eliminación electrolítica de lignina y la regeneración de licor blanco en la etapa (viii) de la reivindicación 1 dentro del reactor electrolítico (19) se conduce con ánodo de grafito y cátodo de acero al carbono o acero inoxidable, a potencial eléctrico de 3 a 10 V, densidad de corriente eléctrica de 3 a 7 A/dm².

- 5 9. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la materia prima tipo hierba incluye tallos de especies vegetales seleccionadas del grupo de: trigo (*Triticum vulgare*, Linne); arroz (*Oryza sativa*, Linne); cebada (*Horedum vulgare*, Linne); avena (*Avena sativa*, Linne); lino (*Linum usitatissimum*, Linne); maíz (*Zea mays*, Linne); mijos: mijo (*Panicum miliaceum*, Linne), mijo perla (*Pennisetum glaucum*, Linne); "browntop millet" (*Panicum ramosum*, Linne), y mijo japonés
10 (*Echinochloa frumentaceae*, Linne); triticale (x*Triticosecale*, Wittm. ex A. Camus); trigo sarraceno (*Fagopyrum esculentum*, Moench); miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson); pasto varilla (*Panicum virgatum*, Linne); sorgo (*Sorghum sp.*, Linne); carrizo (*Phragmites australis*, Cav.), caña (*Arundo donax*, Linne), caña de seda (*Neyraudia reynaudiana*, Kunth.), enea (*Typha sp.*, Linne), papiro (*Cyperus papyrus*, Linne), esparganio (*Sparganium sp.*, Linne), junco de techo de paja (*Thamnochortus insignis*, Linne); esparto (*Stipa tenacissima*, Linne y *Lygeum spartum*, Linne); yute (*Corchorus olitorius*, Linne); bambú (*Bambusoideae sp.*; Linne); bagazo; o mezcla de las
15 mismas.

10. Un proceso continuo para la producción de pulpa de celulosa según la reivindicación 8, caracterizado por que la materia prima tipo hierba es miscanto (*Miscanthus x giganteus*, Andersson).

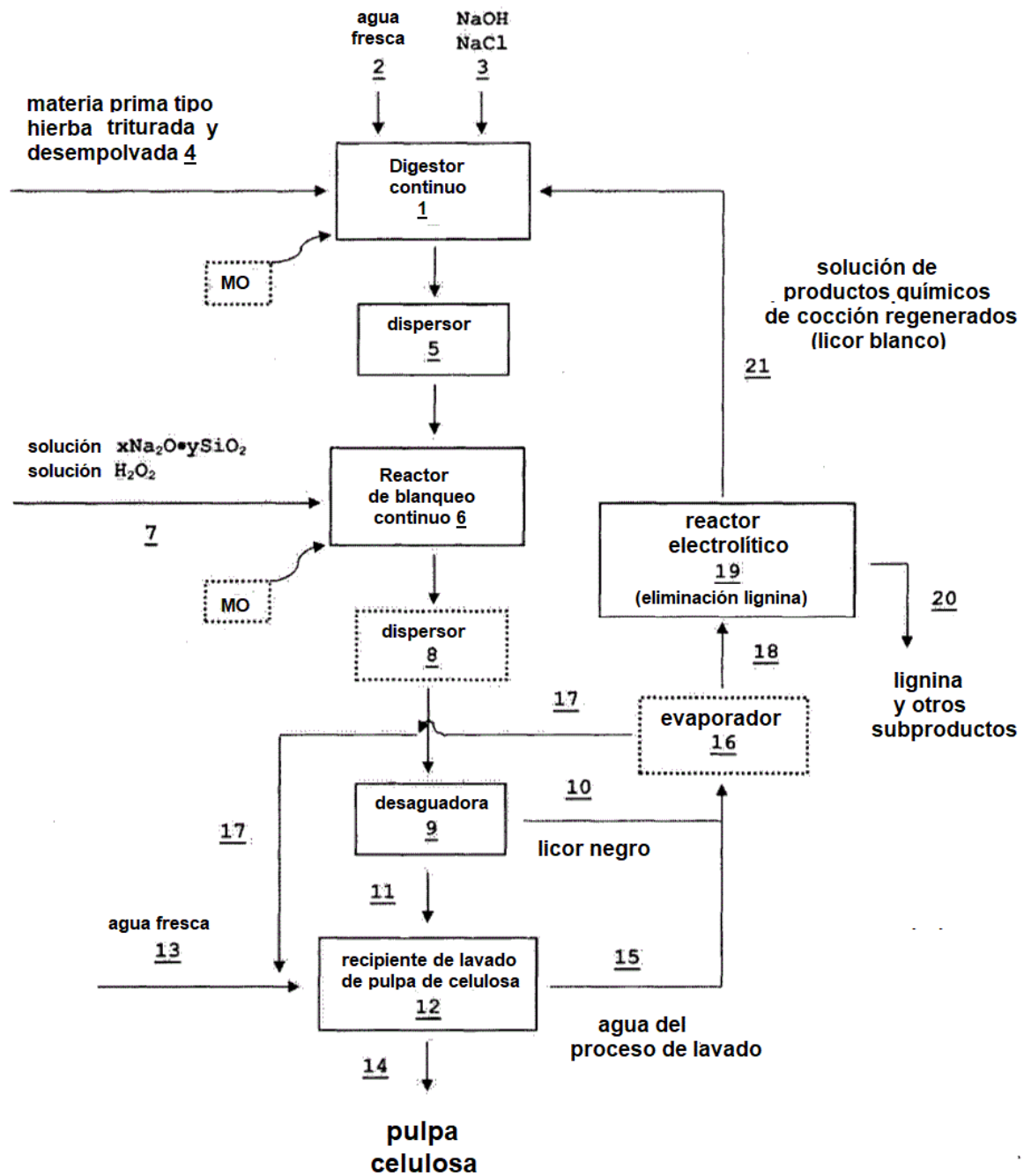


Figura 1

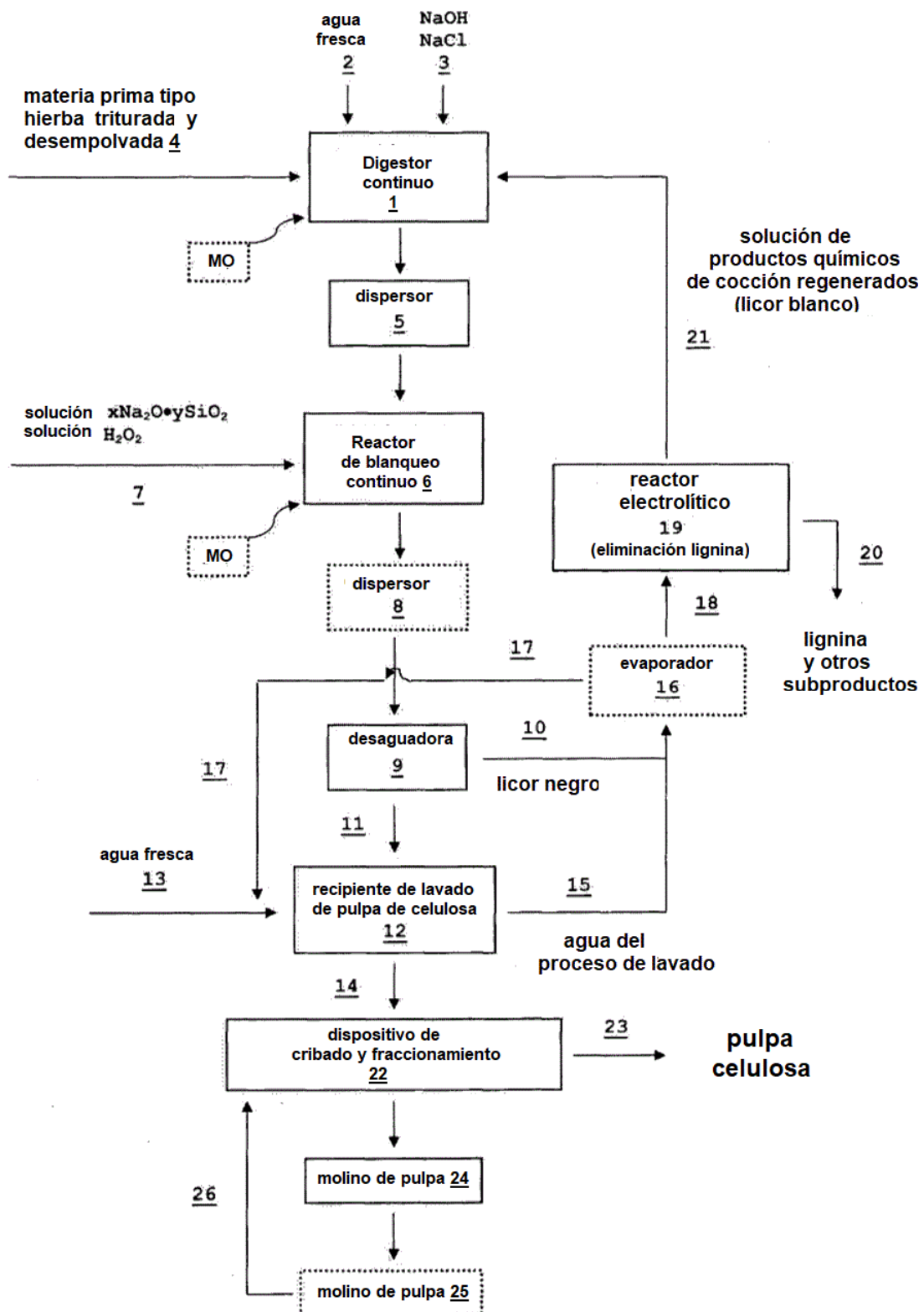


Figura 2